

【化学测定方法】

离子色谱法快速测定血清中痕量碘化物

颜金良¹, 颜勇卿², 施家威¹

(1. 浙江省宁波市疾病预防控制中心, 浙江宁波 315010; 2. 北京大学基础医学院, 北京 100083)

【摘要】 目的: 建立简便快速梯度淋洗离子色谱法测定血清中碘化物含量。方法: 选用 IonpacAS11 阴离子分析柱, 0 ~ 15 mmol/L KOH 淋洗液, 流速为 1.0 ml/min, 电导检测器。样品经 0.25 μ m 滤膜过滤后直接进样。结果: 本法相关性好 ($r=0.9998$), 精密度高 ($RSD\% < 5.0$), 样品加标平均回收率为 85.7% ~ 101%, 最低检出量 0.010 μ g/ml。结论: 该法操作简单、快速、准确、灵敏, 适用于大批样分析。

【关键词】 碘化物; 离子色谱; 血清

【中图分类号】 O657.7*5

【文献标识码】 A

【文章编号】 1004-8685(2008)02-0252-02

Ion chromatographic determination of iodide residues in serum

Yan Jin-ling¹, Yan Yong-qing², Shi Jia-wei¹

(1. Ninbo Center for Disease Control and Prevention, Ningbo 315010, China; 2. School of Basic Medical Sciences Peking University, Beijing 100083, China)

【Abstract】 **Objective:** An ICS method was applied to simultaneously determine Iodide in serum. **Methods:** The method was based on ICS separation under the condition of isocratic eluent with 0 ~ 15 mmol/L KOH and flow rate of 1.0 ml/min by using the IonPAC AS11 analytical column and suppressed conductivity detector. **Results:** This method had good relativity ($r > 0.9998$) and good analytic precision ($RSD\% < 5.0$). The samples average recoveries rates were 85.7% ~ 101% and the detection limit were $< 0.010 \mu\text{g/ml}$. **Conclusion:** Its advantages are simple operation, quickness, high sensitivity and precise results. This method can be applied widely and suitable for trace analysis of serum samples.

【Key words】 Ion chromatography; Serum; Iodide

碘是人体必需的微量元素之一, 缺乏或过多时机体均会出现一系列的功能、形态和代谢障碍^[1,2], 严重的会导致脑损伤。因此, 测定血清中碘能够较准确地反映近期机体碘的营养状况和甲状腺功能^[3]。目前血清中碘化物的检测方法有气相色谱法(GC)^[4]、中子活化法^[5]、化学法^[6], 这些方法操作步骤较为繁杂, 且条件难以控制, 重现性较差。本文通过对常见阴离子与碘化物的分离测定, 建立了血清中痕量碘化物含量简便快速的离子色谱检测方法, 并获得了较为满意的结果。

1 材料与方法

1.1 离子色谱分析原理

样品中待测的阴离子, 经过阴离子交换柱时, 流动相淋洗液将样品中的离子从分离柱中洗脱下来, 样品中各种离子的洗脱顺序和保留时间取决于离子对树脂的亲合力、淋洗液、柱长和流速, 由于电导率与样品中被测离子的浓度成正比, 所以通过电导检测器测量电导, 可以确定样品中待测离子浓度。

1.2 仪器与试剂

DIONEX-2000 离子色谱仪(美国戴安), SC-1100 色谱工作站, IonPacAS11 阴离子分离柱, AG-11 保护柱, ASRS-ULTR4mm 微膜抑制器, DA6 电导检测器, AS400 自动进样器,

0.25 μ m 微孔滤膜。所用试剂均为优级纯或分析纯, 超纯水器(millipore 美国公司)实验用水, 电导率 $< 1.0 \mu\text{S/cm}$, 碘化物标准储备液: 1000 mg/L, 国家标准样品研究所提供。

1.3 色谱条件及测定方法

淋洗液 0 ~ 15 mmol/L KOH, 采用梯度淋洗法, 流速为 1.0 ml/min, 自动再生抑制电流 50 mA, 进样量 25 μ l。

1.4 实验方法

准确吸取血清样品 2.0 ml 于 10 ml 比色管中, 用纯水稀释至刻度。混匀, 吸取样品液 5 ml 用 0.25 μ m 的滤膜过滤后直接进样, 进样量 25 μ l。结果样品中各离子的保留时间基线分离良好, 结果见图 1。

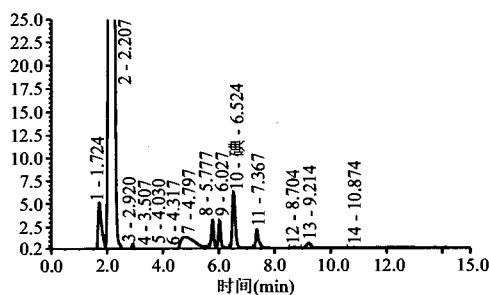


图 1 血清样品中碘化物分离图

(下转第 309 页)

【作者简介】 颜金良(1956-), 男, 副主任技师, 主要从事卫生化学研究。

由此,笔者认为 TP-ELISA 法可用于大批量标本的初筛试验,当检出阳性时应做 TPHA 进行确认。临床医师也应根据病史、临床表现及检测结果综合考虑,以免给患者误诊,造成患者巨大的心理压力和不必要的后果,以及引发不必要医疗纠纷。

[参考文献]

[1] 罗晓红,段朝晖,番昆胎,等. 甲苯胺红不加热血清试验和梅毒螺旋体看体明胶颗粒凝集试验在梅毒诊治中的应用[J]. 中国自然

医学杂志,2007,(03).

[2] 王飞,黄艳春,吉军,等. 梅毒螺旋体抗体的 4 种血清学检测方法的应用评价[J]. 新疆医科大学学报,2007,(03).
[3] 王露楠,邓巍,李金明. 梅毒螺旋体感染不同血清学诊断方法的临床评价[J]. 中华检验医学杂志,2002,(06).
[4] 程艳杰,王广杰,王旭,等. 梅毒螺旋体特异性抗体检测方法的试验室评价[J]. 中华检验医学杂志,2006,(03).
[5] 康淑霞,朱安友,王凤超,等. ELISA 法筛查联合 TRUST,TPPA 在梅毒诊断中的应用价值[J]. 实用全科医学,2007,(06).

(收稿日期:2007-09-24)

(上接第 252 页)

2 结果与讨论

2.1 淋洗液浓度与时间的选择

为了使碘化物与血清中其他阴离子能够有较好地分离,我们对淋洗液进行了不同梯度淋洗,常规阴离子在不同浓度淋洗液下的保留时间顺序为 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} ,而碘化物保留时间在 SO_4^{2-} 之后。所以我们考虑了碘化物与 SO_4^{2-} 之间的分辨率。选择了合适的淋洗液浓度与时间,使测定组分与共存离子能有效分离。本文设定最佳不同淋洗液浓度与时间,见表 1。

表 1 淋洗液条件

时间 (min)	淋洗液浓度 (mmol/L)
2.0	1.0
6.0	3.0
10.0	8.0
12.0	12.0
15.0	10.0

2.2 色谱柱选择

本文选择用 IonPacAS11 阴离子分析柱与 IonPacAS18 大容量阴离子分析柱分别进行比较,实验结果表明 IonPacAS11 阴离子分离柱对碘化物具有较好的分离能力,较好的峰形及合适的保留时间。

2.3 碘化物标准系列制备

在 50 ml 容量瓶中准确配制标准系列,分别配成 0.0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mg/L 标准,进样 25 μ l,按实验方法进行,碘化物浓度 (C) 与峰面积 (A) 具有良好的线性关系,回归方程 $C = -8.4 \times 10^{-4} + 0.0767A$,相关系数为 $r = 0.9998$ 。

2.4 方法精密度、准确度及回收率实验

采取健康人群中血清样品若干份,分别加入碘化物标准液,按样品分析操作连续测定 8 次,结果见表 2,实验表明本法精密度高、准确度高、平均回收率在 85.7% ~ 101%。

2.5 共存离子的干扰试验

样品中 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 F^- 等离子的含量较大时,被测组分较

表 2 方法精密度、准确度及回收率 (n=8)

样品	本底值 (μ g/L)	加入量 (μ g/L)	测定值 (μ g/L)	RSD (%)	回收率范围 (%)	平均回收率 (%)
血清 1	125	50	150	3.21	83.1 ~ 88.5	85.7
血清 2	140	100	242	1.58	98.6 ~ 102	101
血清 3	124	150	270	3.87	92.4 ~ 101	98.5
血清 4	138	200	325	2.76	92.7 ~ 98.3	96.2

低,相邻离子间容易产生干扰。为测定这些离子的影响程度,在对碘化物标准液 (mg/L) (0.5) 中分别加入模拟混合样品进行测定,本法允许下列离子浓度 (mg/L) F^- 500、 Cl^- 1000、 NO_3^- 800、 NO_2^- 300、 SO_4^{2-} 1000,实验结果表明,血清样品在相当大的浓度范围内,常规阴离子对碘化物测定不会造成影响。

3 小结

本法采用梯度淋洗离子色谱法快速测定血清中痕量碘化物含量,本法相比于其他方法样品前处理更为简单,基本无需任何试剂,操作简便、快速、准确、灵敏度高,特别适用于大批量样品分析。

[参考文献]

[1] 马泰,卢偶章,于志恒. 碘缺乏病-地方性甲状腺肿与地方性克汀病[M]. 北京:人民卫生出版社,1993. 1,50-51,266.
[2] 李素梅. 微营养素与健康[M]. 北京:化学工业出版社,2004. 60-62.
[3] 孔瑞祥. 必须微量元素的营养、生理及临床意义[M]. 合肥:安徽科学技术出版社,1982. 10.
[4] 符展明,葛庆成. 顶空气相色谱法测定血清中微量碘[J]. 分析化学,1996,24(2):198-201.
[5] Rao RR, Chatt A. Determination of monogram amounts of iodine in foods by radiochemical neutron activation analysis[J]. Analyst,1993,118(13):1247-1251.
[6] 胡梅,泽仁拥西. 氯酸法用于血清碘测定的方法学研究[J]. 中国卫生检验杂志,2006,16(8):916-918.

(收稿日期:2007-10-30)