

中华人民共和国卫生行业标准

WS/T 783—2021

血清中碘的测定标准 电感耦合等离子体
质谱法

Determination of iodine in serum —
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2021 - 07 - 08 发布

2022 - 01 - 01 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布

前 言

本标准起草单位：福建省厦门市疾病预防控制中心、安徽省疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心营养与健康所。

本标准主要起草人：张亚平、李卫东、黄淑英、李秀维、徐署东、王海燕、李呐、刘婷婷。

血清中碘的测定标准 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了测定血清中碘的电感耦合等离子体质谱法。

本标准适用于血清中总碘的测定。

2 原理

血清样品经抗坏血酸-氯化铵-乙醇胺-乙醇混合水溶液稀释后，引入电感耦合等离子体质谱仪，经进样系统雾化，以氩气为载气带入电感耦合等离子体炬焰中，经过蒸发、解离、原子化、电离等过程将待测碘转化为带正电荷的正离子，经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据离子质荷比进行分离，并由检测器检测碘离子计数，样品中碘的浓度与碘的离子计数成正比，以铯为内标做内标校正，由碘标准曲线计算得血清中碘的浓度。

3 仪器

3.1 电感耦合等离子体质谱仪。

3.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

3.3 旋涡混合器。

3.4 试管：聚丙烯离心试管（15 mL）或玻璃试管（15 mm×120 mm）。

3.5 定量移液器：200 μ L，1 000 μ L，5 000 μ L。

3.6 玻璃移液管：5 mL 刻度移液管和 10 mL 单标移液管。

3.7 容量瓶：100 mL、500 mL、1 000 mL。

3.8 离心机。

4 试剂

4.1 纯水，电阻率 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ，其余指标符合 GB/T 6682 一级水规定。

4.2 抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ），优级纯。

4.3 氯化铵（ NH_4Cl ），优级纯。

4.4 乙醇胺（ $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}$ ），分析纯。

4.5 无水乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ），优级纯。

- 4.6 碘酸钾 (KIO_3)，基准试剂或标准物质。
- 4.7 铼单元素标准溶液 (Re ，浓度 $1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$)，标准物质。
- 4.8 质谱调谐液，推荐使用锂 (Li)、钴 (Co)、钇 (Y)、铟 (In)、铈 (Ce)、铊 (Tl)、铀 (U) 混合调谐溶液，各元素浓度均为 $1\ \mu\text{g}/\text{L}$ 或 $10\ \mu\text{g}/\text{L}$ 。
- 4.9 氩气 (Ar)，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 溶液配制

5.1 稀释剂 (含 $2.0\ \text{g}/\text{L}$ 抗坏血酸、 $1.0\ \text{g}/\text{L}$ 氯化铵、体积分数 0.10% 乙醇胺和体积分数 1.0% 乙醇溶液)

称取 $2.0\ \text{g}$ 抗坏血酸 (4.2) 和 $1.0\ \text{g}$ 氯化铵 (4.3) 溶于约 $800\ \text{mL}$ 纯水 (4.1) 后，加入 $1.0\ \text{mL}$ 乙醇胺 (4.4)、 $10\ \text{mL}$ 无水乙醇 (4.5)，再加纯水 (4.1) 稀释至 $1\ 000\ \text{mL}$ ，摇匀。室温下避光存放，1 周内使用。

5.2 清洗液

同稀释剂 (5.1)，室温下避光存放，1 周内使用。

5.3 碘标准储备溶液 [$\rho(\text{I}) = 100\ \mu\text{g}/\text{mL}$]

准确称取 $0.1686\ \text{g}$ 经 $105\ ^\circ\text{C} \sim 110\ ^\circ\text{C}$ 烘干至恒重的碘酸钾 (4.6)，加纯水 (4.1) 溶解，并用纯水 (4.1) 定容至 $1\ 000\ \text{mL}$ ，摇匀。储于具塞严密的棕色瓶，置 $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱可保存 6 个月。或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液物质。

5.4 碘标准中间溶液 [$\rho(\text{I}) = 10\ \mu\text{g}/\text{mL}$]

吸取 $10.00\ \text{mL}$ 碘标准储备溶液 (5.3) 置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用纯水 (4.1) 定容至刻度，摇匀。储于具塞严密的棕色瓶，置 $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱可保存 1 个月。

5.5 碘标准使用系列溶液 [$\rho(\text{I}) = 0\ \mu\text{g}/\text{L} \sim 300\ \mu\text{g}/\text{L}$]

使用前吸取碘标准中间溶液 (5.4) $0\ \text{mL}$ 、 $0.50\ \text{mL}$ 、 $0.75\ \text{mL}$ 、 $1.00\ \text{mL}$ 、 $1.50\ \text{mL}$ 、 $2.00\ \text{mL}$ 、 $3.00\ \text{mL}$ 分别置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用纯水 (4.1) 定容至刻度，摇匀。此标准系列溶液的碘浓度分别为 $0\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $50\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $75\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $100\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $150\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $200\ \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $300\ \mu\text{g}/\text{L}$ 。

5.6 内标铼中间溶液 [$\rho(\text{Re}) = 10\ \mu\text{g}/\text{mL}$]

吸取 $1.00\ \text{mL}$ 铼单元素标准溶液 (4.7) 置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用纯水 (4.1) 定容至刻度，摇匀。置 $4\ ^\circ\text{C}$ 冰箱可保存 3 个月。

5.7 内标铼使用溶液 [$\rho(\text{Re}) = 4\ \mu\text{g}/\text{L}$]

吸取 0.10 mL 铯中间溶液 (5.6) 置于 250 mL 容量瓶中, 用稀释剂 (5.1) 定容至刻度, 摇匀。室温下避光存放, 1 周内使用。

6 样品采集和保存

使用一次性真空非抗凝采血管采集不少于 2 mL 血液, 室温静置 0.5 h 后, 于 3 000 r/min 离心 10 min, 分离出血清置于具塞聚乙烯塑料管中, 严密封口以防水分蒸发。在 20 °C 下可保存 1 周; 在 4 °C 下可保存 1 个月; 在 -20 °C 下可保存 3 个月; 在 -80 °C 下可保存 6 个月。

7 分析步骤

7.1 仪器操作主要参考条件

射频功率为 1 550 W; 载气流速为 1.0 L/min; 采样深度为 8 mm; 雾化器温度为 3 °C。待测液: 内标液为 1:1 在线引入内标铯使用溶液 (5.7)。两次进样期间, 由仪器进样管路引进清洗液 (5.2), 清洗时间 20 s。

7.2 待测液的制备

将低温保存血清样取出, 恢复到室温。充分摇匀血清样。分别取 0.20 mL 碘标准使用系列溶液 (5.5) 和血清样 [如果血清样的碘浓度超出标准曲线的碘浓度范围, 则用纯水 (4.1) 稀释 (记录稀释倍数) 后取样] 各置于试管 (3.4) 中, 各加入 3.80 mL 稀释剂 (5.1), 使用旋涡混合器混匀, 作为碘标准系列待测液和血清样待测液。同时用 0.20 mL 纯水 (4.1) 代替血清样, 按样品同样处理, 作为试剂空白, 配制 5 份试剂空白待用。

7.3 预进样使用液的制备

准备 3 份不同人血清样, 各充分摇匀后, 各取 0.20 mL 分别置于 3 支试管 (3.4), 各加入 3.80 mL 稀释剂 (5.1), 使用旋涡混合器混匀后, 将这 3 管稀释液合并, 作为预进样使用液。

7.4 仪器调谐与测定方法设置

开机, 当仪器真空度达到要求后, 点燃等离子体, 预热 30 min 后, 用质谱调谐液 (4.8) 校验调整仪器各项指标, 使仪器灵敏度、氧化物、双电荷分辨率等各项指标达到仪器测定工作状态要求后, 编辑测定方法, 选择测定目标元素碘 (^{127}I) 及内标元素铯 (^{137}Cs)。在仪器工作站中, 设置对碘标准待测液的测定信号自动做内标校正和扣除标准空白 (标准使用系列溶液 0 $\mu\text{g/L}$ 对应的待测液管), 对血清样待测液的测定信号自动做内标校正和扣除试剂空白。

7.5 仪器测定血清碘前的操作顺序

在测定标准曲线之前，使用清洗液（5.2）、预进样使用液（7.3）、内标铯使用溶液（5.7）将仪器运行至测定血清碘的适宜状态，操作顺序参见附录 A 表 A.1 中的 1~3。

7.6 标准曲线的测定

依次将试剂空白（7.2）、碘标准系列待测液（7.2）引入仪器测定，操作顺序参见附录 A 表 A.1 中的 4~5。以对应测得碘计数的校正值（经内标校正和扣除标准空白）为纵坐标，或以对应测得的碘计数值对内标铯计数值的比值（扣除标准空白的对应比值）为纵坐标，以 0 μg/L~300 μg/L 碘标准使用系列溶液（5.5）的碘浓度（μg/L）为横坐标，利用仪器自带软件绘制标准曲线及计算标准曲线回归方程。

7.7 样品及试剂空白的测定

以标准曲线测定的相同仪器条件测定试剂空白（7.2）及血清样待测液（7.2），操作顺序参见附录 A 表 A.1 中的 6~7。以测得样品待测液碘计数的校正值（经内标校正和扣除试剂空白），利用仪器自带软件以对应的标准曲线回归方程计算血清样的碘浓度（μg/L）；或以测得样品待测液的碘计数值对内标铯计数值的比值（扣除试剂空白的对应比值），利用仪器自带软件以对应的标准曲线回归方程计算血清样的碘浓度（μg/L）。

8 计算

按式（1）计算血清中碘的质量浓度：

$$\rho(I) = \rho_0 \times K \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho(I)$ —— 血清中碘（I）的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

ρ_0 —— 由标准曲线回归方程计算得到的血清样中碘的质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；

K —— 血清样以纯水稀释的稀释倍数。

9 方法特性

9.1 检出限和测定范围

本法对血清碘的检出限为 1.3 μg/L（取血清样量为 0.20 mL），可直接取样加稀释剂测定碘浓度范围 0 μg/L~300 μg/L 的血清样。

9.2 精密度和准确度

本法精密度和准确度结果参见附录 B。

10 质量保证和质量控制

10.1 血清样品在现场采集、运输、分离血清及其保存过程中应避免与加碘物品接触，应避免碘污染。

10.2 实验环境、器皿及试剂应避免碘污染。实验过程应避免外界环境引入碘污染。

10.3 每批次样品测定应配制和测定标准系列，标准曲线回归方程的线性相关系数应 ≥ 0.999 。

10.4 仪器进样时的每个样品提升时间应使其待测液在进样管路内到达雾化器后至少平衡 15 s，才开始扫描记录；测定计数扫描时间应满足可得到稳定的计数值的需要。

10.5 每测定 20 个样品后应重复测定 100 $\mu\text{g/L}$ 碘标准使用溶液的待测液，结果相对误差的绝对值应 $\leq 10\%$ 。

10.6 宜采用测定平行样、加标回收样及水溶性生物样品碘标准物质作为质量控制手段。平行样测定的相对偏差应 $\leq 10\%$ ；加标回收率应在 90%~110%范围；质控标准物质测定值应在给定值范围。

附录 A

(资料性)

仪器测定血清碘的参考操作顺序

在完成分析步骤 7.4 之后,为降低血清样品对仪器采样锥锥口可能产生的影响,提供测定血清碘的参考操作顺序见表 A.1。

表 A.1 仪器测定血清碘的参考操作顺序

操作顺序	吸样液线管的吸液位置	吸内标液线管的吸液位置	操作
1	清洗液 (5.2)	清洗液 (5.2)	运行 10 min~15 min
2	预进样使用液 (7.3)	内标液使用溶液 (5.7)	运行约 10 min
3	清洗液 (5.2)	内标液使用溶液 (5.7)	运行 3 min~5 min
4	试剂空白 (7.2)	内标液使用溶液 (5.7)	运行 3 个进样测定循环
5	标准系列待测液 (7.2)	内标液使用溶液 (5.7)	运行标准曲线测定
6	试剂空白 (7.2)	内标液使用溶液 (5.7)	运行 2 个进样测定循环
7	血清样待测液 (7.2)	内标液使用溶液 (5.7)	运行血清样及质控样测定

附 录 B
(资料性)
方法的精密度和准确度

B.1 精密度

五家实验室共对含碘 40.0 μg/L~277.9 μg/L 的 26 个血清样各做 6 次重复测定，一家实验室对含碘 59.7 μg/L~232.5 μg/L 的 8 个血清样各做 3 次重复测定，相对标准偏差为 0.3%~2.4%。

B.2 样品加标回收率

六家实验室共对含碘 43.6 μg/L~232.5 μg/L 的 36 个血清样各做 3 次重复测定加标回收率，加入的碘浓度为 50 μg/L~100 μg/L，加标回收率为 92.6%~108.5%。

B.3 基体成分干扰实验结果

在本法条件下，以下浓度的基体物质不干扰测定：11 g/L NaCl，1.5 g/L HPO₄²⁻，1.1 g/L NO₃⁻，560 mg/L NH₄⁺，300 mg/L K⁺，200 mg/L Ca²⁺，400 mg/L Mg²⁺，2 mg/L F⁻，2 mg/L Fe²⁺，2 mg/L Zn²⁺，2 mg/L Cu²⁺，0.05 mg/L Hg²⁺，10 g/L 葡萄糖，3 g/L 尿素，2 g/L 甘氨酸，100 mg/L 抗坏血酸，100 g/L 蛋白。

B.4 与血清中碘的测定的另一标准方法对比测定结果

六家实验室各进行了本法 (X) 与 WS/T 572-2017 方法 (Y) 测定相同血清样品碘含量的结果对比实验，汇总统计结果见表 B.1。

表 B.1 两种方法测定血清样碘含量结果的比较

实验室	血清份数	测定结果范围/ (μg/L)		两法结果相关回归方程 $Y = bX + a$	回归相关系数	<i>t</i> 值, <i>P</i> 值
		本法	WS/T 572-2017方法			
1	35	41.7 ~ 264.6	43.1 ~ 261.9	$Y = 0.998X - 0.36$	0.999 4	1.304, > 0.05
2	16	49.7 ~ 254.8	49.6 ~ 260.1	$Y = 1.026X - 3.57$	0.999 4	1.076, > 0.05
3	20	50.4 ~ 247.5	48.4 ~ 249.0	$Y = 1.034X - 4.65$	0.998 7	1.746, > 0.05
4	15	42.9 ~ 260.3	43.1 ~ 260.5	$Y = 1.008X - 1.30$	0.999 3	1.139, > 0.05
5	13	44.7 ~ 259.3	43.5 ~ 252.4	$Y = 0.995X - 0.58$	0.999 5	1.640, > 0.05
6	17	51.8 ~ 227.1	52.6 ~ 229.6	$Y = 1.017X - 0.67$	0.999 7	1.804, > 0.05

注：血清样在实验室间是不同的。

参 考 文 献

- [1] WS/T 572—2017 血清中碘的测定 砷铈催化分光光度法
-