

台式气相色谱-质谱联用仪校准规范的制订

邵明武, 陈大舟, 徐锐锋

(中国计量科学研究院化学计量与分析科学研究所, 北京 100013)

Drafting Calibration Specifications for Bench Top Gas Chromatography-Mass Spectrometer

SHAO Ming-wu, CHEN Da-zhou, XU Rui-feng

(Division of Chemical Metrology and Analytical Science, National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

Abstract: This paper discussed the necessity, significance and technical bases of drafting calibration specifications for bench top gas chromatography-mass spectrometer in China. It simply explained that some specifications are not listed in calibration specifications. In the meantime, it gave suggestions on the correct application of calibration specifications in practical measurement.

Key words: bench top GC/MS; calibration specifications

中图分类号: O657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997(2006)增刊-192-02

1 引言

近年来,气相色谱-质谱联用仪在环境监测、食品安全和国际贸易等领域的应用越来越广,不再局限于定性研究和结构解析,在定量测试方面的应用逐渐增多,而且许多发达国家已将质谱仪定为解决国际贸易争端的权威工具之一,如恶英的检测、瘦肉精的确认、氯霉素的测定等,有关质谱仪的标准操作程序(SOP)和规范相继出台,日本规定使用质谱仪分析食品中有毒有害物质时,使用前和使用中必须对质谱仪性能进行测试,出具报告时须附上仪器性能测试数据以证明本次使用仪器是有效的;美国虽然没有气相色谱-质谱联用仪国家校准规范,但许多分析方法都包括

仪器的校准操作程序。总的说来,发达国家都非常重视质谱仪操作程序的编写和使用。

目前,我国还没有 GC/MS 国家校准规范或检定规程,以此为测量工具的分析方法也不包括仪器的 SOP。有些部委、地方或行业根据本部门实验室认证需要制订了相应的规程或 SOP,但是这些规程或 SOP 普遍存在以下二个主要问题:一是可操作性不强,一般是针对某一种色谱联用仪、或有机质谱仪特性编写,不具有通用性;二是技术指标落后,这些规程/规范大多是根据二十世纪九十年代仪器性能编写,而近几年 GC/MS 技术发展非常快,新仪器不断推出,灵敏度和重复性等技术指标得到很大提高,显然用

以前的技术规范无法反映当前仪器的实际状况。因此,为了规范我国色质联用仪在实际工作中的使用,有必要编写适合我国国情的气相色谱-质谱联用仪校准规范。

2 制订依据

本校准规范根据《国家计量校准规范编写规则》(JJG 1071-2000)的要求制订,在制订过程中,对国内外相关的技术资料进行了充分的调研,主要参考了国际法制计量组织(OIML)颁布的国际建议—《分析水中有机污染物的气相色谱/质谱仪/数据系统》,美国质谱协会编写的质谱操作导则和 EPA 等公布的分析方法中关于质

谱的校准操作程序部分,以及国家标准《质谱分析方法通则》,教育部和山东省等发布的规程或规范,同时参考了安捷伦、菲尼根和岛津等主要仪器厂家近几年来产品说明书和仪器验收报告。在此基础上编写出初稿,并广泛征求从事质谱仪检定和校准、质谱技术和应用研究及厂家负责质谱仪安装调试等方面专家的意见和建议,通过综合分析,采纳了许多合理的意见和建议,修改出报批稿,力求做到科学严谨、操作性强。

3 主要技术指标

主要技术指标见表 1。

表 1 台式 GC/MS 主要技术指标
Table 1 Calibration specifications for bench top GC/MS

技术指标		要求
质量准确性**		$\pm 0.3\text{ amu}$
分辨率(R)**		$W_{1/2} < 1\text{amu}$
信噪比**	EI	100 pg 八氟萘, m/z 272 处 $S/N \geq 10:1$ (峰峰值)
	正 CI	10.0 ng 苯甲酮, m/z 183 处 $S/N \geq 10:1$ (峰峰值)
	负 CI	100 pg 八氟萘, m/z 272 处 $S/N \geq 100:1$ (峰峰值)
测量重复性*		$RSD \leq 10\%$

注:1. 标* 的为必须校准的项目;2. 用于定性测试时,标* 的可不做,用于定量测试时,标* 的必须做,但可使用客户自己的工作标准溶液,指标也可根据用户使用要求而定。

4 讨论

1) 规范没有将真空系统、供电系统、数据处理系统和质量轴稳定性等性能作为仪器的主要技术指标加以考察,主要基于以下考虑,一是仪器自身特点,例如近几年新推出的仪器真空不满足,仪器根本就不工作;二是增强规范的可操作性,例如,对于质量轴稳定性指标,如果测量几个小时内的漂移,意义不大,如果测量较长时间内的漂移,操作上是不易实现的。

2) 本规范规定了评价一台仪器的基本指标,仅是对仪器性能的基本要求,并不是不满足本规范指标要求的仪器就不合格或不能使用,相反,也不是说仪器就非常好,可以应用于所有有机化合物的测量。

3) 实际分析测量中,可以参照本规范,结合

具体分析方法要求对仪器性能指标进行校准测试,检测仪器是否满足使用要求,例如,检测虾中氯霉素,就是使用氯霉素标准溶液测试仪器的灵敏度和重复性。

参考文献:

[1] JJF 1001-1998 通用计量术语及定义.
[2] JJF 1059-1999 测量不确定度评定与表示.
[3] JJF 1071-2000 国家计量校准规范编写规则.
[4] GB/T 6041-2002 质谱分析方法通则.
[5] JJG (教委) 003-1996 有机质谱仪检定规程.
[6] OIML/TC16/SC2/R83 Gas chromatograph/mass spectrometer system for analysis of organic pollutants in water.