

ICS 11.020
C 50

WS

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 412—2013

WS/T 412—2013

血清甘油三酯测定参考方法 同位素稀释气相色谱质谱法

Reference measurement method for serum triglycerides—
Isotope dilution gas chromatography mass spectrometry

中华人民共和国卫生
行业标准
血清甘油三酯测定参考方法
同位素稀释气相色谱质谱法
WS/T 412—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

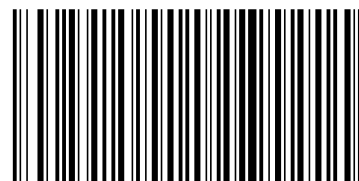
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2013年6月第一版 2013年6月第一次印刷

*

书号: 155066·2-25032 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



WS/T 412—2013

2013-06-03 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

13 特殊情况

使用本标准描述的参考测量程序测定制备物或有证标准物质的血清甘油三酯浓度,其结果不能直接用于其他常规甘油三酯测定方法的校准。应考虑制备物或有证标准物质的互通性对常规甘油三酯测定方法的影响。

14 报告

14.1 样本来源的说明

应报告样本的类型:血清、制备物(质控品或校准品)或有证标准物质。应报告样本的保存方式和保存时间。重组的样本应同时报告重组的过程。

14.2 使用测量程序的说明

应说明所使用测量程序的原理为同位素稀释气相色谱质谱法。报告所使用的校准物质的名称和认定纯度。

14.3 测量结果

应报告血清甘油三酯浓度的单位为 mol/L。应报告测量结果的不确定度。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准起草单位:卫生部临床检验中心、中国医学科学院北京协和医院、北京大学第一医院、首都医科大学附属同仁医院。

本标准主要起草人:胡翠华、张传宝、马嵘、陈文祥、申子瑜、邱玲、王学晶、刘向祎。

0.5 mL 乙腈,密封混匀,60 °C 下 1 h。反应完毕后冷却至室温,用于进行气相色谱-质谱(GC/MS)分析。

10 仪器分析

10.1 仪器条件设定

10.1.1 气相色谱条件设定

选择适当操作条件来分析甘油和甘油-内标衍生产物,推荐条件为:

- a) 进样方式:不分流进样 1 μ L;
- b) 进样口温度:250 °C;
- c) 载气流速:1.0 mL/min,省气模式持续恒流;
- d) 气质接口温度:255 °C;
- e) 毛细管色谱柱:固定相 100%二甲基聚硅氧烷,柱长 30 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μ m;
- f) 梯度升温:初始温度 110 °C,以 50 °C/min 的速度升温至 250 °C,停留 1.6 min。

10.1.2 质谱条件设定

- 10.1.2.1 使用全扫描(SCAN)方式进行定性分析,用于谱库检索,确认待测物性质。
- 10.1.2.2 使用选择离子检测(SIM)方式进行定量分析,检测待测物的特征离子峰。
- 10.1.2.3 在高分辨率状态下,调整溶剂延时和驻留时间的设置,使色谱峰分离达到理想效果。
- 10.1.2.4 仪器调谐,仪器分析开始前需选用自动调谐方式进行调谐,校正质量 69、219、502 离子峰的质荷比,进行调谐评价,通过后保存调谐文件。

10.2 SIM 检测过程

- 10.2.1 按 10.1 要求设置气相色谱-质谱联用仪条件。
- 10.2.2 分析系列:每个样本与校准品同一批测定,每个样本应重复 3 次进样测定。
- 10.2.3 原始数据的有效性检查:在样本 SIM 分析过程时,观察检测到的峰型,确保峰型正常、仪器运行可靠。要求 3 次重复进样测定所得甘油和内标的峰面积比的变异系数小于 1%。

10.3 样本测定

将分析样本按照 10.1~10.2 所述的程序进行测定,得到监测离子对的色谱图。

11 数据处理

11.1 有效数据

符合 10.2.3 要求的 3 次重复进样测定结果的均值为样本测定的有效数据。

11.2 原始资料的处理

用气质联用仪的数据分析软件对 SIM 检测的色谱图进行积分处理,提取监测离子对,在积分器中选择化学积分模式,设定好积分参数,对样本与内标的离子丰度值进行峰面积积分。

11.3 定量计算

11.3.1 采用内标法

计算样本与内标的峰面积比值,用两者的峰面积比进行定量计算。

血清甘油三酯测定参考方法 同位素稀释气相色谱质谱法

1 范围

本标准规定了血清甘油三酯测定参考方法的同位素稀释气相色谱-质谱法的技术要求,包括样本采集与处理、仪器测定、数据分析和不确定度分析等内容。

本标准适用于实验室血清甘油三酯的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

参考测量方法 *reference measurement method*

经过充分研究的测量方法,其测量值的测量不确定度适合其预期用途,用于评价测量相同量的其他测量方法的正确性和鉴定参考物质方面的用途。

3.2

互通性 *commutability*

临床检验参考物质或校准物质的互通性,指用不同测量过程测量该物质时,各测量过程测量结果之间的数字关系,与用这些测量过程测量实际临床样本时测量结果的数字关系的一致程度,亦即该物质理化性质与实际临床样本的接近程度。

4 方法原理

本标准建立的血清甘油三酯参考测量方法以同位素稀释气相色谱质谱法为测量原理。方法是以稳定同位素 3 个¹³C 标记的甘油为内标添加至血清中,氢氧化钠乙醇溶液水解血清甘油酯为游离甘油,用丙酮沉淀蛋白,使用 *N*-(特丁基二甲基硅烷基)甲基三氟乙酰胺(MTBSTFA) 衍生甘油为特丁基二甲基硅烷醚(tBDMS),气相色谱质谱在电子轰击(EI) 电离模式下选择检测甘油和内标的特征离子,用甘油和内标峰面积比计算血清甘油三酯浓度。

5 试剂

所用试剂如下:

- a) 水(H₂O):除非有特别说明,应使用 GB/T 6682 定义的一级实验用水;