

表存储器组后,可以利用软件删除工人休息等不需要的数据,使计算的等效声级符合 $L_{Aeq,8h}$ 的要求。这类仪器提供的暴露等效声级随时间的动态变化也有助于了解工人的噪声暴露规律,也可与采样日志一起用于核对工人是否按要求佩戴仪器。

噪声个体计量仪采集的数据可以在网上传输,为日常工作和科研提供了便利。

(收稿日期:1999-07-14)

(本文编辑:周星)

尿碘自动分析装置的研制

张亚平 陈祖培 蓝天水 陈惠琴 袁东星 陈吉祥 梁权胜

目前国内外尿碘监测的实验室常规方法为酸消化砷铈催化光度法,该方法复杂费时、误差因素多^[1]、氯酸制取难、逸出大量有害气体。国际组织推荐的尿碘自动酸消化连续流动分析法,分析速度低,仪器昂贵且易腐蚀损坏^[2]。我们在自己研究的尿碘流动注射在线消化催化光度测定法基础上^[3-5],进一步优化了尿碘流动注射分析系统,研制并组装了配置计算机工作站的尿碘自动分析装置,有操作简便、分析速度快、检测范围宽、灵敏度高、精密度及准确度好特点。

一、材料与方法

1. 技术原理:在国产流动注射分析仪上安装配置本项目研究设计的尿碘流动注射分析流路系统,自动直接吸取待检尿液微体积进入控温 38°C 的流路系统中,经酸化、氧化消化消除干扰物质、还原、砷铈反应(反应受微量碘催化)和显色这些自动化在线流程,计算机工作站自动采集记录光度计检测信号和进行数据文件处理,打印输出尿碘检测结果。

2. 主要仪器:中国科学院信息通讯科学仪器公司的流动注射分析仪、自动取样器、高精度温控器;722型光度计(1 cm 流通池);PC586 兼容机装载中文 Windows95 及本项目研制的 FIA 2.0 流动注射分析工作站(FIA 工作站)。

3. 试剂:载流液(含 NaCl 的硫酸溶液),消化液(含高锰酸钾、重铬酸钾的硫酸溶液),亚砷酸溶液(含 NaCl、 H_2SO_4 的亚砷溶液),助催液(含硫酸锰、NaCl 的硫酸溶液),硫酸铈溶液,显色剂(0.15% 马钱

子碱);碘标准溶液:含碘量 $100\ \mu\text{g}/\text{ml}$,再以水稀释配制标准系列溶液。

4. 分析装置:泵系统→进样阀(自动进样器)→传输及反应系统(控温 38°C)→光度计流通池→数据采集卡→计算机→显示器打印机。用 7 条泵管分别输送上述试剂,进样阀采样环容积 $40\ \mu\text{l}$ 。FIA 工作站具备数据采集、处理、绘图、计算及条件保存、文件服务、在线帮助、自动存盘等功能。

5. 测定方法:设定阀采样 20 s,注射进样 30 s,进样频率 70 次/h,光度计测定波长 480 nm。吸样管线直接依次吸取碘浓度 20、50、100、200、400、600、1 000 $\mu\text{g}/\text{L}$ 标准系列溶液和尿样液。计算机系统记录流动注射分析峰图和处理打印峰高吸光度值(峰顶与基线的吸光度差值)及按标准曲线回归方程计算的碘浓度结果。

二、结果与讨论

1. 分析装置的特点:

(1)本装置流路设计比国际组织推荐的含 320°C 流动消化系统及 55°C 控温砷铈反应系统的 10 条泵管分析流路更为简单^[2]。本法载流含 NaCl 既有提高检测灵敏度和减除尿液中 Cl^- 等干扰的作用,又可与消化液中 KMnO_4 在线反应产生强氧化性 Cl_2 ,形成 $\text{KMnO}_4\text{-K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\text{-Cl}_2\text{-H}_2\text{SO}_4$ 在线消化尿样的体系环境,使结果准确,本法独有的在线消化系统设计是本项目的重要特点。

(2)FIA 工作站中文窗口式菜单操作,可记录处理贮存输出 FIA 峰谱图、标准曲线线性图、回归方程及相关系数、分析结果等。还设计了峰参数及滤波参数选择功能,可有效消除流路气泡峰的影响,这是本工作站的特点之一。

2. 装置的应用:

基金项目:国家“九五”医学科技攻关基金资助(96-906-04-01)

作者单位:364000 福建省龙岩市卫生防疫站(张亚平、蓝天水、陈惠琴、陈吉祥);天津医科大学内分泌研究所(陈祖培);厦门大学环境科学研究中心(袁东星、梁权胜)

(1)标准曲线和检出限:峰高(A)与碘浓度(C)的线性关系回归方程在碘浓度50~1 000 μg/L 为 $\lg C = a + bA$, 相关系数 $r = 0.999 4 \sim 0.999 9$ 。例: $\lg C = 1.391 + 2.413A$, $r = 0.999 9$; 在碘浓度 0~50 μg/L 为 $C = a' + b'A$, 相关系数 $r = 0.999 4 \sim 1.000 0$, 例: $C = -0.32 + 379.48A$, $r = 0.999 8$ 。无水进样无信号峰, 基线噪音 2 mV, 最小检出碘浓度为 3 μg/L, 对应信号 6 mV、 $A = 0.006$ 。

(2)测定精密度的系统长时间连续测定过程峰信号稳定性: 分别对 2 份尿样连续测定 6 次, 结果见表 1。检测证明, 本装置可在 60 min 以上的连续检测过程中稳定工作, 基线漂移小, 同浓度的结果变异 < 3%。

表 1 自动分析装置对尿碘测定的精密度

尿碘含量 (μg/L)	FIA 峰高的吸光度						$\bar{x} \pm s$	相对标准偏差 (%)
	1	2	3	4	5	6		
114.2	0.277	0.275	0.275	0.275	0.272	0.278	0.275±0.002	0.73
190.0	0.371	0.366	0.369	0.364	0.366	0.368	0.367±0.002	0.54

(3)测定准确度及重现性: 对中国预防医学科学院提供的 2 种浓度的冻干尿碘标准物质在不同日期进行 16 批次测定, 结果表明本装置有较佳的测定准确度和重现性(表 2)。

表 2 自动分析装置对尿碘标准物的测定结果(n=16 μg/L)

标准值±不确定度	结果范围	$\bar{x} \pm s$	相对误差范围(%)
119±21	114.2~123.5	118.4±2.9	-4.0~3.8
197±23	190.0~200.6	195.6±2.6	-3.5~1.8

(4)尿样加标回收率试验: 对本底尿碘含量分别在 37.2~446.4 μg/L 之间的 20 份不同尿样, 分别相应加标 50~300 μg/L 碘后测定, 回收率 93.0%~101.6%, ($\bar{x} \pm s$)% 为 (99.2±2.3)%, 相对标准偏差 2.3%。

(5)干扰实验: 尿中存在的 26 种有机无机化学物质(为正常尿中浓度 2~200 倍)均不干扰测定。

(6)方法应用及对照测定: 对在 5 个不同地点采集 8~10 岁学龄儿童的 163 份尿样, 分别用本法和国家推荐法(WS/T107-1999)测定, 结果比较差异无显著性意义(表 3)。

(7)验证: 经福建省卫生防疫站验证, 标准曲线 0~50 μg/L, $C = 0.08 + 422.81A$, $r = 0.999 9$; 50~100 μg/L, $\lg C = 1.409 + 2.544A$, $r = 0.999 8$ 。检出限 3 μg/L, 对碘浓度分别为 77.6、123.2、364.6 μg/L 尿样连续 6 次测定, 相对标准偏差分别为 0.96%、1.2%、0.73%。对上述两种尿碘标准物 6 批次测定结果分别为 (119.9±4.7) μg/L、(198.8±3.4) μg/L。对现场采集的 35 份尿样的本法与国家推荐法测定结果配对 t 检验, $t = 0.392 7$, $P > 0.5$ 。

参 考 文 献

- 1 张亚平, 陈惠琴. 氯酸温法和消化尿碘测定法影响因素的研究. 中华预防医学杂志, 1997, 31: 172-173.
- 2 ICCIDD/UNICEF/WHO. Methods for measuring iodine in urine. Netherlands: ICCIDD, 1993. 18-27, 43, 58-62.
- 3 张亚平, 陈吉祥, 蓝天水, 等. 尿碘在线消化——流动注射催化光度测定法. 中国地方病学杂志, 1995, 14: 243-247.
- 4 Yaping Z, Dongxing Y, Jixiang C, et al. Spectro-photometric determination of urinary iodine by flow-injection analysis with on-line catalytic digestion. Clin Chem 1996 42: 2021-2027.
- 5 张亚平, 陈惠琴, 陈吉祥, 等. 尿中微量碘的自动分析法——流动注射分析. 中国地方病防治杂志, 1996, 11: 241-243.

表 3 自动分析装置与国家推荐法尿碘测定结果的比较(μg/L)

方法	样本数	尿碘	频数分布						中位数	t 值	P 值
			0~	20~	50~	100~	200~	≥300			
自动分析装置	36	5.3~623.0	1	2	11	13	5	4	130.8	1.035	> 0.30
国家推荐法		7.1~637.9	1	2	10	13	6	4	138.5		
自动分析装置	35	14.7~1121.0	2	5	11	11	2	4	97.7	0.250	> 0.80
国家推荐法		17.0~1122.0	1	6	11	11	1	5	97.7		
自动分析装置	38	16.1~842.9	2	2	2	4	6	22	360.0	0.246	> 0.80
国家推荐法		16.3~806.5	2	2	2	4	6	22	360.0		
自动分析装置	29	17.2~1162.0	1	5	9	5	4	5	97.2	1.243	> 0.20
国家推荐法		22.1~1122.0	0	6	9	5	4	5	97.2		
自动分析装置	25	99.1~867.8	0	0	1	4	3	17	390.0	0.233	> 0.80
国家推荐法		102.5~856.1	0	0	0	5	3	17	390.0		

(收稿日期: 1999-08-18)

(本文编辑: 邵隽一)