ICS 71.040.10

N 53

|  |
| --- |
|  |

CIMA

中国仪器仪表行业协会团体标准

T/CIMA0009—XXXX

|  |
| --- |
|       |

质子转移反应质谱仪

Proton Transfer Reaction Mass Spectrometers

|  |
| --- |
| （征求意见稿） |
|  |

2019–XX-XX发布

2019-XX-XX实施

中国仪器仪表行业协会   发布

**前 言**

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由北京市计量检测科学研究院提出。

本标准由中国仪器仪表行业协会归口。

本标准起草单位：北京市计量检测科学研究院、北京雪迪龙科技股份有限公司、天津大学、北京凯尔科技发展有限公司、北京东西分析仪器有限公司。

本标准主要起草人：XX,XX,XX,XX。

本标准系首次发布。

**质子转移反应质谱仪**

# 1 范围

本标准适用于质子转移反应飞行时间质谱仪（Proton Transfer Reaction-Time of Flight Mass Spectrometer，以下简称PTR-TOFMS）以及质子转移反应四极杆质谱仪（Proton Transfer Reaction-Quadrupole Mass Spectrometer，以下简称PTR-QMS）。

本标准规定了质子转移反应质谱仪的术语、分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

# 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，仅所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 33864-2017质谱仪通用规范

GB/T 6041-2002 质谱分析方法通则

GB/T 12519-2010分析仪器通用技术条件

 GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求

 GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

 GB/T 13384-2008 机电产品包装通用技术条件

 GB/T 13966-2013 分析仪器术语

GB/T 18268.1-2010 测量、控制和实验室用电磁兼容性要求 第1部分：通用要求

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 9969-2008 工业产品使用说明 总则

# 3 术语

下列术语适用于本标准。

## 3.1 质子转移反应质谱仪（PTR-MS）

质子转移反应质谱仪是一种基于化学电离（CI）技术的质谱仪。反应试剂（R）经过离子化产生结合了质子的试剂离子（RH+）；当待测物分子（X）的质子亲和能大于反应试剂分子（R）的质子亲和能时，试剂离子（RH+）与待测物分子（X）反应，将质子转移给待测物分子生成离子（XH+）。反应试剂通常使用H2O，也可以使用NH3、N2H4等。反应式为：

 $R → RH^{+}$

$$RH^{+}+X → XH^{+}+R$$

## 3.2 质量分辨率（Resolution，R）

质谱仪分辨两个相邻质谱峰的能力。本标准使用单峰法计算，以给定质量M对其峰宽 ΔM的比值（M/ΔM）表示。

## 3.3 E/N值（E/N）

 质子转移反应室电场强度与单位体积的分子数的比值，单位为Td。

# 4 分类

质子转移反应质谱仪可按质量分析器分为：

 a）飞行时间质谱仪（PTR-TOFMS）；

 b）四极杆质谱仪（PTR-QMS）。

# 5 要求

## 5.1 正常工作条件

质谱仪在下列条件下应能正常工作：

a）环境温度：15 ℃～25 ℃；

b）相对湿度：20%～85%；

c）交流供电电源：电压220 V±22 V，频率50 Hz±1 Hz；

d）室内应清洁无尘，排风良好，质谱仪应平稳地放在工作台上， 周围无强烈机械震动和电磁干扰源；

e）质谱仪接地良好。

## 5.2 外观

5.2.1质谱仪外表平整、清洁、字迹清晰，表面涂层、镀层无明显划伤、露底、裂纹、起泡等现象。

5.2.2质谱仪的旋钮、按键、开关等工作正常；所有紧固件不得松动；指示、显示清晰完整；零件表面不得锈蚀。

5.2.3 所有铭牌及标志应耐久和清晰，内容符合相关法规、标准的要求。

## 5.3功能

5.3.1 试剂离子RH+的产生及识别

当质谱仪使用反应试剂R时，能够产生试剂离子RH+，并能够在质谱图上观察到RH+的峰。

5.3.2 质子转移能力

使用苯作为样品测试质谱仪，进样后应能够在质谱图上观察到C6H7+的峰。

5.3.3 H3O+浓度的调节功能

当质谱仪使用H2O作为反应试剂时，质子转移反应室内的H3O+的浓度应能够通过调节水蒸气的流量或者其他方法调节。

5.3.4 质子转移反应室控温功能

质谱仪应具有控制质子转移反应室温度的能力。

5.3.5 质子转移反应室E/N值调节功能

质子转移反应室E/N值能够够通过改变反应室电场强度、反应室压力或反应室温度等方法进行调节。

## 5.4性能

5.4.1 质量范围

质量范围应不低于260 u。

* + 1. 质量分辨率

a）PTR-TOFMS的质量分辨率应不小于1000（以苯计）。

b）PTR-QMS的质量分辨率应不小于80（以苯计）。

5.4.3 质量准确性

a）PTR-TOFMS的质量准确性应符合±0.03 u的要求。

b）PTR-QMS的质量准确性应符合±0.2 u的要求。

5.4.4 质量稳定性

a）PTR-TOFMS的质量稳定性应符合±0.1 u /8h的要求。

b）PTR-QMS的质量准确性应符合±0.2 u /8h的要求。

5.4.5 线性范围

在线性相关系数r不小于0.98时，线性范围应达到103（以苯计）。

5.4.6 检测限

检测限应不大于1 nmol/mol（以苯计）。

5.4.7 重复性

重复性应不大于10%（以苯计）。

## 5.5安全

5.5.1接触电流

a）在正常工作条件下，质谱仪的接触电流应不大于0.5 mA（有效值）或0.7 mA（峰-峰值）。

b）在单一故障条件下，质谱仪的接触电流应不大于3.5 mA（有效值）或5 mA（峰-峰值）。

5.5.2介电强度

质谱仪的电源相、中连线与机壳间承受1500 V、50 Hz交流电压，历时1 min应无击穿和飞弧现象。

5.5.3保护接地

质谱仪的保护接地电阻应不大于0.1 Ω。

5.5.4仪器的安全保护标识

质谱仪的高温加热区应有“小心，烫伤”标识；质谱仪的高电压位置应有“小心，电击危险”标识。

## 5.6 环境适应性

5.6.1 温度适应性

按照本规范5.1中规定的温度上限和温度下限分别对质谱仪进行温度试验，质量准确性和重复性应满足5.4.3和5.4.7的要求。

5.6.2 电源电压适应性

在电源电压变化条件下，质谱仪的质量准确性和重复性应满足5.4.3和5.4.7的要求。

## 5.7 运输、运输贮存

质谱仪在包装状态下，按GB/T 11606-2007中第15章、第16章、第17章的方法进行。质量准确性和重复性应满足5.4.3和5.4.7的要求。

# 6 试验方法

## 6.1 试验条件

* + 1. 环境条件

6.1.1.1本试验均应在5.1规定的条件下进行；

6.1.1.2试验时温度波动不大于2℃，相对湿度波动不大于5%；

* + 1. 试剂和设备

6.1.2.1实验用计量器具应经计量检定合格或计量检定单位校准；

a）接触/泄漏电流测试仪；

b）数字万用表；

c）耐电压测试仪；

d）接地电阻测试仪；

e）配气仪。

6.1.2.2试验用标准物质，采用国家二级或以上的标准物质或达到同等标准的物质。

a）六氯-1,3-丁二烯标准气体；

b）苯标准气体；

c）纯度≥99.9999%且不含VOCs成分的高纯氮气。

## 6.2 外观

目视和手动检查。

## 6.3 功能

 按照5.3的规定进行。

## 6.4性能

6.4.1 质量范围

按质谱仪操作说明运行仪器，待稳定后，使用浓度不小于1 μmol/mol的六氯-1,3-丁二烯标准气体对质谱仪进行测试，获得并记录质谱图。对于PTR-QMS，在质谱图中可观察到质荷比为260.8 u±0.2 u的峰；对于PTR-TOFMS，在质谱图中可观察到质荷比为260.82 u±0.03 u的峰。

6.4.2 质量分辨率

按质谱仪操作说明运行仪器，待稳定后，使用浓度为不小于1 μmol/mol的苯标准气体进样测试，获得并记录质谱图。对于对于PTR-QMS，测量质荷比为79.1 u±0.2 u的质谱峰50%峰高处的峰宽W1/2；对于PTR-TOFMS，测量质荷比为79.06 u±0.03 u的质谱峰50%峰高处的峰宽W1/2。按公式（1）计算质量分辨率R。

 $R=\frac{M}{W\_{1/2}}$ …………………………………（1）

式中：

R —— 质谱仪的质量分辨率，单峰法计算，无量纲；

M—— 质谱峰对应的质荷比；

W1/2—— 质谱峰50%峰高处的峰宽。

6.4.3 质量准确性

按质谱仪操作说明运行仪器，待稳定后，使用浓度为1 μmol/mol的苯标准气体进样测试，获得并记录质谱图。同样操作重复测试3次。

记录质荷比为79.055 u的质谱峰峰位的实际测量值，PTR-TOFMS保留正负符号及小数点后3位，PTR-QMS保留正负符号及小数点后2位。计算三次测量平均值，按公式（2）计算质谱仪的质量准确性DA。

 $D\_{A}=\overline{M}-79.055$ ……………………………（2）

式中：

$D\_{A}$ —— 质量准确性，单位为原子质量单位（u）；

$\overline{M}$ —— 三次测量的峰位平均值，单位为原子质量单位（u）。

6.4.4 质量稳定性

按质谱仪操作说明运行仪器，待稳定后，使用浓度为1 μmol/mol的苯标准气体进样测试，获得并记录质谱图。每小时至少测量一次，进行多次测试，测试时间间隔均匀分布，测试过程中不允许进行调谐或质量校准。

选取质荷比为79.055 u的质谱峰，每次按公式（3）分别计算偏差，取多次测试中计算结果绝对值最大的数值作为质谱仪的质量稳定性，保留正负符号及小数点后2位，并参照表2格式标注测试时间。

 $D\_{si}=M\_{i}-79.055$ …………………………………（3）

式中：

$D\_{si}$ —— 第i次测量的质量偏差，单位为原子质量单位（u）；

$M\_{i}$ —— 第i次测量的实测质荷比，单位为原子质量单位（u）。

6.4.5 线性范围

使用苯标准气体，在测量范围内均匀取至少五个浓度点分别进样，测量并记录C6H7+质谱峰的峰高或者峰面积，计算线性相关系数r。r不小于0.98时，最大浓度与最小浓度的比值即为线性范围。

6.4.6 检测限

使用苯标准气体，取1 nmol/mol、2 nmol/mol、 5 nmol/mol 、10 nmol/mol 、20 nmol/mol 共5个浓度点分别进样，测量并记录C6H7+质谱峰的峰高或者峰面积，并以此计算拟合标准曲线的斜率。在同样质谱条件下，使用纯度不低于99.9999%且不含VOCs成分的高纯氮气连续进样11次，测量并记录C6H7+质谱峰的峰高或者峰面积作为空白，并以此计算空白标准偏差。按公式（4）计算检测限。

 $D\_{L}=\frac{3S\_{B}}{C}$ ……………………………（4）

式中：

$D\_{L}$ —— 检测限；

$ S\_{B}$ —— 连续11次测量的空白标准偏差；

***C***  —— 拟合标准曲线的斜率。

6.4.7 重复性

使用浓度为1 μmol/mol的苯标准气体进行测试，单次进样方式，连续重复进样7次，记录C6H7+质谱峰的峰高或者峰面积，按公式（5）计算相对标准偏差RSD，有效数值保留到小数点后1位作为重复性。

$RSD=\frac{1}{\overline{H}}\sqrt{\frac{\sum\_{i=1}^{7}\left(H\_{i}-\overline{H}\right)^{2}}{6}}×100\%$ …………………………………（5）

式中：

$H\_{i}$ —— 第i次峰高或峰面积；

$\overline{H}$ —— 连续7次峰高或峰面积的平均值；

*RSD* —— 相对标准偏差。

## 6.5 安全

6.5.1　接触电流

应按GB/T34065-2017中6.2.2规定方法进行。

6.5.2　介电强度

应按GB/T34065-2017中6.3.2规定方法进行。

6.5.3　保护接地

应按GB/T34065-2017中6.4.2规定方法进行。

6.5.4　仪器的安全保护标识

目视检查。

## 6.6 环境适应性

6.6.1 温度适应性

按照GB/T 11606-2007第4章和第5章规定的低温试验和高温试验方法进行。

6.6.2电源电压适应性

按GB/T11606-2007中第3章进行，先将电压从220 V调至198 V，按5.6.2的要求对质谱仪进行试验；电源电压再调至242 V，重复上述试验。

## 6.7 运输、运输贮存

质谱仪在包装状态下，按GB/T 11606-2007中第15章、第16章、第17章的方法进行。

# 7 检验规则

## 7.1 检验分类

检验分为：

 a） 出厂检验；

b） 型式检验。

## 7.2 出厂检验

出厂检验应符合以下要求：

a） 每台质谱仪均应经检验合格，并附有合格证方能出厂；

b） 出厂检验应按5.2～5.5要求进行，并符合要求。

## 7.3　型式检验

7.3.1 在下列情况之一时，应按5.2～5.7要求进行型式检验：

a） 新质谱仪或老质谱仪转厂定型鉴定；

b） 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响质谱仪性能时；

c） 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，建议为三年；

d） 质谱仪停产超过一年，恢复生产时；

e） 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

7.3.2 型式检验的样品应在出厂检验合格的同批次产品中随机抽取1台，按照第6章中的试验方法进行试验，并结果符合第5章中要求。

7.3.3 若型式检验不合格，则在提出整改后重新进行型式检验。若再次型式检验不合格，则停产整顿，质谱仪停止出厂。待问题解决后，经型式检验合格后方可恢复出厂检验。

7.3.4 若型式检验合格，经出厂检验合格的同批次产品作为合格品可以出厂或入库。若入库超过12个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

# 8 标志、包装、运输和贮存

## 8.1 标志

8.1.1 产品标志

每台质谱仪应固定铭牌，铭牌上应明确标示下列内容：

1. 制造厂名称；
2. 产品型号；
3. 产品名称；
4. 商标；
5. 制造日期、产品编号；
6. 额定工作电压、频率和功率。

8.1.2 包装标志

质谱仪的包装应明确标识如下内容：

1. 制造厂名称和地址；
2. 产品型号；
3. 产品名称；
4. 商标；
5. 产品应用的标准编号；
6. 产品质量和外形尺寸（长×宽×高）；
7. 包装、储运图示标志，符合GB/T 191-2008的规定，如“易碎物品、怕雨、向上”等。

## 8.2 包装

8.2.1 仪器包装

应符合GB/T 13384-2008中的规定。

8.2.2 随机文件

包括如下文件：

1. 产品合格证；
2. 产品使用说明书；
3. 装箱单；
4. 附件备件清单。

## 8.3 运输

质谱仪在包装完整的条件下，允许用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业。

## 8.4 贮存

质谱仪在运输包装状态下，应符合GB/T 12519-2010中6.4贮存环境的规定。