ICS 71.040.10

N 53

 T/CIMA

中国仪器仪表行业协会团体标准

T/CIMA0022—XXXX

|  |
| --- |
|  |

车载式气相色谱-质谱联用仪技术条件及试验方法

Technical requirements and test methods

for vehicular gas chromatograph -mass spectrometer

|  |
| --- |
| 征求意见稿 |
| **（本稿完成日期：2019.12）** |

XXXX - XX - XX发布

中国仪器仪表行业协会

XXXX - XX - XX实施

前  言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由杭州谱育科技发展有限公司提出。

本标准由中国仪器仪表行业协会归口。

本标准由杭州谱育科技发展有限公司负责起草，聚光科技（杭州）股份有限公司参加起草。

本标准主要起草人：\*\*、\*\*。

车载式气相色谱-质谱联用仪

1. 范围

本标准规定了车载式气相色谱-质谱联用仪的术语与缩略语、分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于使用气相色谱-质谱联用技术对某一种化合物或多种化合物组分进行定性、定量分析的车载式气相色谱-质谱联用仪（以下简称仪器）。

1. 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 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 2829-2002 周期检验计数抽样程序及表（适用于对过程稳定性的检验）

GB 4793.1-2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519-2010 分析仪器通用技术条件

GB/T 13384-2008 机电产品包装通用技术条件

GB/T 13966 分析仪器术语

GB/T 17626.2-2018 电磁兼容 试验与测量技术 静电放电抗扰度试验

GB/T 17626.3-2016 电磁兼容 试验与测量技术 射频电磁场辐射抗扰度试验

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

GB/T 29476-2012 移动实验室仪器设备通用技术规范

GB/T 32210-2015 便携式气相色谱-质谱联用仪技术要求及试验方法

GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求

JJF 1164-2018 气相色谱-质谱联用仪校准规范

1. 术语

GB/T 13966 界定的以及下列术语适用于本文件。

车载式气相色谱-质谱联用仪 vehicular gas chromatograph-mass spectrometer

使用气相色谱-质谱联用技术对某一种化合物或多种化合物组分进行定性、定量分析的便于车载移动的仪器。

质量范围 mass range

仪器所能测量的离子质量范围，单位为啊amu。

质量分辨率 mass resolution

分辨两个相邻质谱峰的能力，以某离子峰峰高50%处的峰宽度（W1/2）表示，简称半峰宽，单位为amu。

质量准确性 mass accuracy

仪器测量得到某离子的质荷比与理论值的偏差。

质量稳定性 mass stability

仪器在正常工作条件下，在一定时间范围内，某一特征离子的质荷比测定值发生漂移的变化量。

恢复时间

仪器设备在移动时或移动后，重新开机、调整到稳定工作状态的时间。

1. 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

PFTBA:全氟三丁胺的简写，又称FC-43，其化学式为C12F27N，作为仪器调谐和测试用的标准样品。(perfluorotributyamine)。

S/N：信噪比(Signal to Noise Ratio)。

RSD：相对标准偏差(Relative Standard Deviation)。

1. 仪器分类
	1. 按移动状态分类

5.1.1移动状态时工作的仪器设备

具有抗振动能力，满足工作环境要求，在移动状态中可以工作的仪器设备。

5.1.2移动停止恢复后工作的仪器设备

移动到工作场所后，需要预热或调试，使工作条件恢复到待定状态后工作的仪器设备。

5.2按安装方式分类

可分为固定式仪器设备和非固定式仪器设备。

1. 要求
	1. 正常工作条件

仪器在表1规定的工作条件下应能正常工作。

表1 工作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目 | 序号 | 影响量 | 参比值或范围 |
| 气候条件 | 1 | 环境温度 | 5℃~35℃ |
| 2 | 相对湿度 | ≤80% |
| 电源条件（车体或其他电源供电） | 3 | 电源电压 | 交流220（1±10%）V |
| 4 | 电源频率 |  50（1±10%）Hz  |

* 1. 外观

仪器的外观应满足如下要求：

1. 仪器的外观整齐、清洁，表面涂层、镀层无明显剥落、擦伤、露底及污垢；
2. 所有铭牌及标志应耐久和清楚，内容符合相关法规、标准的要求；
3. 所有紧固件不得松动、各种调节件灵活，功能正常；
4. 零件表面不得锈蚀；
5. 仪器可拆部分应能无障碍地拆装。
	1. 功能
		1. 总离子流图显示功能

在样品分析过程中，仪器应显示测量结果的总离子流图。

* + 1. 质谱图显示功能

在样品分析过程中，仪器应显示测量结果的质谱图。

* + 1. 谱库检索功能

仪器应具有标准谱库的检索功能，支持自建谱库。

* + 1. 进样功能

仪器具有在现场直接进样的功能。

* + 1. 载气压力监控功能

在仪器正常工作过程中，仪器应对载气压力进行监控，并在载气压力低于限定值时报警和提示用户。载气压力限定值由制造厂规定。

* + 1. 真空压力监控功能

仪器应能监控质谱真空腔内的真空压力，并在真空压力超过规定限值时提示用户和进行相应的仪器保护。真空压力限值由制造厂规定。

* + 1. 电源供电功能

仪器应有外部适配器交流电供电方式。

* + 1. 结果处理功能

仪器应具有检测结果的数据定性、定量的处理功能。

* 1. 性能

仪器主要性能指标见表2。

表2 仪器主要性能指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 序号 | 性 能 指 标 | 要 求 |
| 6.4.1 | 质量范围\*\* | 质量下限≤18amu；质量上限≥600 amu |
| 6.4.2 | 质量分辨率\*\* | ≤ 1 amu |
| 6.4.3 | 质量准确性\* | ±0.3 amu |
| 6.4.4 | 质量稳定性\* | ±0.3 amu/8h |
| 6.4.5 | 气相色谱柱（箱）温度控制稳定性\* | ≤0.5% |
| 6.4.6 | 气相色谱柱（箱）程序升温重复性\* | ≤1% |
| 6.4.7 | 信噪比\*\* | 100 pg 八氟萘，m/z 272处S/N≥10:1（峰峰值） |
| 6.4.8 | 测量重复性\*\* | 10 ng六氯苯，RSD≤10%（n=6） |
| 6.4.9 | 谱库检索\*\* | 10 ng硬脂酸甲酯，相似度≥75% |
| 6.4.10 | 主机重量 | ≤50 kg |
| 6.4.11 | 体积 | 长≤600 mm；宽≤600 mm；高≤600 mm |
| 6.4.12 | 功耗 | ≤600 W |
| \*参考GB/T 32210-2015相关要求；\*\*参考JJF 1164-2018相关要求。 |

* 1. 仪器一般要求
		1. 接口兼容性

仪器有供水、供气、数据传输等输入输出要求的，其输入、输出接口应与载具接口相匹配，或提供符合要求的转换适配器。

* + 1. 防振

仪器应安装牢固可靠，固定安装的仪器设备至少应在底部或侧面有2个以上安装点的设计。非固定安装的仪器设备应配备专用包装或其他保护装置，防止仪器设备在运输和使用过程中出现损坏或者性能下降。必要时应对整机或部件进行隔震或缓冲设计，或采用相应等级的减震装置。

* + 1. 保障性

仪器应具有故障报警、自动诊断功能，应配备仪器设备现场维修所必需的工具和备件。

* + 1. 快速恢复性

仪器在移动时或移动后恢复时间不应超出2h。

* + 1. 标识

仪器应在产品明显位置标注工作环境的参数指标，参数指标应包含：工作温度范围（℃）、相对湿度范围（%）、输入电源类型。

* 1. 环境适应性

按GB/T 11606-2007 对分析仪器使用环境的分组，本仪器属于Ⅱ组，即实验室仪器。故仪器环境适应性按GB/T 11606-2007 中表1Ⅱ组条件要求。

* + 1. 温度

按GB/T 11606-2007中表1 的规定，仪器工作状态下进行规定的低温试验（5℃）、高温试验（35℃），试验结束后仪器性能应能满足本标准6.4.3、6.4.7和6.4.8要求。

* + 1. 湿度

 按GB/T 11606-2007中表1 的规定，仪器工作状态下进行规定的低相对湿度试验（25%）、高相对湿度试验（80%），试验结束后仪器性能应能满足本标准6.4.3、6.4.7和6.4.8要求。

运输、运输贮存

* + 1. 运输、运输贮存

按GB/T 11606-2007中表1的规定，其中高温55℃；低温-40℃；自由跌落高度250mm；碰撞1000次。试验后，包装箱不应有较大变形和损伤，受试仪器不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤；将仪器置于正常工作条件下进行检验，应符合本标准6.4.3、6.4.7和6.4.8要求。

* 1. 电磁兼容
		1. 抗扰度

仪器应符合GB/T 18268.1-2010中6.2表1规定的电磁环境抗扰度要求。

* + 1. 发射

仪器应符合GB/T 18268.1-2010中7.2规定的发射限值的要求。

* 1. 安全性
		1. 警告标志

仪器应具有防电击的警告标识，对于有紫外辐射或加热器件的仪器设备，还应有防紫外线辐射和防烫伤危险的警告标识，警告标识的字体及耐久性应符合GB 4793.1-2007中5.2~5.3的要求。

* + 1. 防电击
			1. 介电强度

按GB/T 34065-2017中6.3的要求，由交流电网供电的仪器，电源输入端与可触及导电零部件之间施加规定的试验电压（1500V）,历时1min，不应出现飞弧或击穿的现象,电晕效应或类似现象可以忽略不计。

* + - 1. 接触电流

按GB 4793.1-2007中6.3的要求，仪器设备在正常条件下接触电流不应超过0.5mA，在单一故障条件下，接触电流不应超过3.5mA。

* + - 1. 保护接地阻抗

按GB 4793.1-2007中6.5.1的要求，仪器设备规定要采用保护连接的每一个可触及导电零部件与保护导体端子之间的阻抗值不应大于0.1Ω。

1. 试验方法
	1. 试验条件

除非另有规定，产品性能试验应在正常工作条件下进行。

标准物质应采用国家有证标准物质。

载气应符合产品标准的规定。

仪器操作应遵守有关安全规定。

* 1. 外观试验

用目视和手感等方法检查。

* 1. 功能试验
		1. 总离子流图显示功能

在样品分析过程中，通过目测观察。

* + 1. 质谱图显示功能

在样品分析过程中，通过目测观察。

* + 1. 谱库检索功能

通过目测观察。

* + 1. 进样功能

通过目测观察。

* + 1. 载气压力监控功能

在仪器正常工作过程中，通过目测观察。

* + 1. 真空压力监控功能

通过目测观察。

* + 1. 电源供电功能

通过目测观察。

* + 1. 结果处理功能

通过目测观察。

* 1. 性能试验
		1. 质量范围

将仪器调至“水氧峰监测”模式，查看仪器质谱图。质谱图应能检测质荷比为（18±0.3）amu质谱峰，即可判定仪器的质量下限为≤18amu。参照附录A.1的测试条件，使用PFTBA对仪器进行测试，待测试结束后查看仪器的质谱图。质谱图中应能检测到质荷比为614±0.3amu的质谱峰，即可判定仪器的质量上限为≥600amu。

* + 1. 质量分辨力

参照附录A中A.2的测试条件，使用PFTBA对仪器进行测试，观察并记录质谱图中质荷比为69.0 amu、131.0 amu、264.0 amu和414.0 amu的质谱峰的半峰宽，有效数字保留到小数点后2位。选取各质谱峰半峰宽的最大值作为仪器的质量分辨力。

* + 1. 质量准确性

参照附录A中A.2的测试条件，使用PFTBA对仪器进行测试，观察并记录质谱图中质荷比为69.0 amu、131.0 amu、264.0 amu和414.0 amu的质谱峰的实测质荷比，有效数字保留到小数点后2位。按上述测试方法重复测试3次，分别计算各质谱峰的三次测量平均值，有效数字保留到小数点后2位。按公式（1）分别计算各质谱峰的质量准确度。选取各质谱峰的质量准确度的最大值作为仪器的质量准确度。

……………………………………….（1）

式中：

 —— 第i个质谱峰的质量准确度，amu；

 —— 第i个质谱峰三次测量的平均值，amu；

 —— 第i个质谱峰的理论值，amu。

* + 1. 质量稳定性

参照附录A中A.2的测试条件，仪器使用PFTBA进行测试，观察并记录质谱图中质荷比为69.0 amu、131.0 amu、264.0 amu和414.0 amu的质谱峰的实测质荷比，有效数字保留到小数点后2位。8h内重复测试8次，每小时内测试1次，测试时间间隔均匀分布。按公式（2）分别计算每个质谱峰每次测量后的实测质荷比与理论值的偏差。分别选取各质谱峰中的最大值作为各质谱峰的质量稳定性。选取各质谱峰的质量稳定性绝对值的的最大值作为仪器的质量稳定性。

 ……………………………….（2）

式中：

 —— 第i个质谱峰实测后的质量偏差，amu；

 —— 第i个质谱峰的实测质荷比，amu；

 —— 第i个质谱峰的理论值，amu。

* + 1. 气相色谱柱（箱）温度控制稳定性

采用经过计量检定的温度传感器测量柱（箱）体温度，取仪器温度控制下限为一个温度点、仪器温度控制上限的90%为另一个温度点分别进行试验。观察10min，每分钟记录1次，按公式（3）计算温度稳定性。

 …………………………………….（3）

式中：

*δt*——温度稳定性；

*tmax*——10min内温度最大点，℃；

*tmin*——10min内温度最小点，℃；

——10min内温度测量平均值，℃；

* + 1. 气相色谱柱（箱）程序升温重复性

设定初始温度50℃，终止温度为200℃，升温速率10℃/min。待初始温度稳定后，开始程序升温，每min记录数据1次，直至终止温度。重复测量3次，按式（4）求出相应点最大相对偏差。

 …………………………………….（4）

式中：

*S*——相对偏差；

*tmax*——相应点的最大温度，℃；

*tmin*——相应点的最小温度，℃；

——相应点的平均温度，℃；

* + 1. 信噪比

参照附录B中的色谱和质谱测试条件，使用浓度为100 pg/μL的八氟萘-异辛烷溶液1.0μL，连续测定6次，提取272离子峰，再现质量色谱图。读取特征离子峰高（）和基线噪声（），噪声采用峰峰值，在特征离子峰后0.5min~1min范围内选取。按公式（5）计算信噪比β，以6次算术平均值作为信噪比测试结果，有效数字保留到小数点后1位。

……………………………………….（5）

式中：

β—— 提取离子峰的信噪比；

—— 提取离子峰的峰高；

—— 基线噪声。

* + 1. 峰面积重复性

参照附录B中的色谱和质谱测试条件，使用浓度为10 ng/μL的六氯苯-异辛烷溶液1.0 μL，重复测量6次，提取六氯苯特征离子m/z= 284，再现质谱色谱图，按照质量色谱峰进行面积积分，根据公式（6）计算峰面积重复性RA。

………………………………….（6）

式中：

*xi*——第i次测量峰面积；

——n次测量峰面积的平均值；

n ——测量次数，n=6。

* + 1. 谱图检索

注入10.0 ng/μL 硬脂酸甲酯-异辛烷溶液 1.0μL，得到硬脂酸甲酯谱图，与系统提供的谱图库进行检索。

* + 1. 重量

将主机放置在电子秤或磅秤上，读取秤上测量值，记录测量结果。

* 1. 仪器一般要求
		1. 接口兼容性

目视审查仪器设备各种接口

* + 1. 防震

目视检查固定仪器设备安装点位置和数量；目视检查非固定仪器设备包装及其保护装置。

* + 1. 保障性

目视检查仪器设备故障诊断功能、工具和备件。

* + 1. 快速恢复性

首先在静止状态下测量仪器设备固定恢复时间，然后测量移动停止后恢复时间。移动状态下启动运行的仪器设备还需测量在移动过程中运行时恢复时间。

* + 1. 标识

目视仪器设备标识内容。

* 1. 环境适应性
		1. 温度

 按GB/T 11606-2007中第4章和第5章规定的低温试验、高温试验方法进行。

* + 1. 湿度

按GB/T 11606-2007中第7章规定的恒定湿热试验方法进行。

* + 1. 运输、运输贮存

 仪器在包装状态下，按GB/T 11606-2007中第15~17章的方法进行试验。

* 1. 电磁兼容
		1. 抗扰度

按GB/T 17626.2-2018实施，试验值采用静电接触放电4kV，空气放电8kV。

* + 1. 发射

按GB/T17626.3-2016实施，试验值采用3V/m（80MHz~1GHz）；3V/m(1.4GHz~2.0GHz)；1V/m(2.0 GHz~2.7 GHz)。

* 1. 安全性
		1. 警告标识

用布沾上规定的清洁剂（如果没有规定，则沾上异丙醇），用手不加过分压力地擦拭30s。在上述处理后，标志仍应当清洗可辨，粘贴标牌不得出现松脱或卷边。

* + 1. 介电强度

仪器的电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，将耐压测试仪的输出切断，电流置于适当挡位上，耐压测试仪的电压输出端一端连接在电源的零线和火线上，另一端连接在可触及导电零部件上，在进行试验时，电压要在5s或5s以内逐渐升高到规定值（1500V），使电压不出现明显的跳变，然后保持1min。

* + 1. 接触电流

将仪器设备的电源与接触电流测试仪接上，仪器设备电源置于接通位置，正常条件下测试一次，单一故障条件下测试一次，记录接触电流值。

* + 1. 保护接地阻抗

接地阻抗测试仪一端与仪器设备的接地端子连接，另一端与仪器设备的可接触零部件连接，设置测试电流为25A，启动测试仪，试验完成后记录接地阻抗值。

1. 检验规则
	1. 检验分类

仪器检验分为出厂检验和型式检验。

* 1. 出厂检验

每台仪器须经制造厂质量检验部门检验，所检验的项目全部达到产品标准要求后方可出厂，并附有产品合格证书、使用说明书及装箱单。

出厂检验项目及不合格类别见表3。

出厂检验不合格或有不合格项目，则应返工然后复验。复验全部项目合格后，方可出厂。

* 1. 型式检验
		1. 检验时机

在下列情况之一时，应进行型式检验：

1. 仪器设计定型或生产定型时；
2. 仪器转厂或转移生产地时；
3. 仪器正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
4. 仪器长期停产，恢复生产时；
5. 仪器正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，一般为3年；
6. 国家各级质量监督检验要求时；

g) 检验结果与上次型式检验有较大差异时。

* + 1. 抽样方案

型式检验的样本应从出厂检验合格的批中随机抽取，样本量不少于2台。

* + 1. 判定规则

型式检验项目及不合格类别见表3。

型式检验的抽样应按GB/T 2829-2002第5.9的规定。采用的抽样方案、检验的不合格分类、检验项目及对应的条目、不合格质量水平、判别水平、样本量和判定数组等要求应在产品标准中规定。

合格与不合格的判定应按GB/T 2829-2002第5.11的规定进行。

若型式检验合格，对进行抽样的该批产品可以提交鉴定、定型或出厂、入库。

若型式检验不合格，应分析原因，采取纠正措施，验证有效后，重新提交检验。若型式检验再次不合格，则对进行抽样的该批产品应停止出厂，再重复上述分析、纠正、验证、重新提交的步骤，直至合格为止。

表3 仪器检验项目表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 不合格分类 | 检验项目、要求及试验条目 | 检验分类 |
| 检验项目 | 要求条目 | 试验方法 | 出厂检验 | 型式检验 |
| 1 | A | 安全性 | 5.9 | 6.9 | ● | ● |
| 2 | 质量范围 | 5.4.1 | 6.4.1 | ● | ● |
| 3 | 质量分辨率 | 5.4.2 | 6.4.2 | ● | ● |
| 4 | 质量准确性 | 5.4.3 | 6.4.3 | ● | ● |
| 5 | 质量稳定性 | 5.4.4 | 6.4.4 | ● | ● |
| 6 | 信噪比 | 5.4.7 | 6.4.7 | ● | ● |
| 7 | 测量重复性 | 5.4.8 | 6.4.8 | ● | ● |
| 8 | B | 外观 | 5.2 | 6.2 | ● | ● |
| 9 | 功能 | 5.3 | 6.3 | ● | ● |
| 10 | 气相色谱柱温度控制稳定性 | 5.4.5 | 6.4.5 | ● | ● |
| 11 | 气相色谱柱程序升温重复性 | 5.4.6 | 6.4.6 | ● | ● |
| 12 | 谱图检索 | 5.4.9 | 6.4.9 | ● | ● |
| 13 | 重量 | 5.4.10 | 6.4.10 | — | ● |
| 14 | 仪器一般要求 | 5.5 | 6.5 | — | ● |
| 15 | 环境适应性 | 5.6 | 6.6 | — | ● |
| 16 | 抗运输性 | 5.7 | 6.7 | — | ● |
| 17 | 电磁兼容 | 5.8 | 6.8 | — | ● |
| ● ——应进行检验的项目。— ——不进行检验的项目。A类不合格——单位产品的极重要质量特性不符合规定，或者单位产品的质量特性极严重不符合规定。B类不合格——单位产品的重要质量特性不符合规定，或者单位产品的质量特性严重不符合规定。 |

1. 标志、包装、运输和贮存
	1. 仪器的标志

仪器在适当的明显位置固定铭牌，其上应有如下标志：

a）制造商名称、商标；

b）仪器名称、型号、规格；

c）制造日期；

d）出厂编号；

e）电源电压、电源频率；

f）必须标志的重要技术参数；

* 1. 包装

仪器包装应符合GB/T 13384-2008中防潮、防震包装规定。

包装箱的适当明显位置上应有下列标志：

a）仪器型号、名称；

b）制造厂名称、地址；

c）箱体体积：长×宽×高，单位为mm；

d）净重及毛重，单位为kg；

e）出厂编号、包装箱序号及数量；

1. 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合GB/T 191-2008规定；

f）发送地点及收货单位。

随行文件

包括：

a）装箱单；

b）产品合格证；

c) 使用说明书（仪器文件中有关安全描述应符合GB 4793.1-2007第5章有关规定）；

d）备件清单。

* 1. 运输、贮存

仪器在运输过程中和贮存时应防止受到剧烈冲击、雨淋、暴晒及辐射。

应原箱存放保管，仪器贮存应符合GB/T 12519-2010中8.4要求：仓库环境温度为0℃～40℃，相对湿度不大于85%；仓库内不应存放有能引起仪器腐蚀和电气绝缘性降低的有害物质。

仪器贮存期限不应超过两年，超过期限后，应对仪器按产品标准要求进行抽检。

1. （规范性附录）
质谱性能测试参数条件
	1. 质量范围测试参数条件

离子化方式：电子轰击电离源

离子化能量：70 eV

质量扫描速率：10000 amu/s

质量扫描范围：（40～650）amu

离子源温度、电子倍增器工作电压根据厂家推荐值设定。

* 1. 质谱性能测试参数条件

质量扫描范围：（40～450）amu

其他参数条件同A.1。

1. （规范性附录）
气相色谱-质谱联用性能测试参数条件及标准样品
	1. 质谱测试条件

离子化方式：电子轰击电离源

离子化能量：70 eV

质量扫描速率：10000 amu/s

质量扫描范围：（40～300）amu

其他参数如离子源温度、电子倍增器工作电压根据厂家推荐值设定。

* 1. 色谱测试条件

色谱柱：DB-5或相似固定相， 25m×0.25 mm×0.5 μm；或其他性能相当的色谱柱

程序升温：色谱柱初温50℃，保持2min，然后以10℃/min的升温速率升温至200 ℃

进样方式：分流不分流进样口(分流模式下分流比范围：5：1~50：1)

进样体积：直接进样 1.0μL