



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF2115—2024

液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用 仪校准规范

Calibration Specification for Liquid Chromatography-Inductively
Coupled Plasma Mass Spectrometers

2024-06-14发布

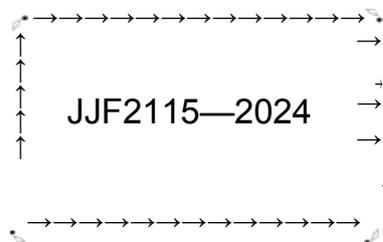
2024-12-14实施

国家市场监督管理总局 发布

液相色谱-电感耦合等离子

体质谱联用仪校准规范

Calibration Specification for Liquid
Chromatography-Inductively Coupled



Plasma Mass Spectrometers

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

起草单位：中国计量科学研究院

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范起草人：

巢静波（中国计量科学研究院）

韦 超（中国计量科学研究院）

马 康（中国计量科学研究院）

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和计量单位	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(2)
6 校准条件	(3)
6.1 环境条件	(3)
6.2 测量标准及其他设备	(3)
7 校准项目和校准方法	(3)
7.1 泵流量设定值误差及泵流量稳定性	(3)
7.2 质量准确性	(4)
7.3 氧化物离子产率	(4)
7.4 双电荷离子产率	(4)
7.5 最小检测浓度	(4)
7.6 测量线性	(5)
7.7 定性重复性和定量重复性	(5)
8 校准结果表达	(5)
9 复校时间间隔	(6)
附录 A LC-ICP-MS校准原始记录参考格式	(7)
附录 B 校准证书内页格式 (供参考)	(10)
附录 C 流动相的配制与密度测量	(12)
附录 D 砷形态混合标准溶液的配制示例	(13)
附录 E 砷形态混合标准溶液谱图	(14)
附录 F 最小检测浓度测量不确定度评定示例	(15)

引 言

本规范依据 JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》和 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》的相关规定编写。

本规范主要参考 JJG 705—2014《液相色谱仪》、JJF 1159—2006《四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范》、GB/T 32267—2015《分析仪器性能测定术语》和 GB/T 34826—2017《四极杆电感耦合等离子体质谱仪性能的测定方法》的相关技术内容。

本规范为首次发布。

液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用 仪校准规范

1 范围

本规范适用于液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJG 705—2014 液相色谱仪

JJF 1159—2006 四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范

GB/T 32267—2015 分析仪器性能测定术语

GB/T 34826—2017 四极杆电感耦合等离子体质谱仪性能的测定方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

GB/T 32267—2015和 GB/T 34826—2017界定的及下列术语和定义适用于本规范。

3.1 原子质量单位 atomic mass unit

核素¹²C 的一个中性原子处于基态时静止质量的 1/12，记为 u 。

[来源：GB/T 32267—2015, 4.1]

3.2 质量准确性 mass accuracy

质谱仪对离子质量的测量值与理论值之间的偏差。

[来源：GB/T 32267—2015, 4.5]

3.3 氧化物离子产率 oxide ion yield

某元素的原子在等离子体中电离时产生的氧化物离子 (MO^+) 与该元素的单电荷离子 (M^+) 的比，以 MO^+/M^+ 表示。

[来源：GB/T 34826—2017, 3.3]

3.4 双电荷离子产率 doubly charged ion yield

某元素的原子在等离子体中电离时产生的双电荷离子 (M^{2+}) 与该元素的单电荷离子 (M^+) 的比，以 M^{2+}/M^+ 表示。

[来源：GB/T 34826—2017, 3.2]

3.5 质荷比 mass charge ratio

离子的质量 (m) 与它所带电荷数 (\approx) 的比值, 记为 m/\approx 。

[来源: GB/T 32267—2015, 4.6]

4 概述

液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪 (LC-ICP-MS, 以下简称联用仪) 是由液

相色谱仪与电感耦合等离子体质谱仪串联组成的联用分析仪器。联用仪液相色谱部分主要包括输液系统、进样系统和分离系统；质谱部分主要包括离子源、质量分析器、检测器、真空系统和数据采集处理系统等。

联用仪的基本工作原理：样品通过液相色谱输液泵以一定流速注入色谱柱，经色谱柱分离后各组分依次进入电感耦合等离子体质谱仪，并在高温等离子体中被电离，产生的离子经离子光学透镜聚焦后进入质量分析器，在时间分辨模式下形成相应质荷比 (m/z) 待测离子的色谱图。通过对色谱图的分析处理，获得定性、定量结果。

联用仪结构图见图 1。

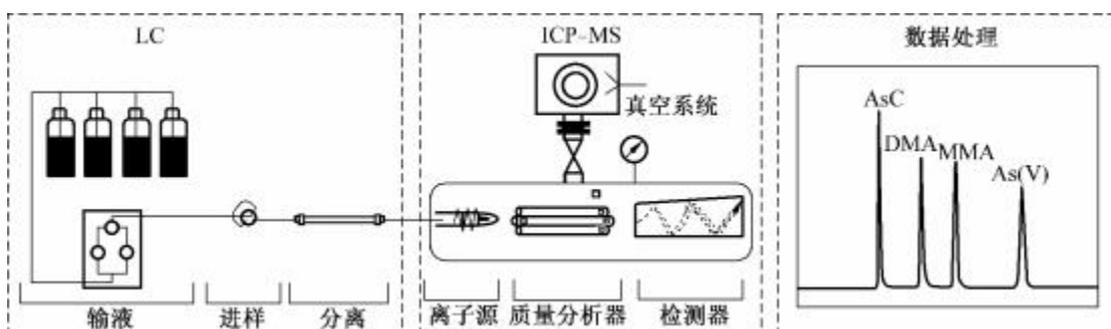


图 1 联用仪结构图

5 计量特性

联用仪的计量特性见表 1。

表 1 联用仪计量特性

计量特性	技术指标	
泵流量设定值最大允许误差	0.5 mL/min	± 3%
	1.0 mL/min	± 3%
	1.5 mL/min	± 2%
泵流量稳定性	0.5 mL/min	≤ 3%
	1.0 mL/min	≤ 2%
	1.5 mL/min	≤ 2%
质量准确性	不超过 ±0.05 u	
氧化物离子产率	≤ 3%	

JJF2115—2024

双电荷离子产率	$\leq 3\%$
最小检测浓度(以砷计)	$\leq 0.5 \text{ ng/g}$
测量线性	≥ 0.998
定性重复性	$\leq 1\%$
定量重复性	$\leq 3\%$
注：以上技术指标仅供参考，不作为合格性判定依据。	

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度为 15℃~30℃,相对湿度为 10%~80%。室内清洁,无易燃、易爆和腐蚀性气体,排风良好。

6.1.2 联用仪周围无强烈的机械振动和电磁干扰,仪器接地良好。

6.2 测量标准及其他设备

6.2.1 秒表:分度值不大于 0.1 s,最大允许误差为 ± 0.10 s/h。

6.2.2 电子天平:最大称量不小于 100 g,实际分度值不大于 0.1 mg,最大允许误差为 ± 1 mg。

6.2.3 数字温度计:测量范围为 0℃~100℃,最大允许误差为 ± 0.3 ℃。

6.2.4 单标线吸量管、容量瓶等玻璃量器:A级。

6.2.5 微量进样器:50 μ L。

以上设备均需经过计量技术机构有效溯源。

6.2.6 有证标准物质

使用经国家计量行政部门批准的有证标准物质。

6.2.6.1 砷胆碱(AsC)、二甲基砷(DMA)、一甲基砷(MMA)和砷酸根[As(V)]有证标准物质:相对扩展不确定度不大于 6%($k=2$)。

6.2.6.2 电感耦合等离子体质谱仪校准用铍-铟混合溶液标准物质:相对扩展不确定度

不大于 6%($k=2$)。

6.2.6.3 铈单元素溶液标准物质:相对扩展不确定度不大于 1%($k=2$)。

7 校准项目和校准方法

7.1 泵流量设定值误差及泵流量稳定性

将液相色谱各部分连接好,以水或 20 mmol/L磷酸氢二铵为流动相,分别设置液相色谱流量为 0.5 mL/min、1.0 mL/min和 1.5 mL/min,压力稳定后,在流动相出口处用洁净称重过的容量瓶收集流动相,同时用秒表计时,分别收集 10min、5 min和 5min流出的流动相,在分析天平上称重,重复测定 3次。按式(1)计算流量实测值,按式(2)、式(3)计算泵流量设定值误差 S_s 及泵流量稳定性 S_R 。流动相的配制及其密度测定参照附录 C。

$$F_m = \frac{W_2 - W_1}{\rho \cdot t} \quad (1)$$

$$S_s = \frac{\overline{F_m} - F_s}{F_s} \times 100\% \quad (2)$$

$$S_R = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{\overline{F_m}} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

F_m — 流量实测值，mL/min；

W_2 — 容量瓶与流动相的质量，g；

- W_1 — 容量瓶的质量, g;
- ρ — 实验温度下流动相的密度, g/cm³;
- t — 收集流动相的时间, min;
- F_m — 同一组测量的算术平均值, mL/min;
- F_s — 流量设定值, mL/min;
- F_{\max} — 同一组测量中流量最大值, mL/min;
- F_{\min} — 同一组测量中流量最小值, mL/min。

7.2 质量准确性

电感耦合等离子体质谱仪稳定后, 根据仪器灵敏度, 选择浓度为 10 μg/L 或 1 μg/L 的铍钼铋标准溶液直接进样, 执行自动调谐命令或以手动方式在低、中、高质量段进行质量轴扫描, 获得 m/z 分别为 9、115 和 209 的扫描谱图。以谱图中最高点对应的 3 次扫描获得质量平均值作为实测值, 按式 (4) 计算实测值与理论值之差 ΔM 。

$$\Delta M = \bar{M}_i - M_{it} \quad (4)$$

式中:

\bar{M}_i — 第 i 个离子 3 次测量平均值, u;

M_{it} — 第 i 个离子理论值, u;

注: 此处铍的质量理论值为 9.012u, 钼的质量理论值为 114.904u, 铋的质量理论值为 208.980u。

7.3 氧化物离子产率

根据仪器灵敏度, 选择浓度为 10 μg/L 或 1 μg/L 的铈单元素溶液直接进样, 测定 m/z 分别为 156 和 140 处的离子计数, 记录 20 组数据, 计算每次测量的氧化物比 $^{156}\text{CeO}^+ / ^{140}\text{Ce}^+$, 取平均值即为氧化物离子产率。

7.4 双电荷离子产率

根据仪器灵敏度, 选择浓度为 10 μg/L 或 1 μg/L 的铈单元素溶液直接进样, 测定 m/z 分别为 70 和 140 处的离子计数, 记录 20 组数据, 计算每次测量的双电荷比 $^{70}\text{Ce}^{2+} / ^{140}\text{Ce}^+$, 取平均值即为双电荷离子产率。

7.5 最小检测浓度

在联机状态下, 按联用仪设置的参数运行。待基线平稳后, 注入 10 μL ~ 20 μL 浓度均为 5 ng/g (以砷计) 的砷胆碱、二甲基砷、一甲基砷和砷酸根混合标准溶液 (混合标准溶液的配制参照附录 D), 连续进样 3 次。选择砷酸根色谱峰后 0.5 min ~ 1 min 范围内的基线峰-峰值作为基线噪声, 再分别读取色谱图中各砷形态的峰高, 计算各砷形态峰高和基线噪声峰高 3 次测定结果的平均值。按式 (5) 计算各砷形态的最小检测浓度 (按 20 μL 进样量计算)。

$$C_L = \frac{2H_N C_S V}{20(\mu\text{L}) H_S} \quad (5)$$

式中：

C_L — 最小检测浓度，ng/g；

H_N — 基线噪声平均值；

C_S — 标准溶液中各砷形态的浓度，ng/g；

V — 进样体积, μL ;

H_s — 各砷形态峰高平均值。

注：式中分母的“20”表示标准的进样体积，其单位为微升（ μL ）。

7.6 测量线性

以砷胆碱、二甲基砷、一甲基砷、砷酸根溶液标准物质配制浓度（以砷计）分别为 5 ng/g、20ng/g、50ng/g、100ng/g和 200ng/g的系列砷形态混合标准溶液（混合标准溶液的配制参照附录 D），在 7.5 相同的测定条件下，对每一浓度点分别进行 3 次重复测定。取各测量峰面积的算术平均值，按线性回归法分别求出各形态砷工作曲线的相关系数 γ 。

7.7 定性重复性和定量重复性

在 7.5 相同的测定条件下，对 50ng/g（以砷计）混合溶液连续 6 次重复测量，按式（6）、式（7）分别对砷胆碱、二甲基砷、一甲基砷和砷酸根的保留时间及峰面积计算测量重复性（ S_r ），即为定性重复性和定量重复性。

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (6)$$

$$S_r = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}}{\bar{X}} \times 100\% \quad (7)$$

式中：

X_i — 第 i 次测量的保留时间或峰面积；

\bar{X} — 测量保留时间或峰面积的算术平均值；

n — 测量次数， $n = 6$ 。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反映。校准证书应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点；
- d) 校准证书编号、页码及总页数的标识；
- e) 客户名称和地址；
- f) 被校仪器的制造单位、名称、型号及编号；
- g) 校准单位校准专用章；

- h) 校准日期；
- i) 校准所依据的技术规范名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准时的环境温度、相对湿度；
- l) 校准结果及其测量不确定度；

- m) 对校准规范偏离的说明（若有）；
- n) 复校时间间隔的建议；
- o) “校准证书”的校准人、核验人、批准人签名及签发日期；
- p) 校准结果仅对被校仪器本次测量有效的声明；
- q) 未经实验室书面批准，部分复制证书无效的声明。

9 复校时间间隔

仪器复校时间间隔建议不超过 12个月。由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：

<https://d.book118.com/277140021016010003>