

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 212—2001

血清中氟化物的测定 离子选择电极法

Determination for fluoride in serum—Ion selective
electrode method

2001-11-14 发布

2002-05-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国 卫 生
行 业 标 准
血清中氟化物的测定 离子选择电极法
WS/T 212—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 8 千字
2002 年 6 月第一版 2002 年 6 月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·2-14437 定价 8.00 元
网址 www.bzchs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

血清氟水平是评价人群氟负荷的重要指标,它在表明机体受氟危害及氟中毒中具有较重要的意义。因此,在地方性氟中毒的防治研究及防龋的研究中经常进行该指标的检测。

本标准规定的血清中无机氟测定方法,是在参考了国内外多年来报道的各种血清氟测定方法的基础上并结合我国的国情制定的适于一般实验室可操作的方法。本标准规定的操作步骤及技术指标均经过实验室和现场验证。

本标准由卫生部疾病控制司提出。

本标准起草单位:中国地方病防治研究中心地氟病研究所。

本标准主要起草人:万桂敏、于光前、徐春蓓、王守智、张志瑜、张丽虹、叶平、边建朝、赵新华、宋丽、石玉霞、刘忠杰。

本标准由卫生部委托中国地方病防治研究中心负责解释。

血清中氟化物的测定 离子选择电极法

WS/T 212—2001

Determination for fluoride in serum—Ion selective
electrode method

1 范围

本标准规定了用离子选择电极法测定血清中无机氟化物的浓度。
本标准适用于各种人群及动物血清中无机氟化物浓度的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

氟离子选择电极的氟化镧单晶膜对氟离子有选择性,由电极膜分开的两种不同浓度的氟溶液之间存在电位差即膜电位,其大小与溶液中氟离子活度有关。利用电动势与氟离子活度的线性关系,可直接求出血清中氟离子浓度。

4 试剂

本标准使用的试剂纯度除特别说明外均为分析纯。实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。全部试剂贮于聚乙烯瓶中。

4.1 氟化物标准溶液

4.1.1 氟化物标准贮备液:准确称取经 120℃干燥 2 h 并冷却至室温的氟化钠(优级纯)0.221 0 g,用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,倒入聚乙烯瓶中备用。此液 1 mL 含氟 1 000 μgF^- 。

4.1.2 氟化物标准工作液 I [$c(\text{F}^-)=100.0 \mu\text{g/mL}$]:吸取氟化物标准贮备液(4.1.1)10.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.1.3 氟化物标准工作液 II [$c(\text{F}^-)=10.0 \mu\text{g/mL}$]:吸取氟化物标准工作液 I (4.1.2)10.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.1.4 氟化物标准工作液 III [$c(\text{F}^-)=5.0 \mu\text{g/mL}$]:吸取氟化物标准工作液 I (4.1.2)5.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.1.5 氟化物标准工作液 IV [$c(\text{F}^-)=2.0 \mu\text{g/mL}$]:吸取氟化物标准工作液 I (4.1.2)2.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.1.6 氟化物标准工作液 V [$c(\text{F}^-)=1.0 \mu\text{g/mL}$]:吸取氟化物标准工作液 II (4.1.3)10.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

- 氟化物标准工作液(4.1.4~4.1.6)临用时现配。
- 4.2 总离子强度调节缓冲液(TISAB)
- 4.2.1 总离子强度调节缓冲液(TISAB):称取 58.0 g 氯化钠、0.4 g 柠檬酸三钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于约 500 mL 水中,加入 57 mL 冰乙酸,用氢氧化钠[$c(\text{NaOH})=5 \text{ mol/L}$]调 pH 为 5~5.2,用水定容至 1 L。
- 4.2.2 含氟总离子强度调节缓冲液:配制同 4.2.1,在加水稀释前,加氟化物标准工作液 II (4.1.3) 2.00 mL。此液含氟 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。临用前现配。

5 仪器

- 5.1 离子活度计或精密酸度计:分辨率为 0.1 mV。
- 5.2 氟离子选择电极:CSB-F-III 型(长沙特种硬质合金工业公司产)。
- 5.3 232 型甘汞电极。
- 5.4 磁力搅拌器。
- 5.5 塑料微容池,具有聚乙烯包裹的搅拌子。
- 5.6 可调微量移液器或微量加样器 2~20 μL ($\pm 0.02 \mu\text{L}$)。

6 采样

采集空腹肘静脉血 1.5~2 mL,置于无氟具塞的聚乙烯管中,采集后立即离心(3 000 r/min, 10 min)取血清测氟。如果不能及时分析,保存冰箱(4℃)中,一周内完成测定。也可保存于-18℃~-20℃冰盒内 2 周测定。

7 分析步骤

- 7.1 标准加入法
- 7.1.1 电极实际斜率的测定
- 7.1.1.1 氟化物标准系列的配制:取 6 个 25 mL 容量瓶,按表 1 配制标准系列。

表 1 氟化物标准系列的配制

容量瓶号	1	2	3	4	5	6
1.0 $\mu\text{g/mL}$ 氟化物标准工作液 V /mL	0.50	1.25	2.50	5.00	—	—
10.0 $\mu\text{g/mL}$ 氟化物标准工作液 II /mL	—	—	—	—	1.25	2.5
TISAB 液/mL	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5	12.5
	用水定容至刻度					
氟含量/ $\mu\text{g/mL}$	0.02	0.05	0.1	0.2	0.5	1.0

- 7.1.1.2 氟化物标准系列的测定:分别吸取上述各浓度的氟标准液 0.80 mL 于微容池内,放一根搅拌棒,移至磁力搅拌器上,插入氟电极和甘汞电极,测定溶液的电位值,从低浓度到高浓度逐个进行。待读数稳定后(即每分钟电极电位变化小于 1 mV),读取电位值,同时记录测定时的温度。
- 7.1.1.3 电极实际斜率(S)的计算:由上述标准系列测得的电位值,浓度每变化 10 倍所引起的电位差即可得不同浓度范围内的电极实际斜率。也可用上述标准系列测得的电位值(E_S)和相应的标准液的浓度(C_S)按式(1)可求得任意两个标准溶液浓度范围的电极实测响应斜率。

$$S = (E_{S_2} - E_{S_1})/\lg(C_{S_2}/C_{S_1}) \dots\dots\dots (1)$$

式中: S ——电极实际斜率;

E_{S_2} ——高浓度标准溶液的电位值;

E_{S_1} ——低浓度标准溶液的电位值;

C_{S_2} ——高浓度标准溶液的浓度；

C_{S_1} ——低浓度标准溶液的浓度。

7.1.2 样品测定：吸取 0.40 mL 血清置于微容池中，再加入 0.40 mL 总离子强度调节缓冲液(4.2.1)〔如样品含氟量低于 0.02 $\mu\text{g/mL}$ ，测定时则加入 0.40 mL 含氟 TISAB 液(4.2.2)〕。放一个搅拌子，将微容池放在磁力搅拌器上搅拌几秒钟、混匀样液，然后插入氟电极和甘汞电极测定电位值 E_1 ，再另加小体积(10.0~20.0 μL)氟化物标准工作液Ⅱ、Ⅲ或Ⅳ(4.1.3、4.1.4或4.1.5)测定电位值 E_2 ，按式(2)、(3)计算血清中氟含量。

7.2 标准曲线法

7.2.1 标准曲线的绘制

7.2.1.1 氟化物标准系列的配制：同 7.1.1.1。

7.2.1.2 氟化物标准系列的测定：同 7.1.1.2。用对数坐标纸，以等距离表示电位值，对数坐标表示氟离子浓度，绘制标准曲线。标准曲线应在测定样品的同时绘制。

7.2.2 样品测定：准确吸取 0.40 mL 血清于微溶池内，再加入 0.40 mL 总离子强度调节缓冲液(4.2.1)〔如样品含氟量低于 0.02 $\mu\text{g/mL}$ ，测定时则加入 0.40 mL 含氟总离子强度缓冲液(4.2.2)〕，按 7.1.2 的方法测定电位值，查曲线并按式(4)、(5)计算氟含量。

8 结果计算

8.1 标准加入法的计算，见式(2)、(3)。

$$C_X = [(C_S \cdot V_S)/V_X]/(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$C_X = [(C_S \cdot V_S/V_X)/(10^{\frac{\Delta E}{S}} - 1)] - 0.02 \quad \dots\dots\dots (3)$$

(当样品加含氟 TISAB 液时，用此式计算氟浓度。)

式中： C_X ——血清中氟含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

C_S ——加入的氟化物标准溶液浓度， $\mu\text{g/mL}$ ，(应是被测液浓度的 50~100 倍)；

V_S ——加入的氟化物标准液体积，mL，(不超过被测液体积的 1/50~1/100)；

V_X ——量取的血清体积，mL；

ΔE —— E_2 与 E_1 之差(ΔE 以 20~30 mV 为宜)。

S ——电极的实测斜率〔取与被测液相接近的浓度范围的标准液精确测定值，而不能以理论斜率或实测的标准系列的平均斜率(指全区间)的 S 值计算〕。

8.2 标准曲线法的计算，见式(4)。

$$C_X = C \times 2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

(当样品加含氟 TISAB 液时，用式(5)计算氟浓度。)

$$C_X = (C - 0.01) \times 2 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中： C_X ——血清氟含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

C ——查曲线得氟含量， $\mu\text{g/mL}$ 。

9 说明

9.1 检测下限和测定范围

检测下限为 0.012 $\mu\text{g/mL}$ 。

本方法可准确测定含氟量大于 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 血清中无机氟含量。

9.2 精密度和准确度：同一实验室对含氟量 0.059 $\mu\text{g/mL}$ 、0.090 $\mu\text{g/mL}$ 和 0.203 $\mu\text{g/mL}$ 的血清样品 8 次测定的相对标准偏差分别为 3.39%、1.89%、0.99%。当血清样品的本底氟值为 0.054 $\mu\text{g/mL}$ 、0.089 $\mu\text{g/mL}$ 、0.205 $\mu\text{g/mL}$ 进行加标回收实验，回收率分别为 96.7% $\pm$ 3.01%、101.2% $\pm$ 2.50%、

99.8%±2.79%。

四个实验室对含氟 1.03 mg/L±0.06 mg/L、5.07 mg/L±0.13 mg/L 牛血清游离氟成分标准物质 (GBW09143、GBW09144) 进行测定, 均值分别为 0.98±0.066 μg/mL, 5.00±0.08 μg/mL, 相对标准偏差分别为 6.73%、1.56%。相对误差分别为 4.85%、1.38%, 均小于 5%。

9.3 标准加入法, 样品中的加标浓度可根据测得的 E_1 来判断可能的浓度范围, 决定加 2~10 μg/mL 那个浓度, 使 ΔE 为 20~30 或 20~40 为宜, 减少测定误差。

9.4 标准加入法计算所用的电极斜率 (S), 一定要用被测液加标前、后所测得的 E_1 和 E_2 所对应的氟标准液浓度范围内的电极实测斜率。

9.5 测样前电极插入 0.02 μg/mL 氟标准液中 20 min, 使样品测定平衡时间缩短。由于电极有“记忆”功能, 应使它尽量少接触含高氟的溶液。在测含高氟的样品后, 一定将电极洗至要求的空白电位。

9.6 电极插入微容池溶液内不可太深, 刚好在液面下 2 mm~3 mm 即可, 免得把样液挤出池外, 再做标加时不准确。

9.7 标准加入法, 向被测液中加入标准溶液时, 应在搅拌状态下加在两电极中间部位。这样使被加的标准溶液能被充分混匀。



WS/T 212-2001

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 2-14437

定价: 8.00 元

此为试读, 需要完整PDF请访问: www.ertongbook.com