

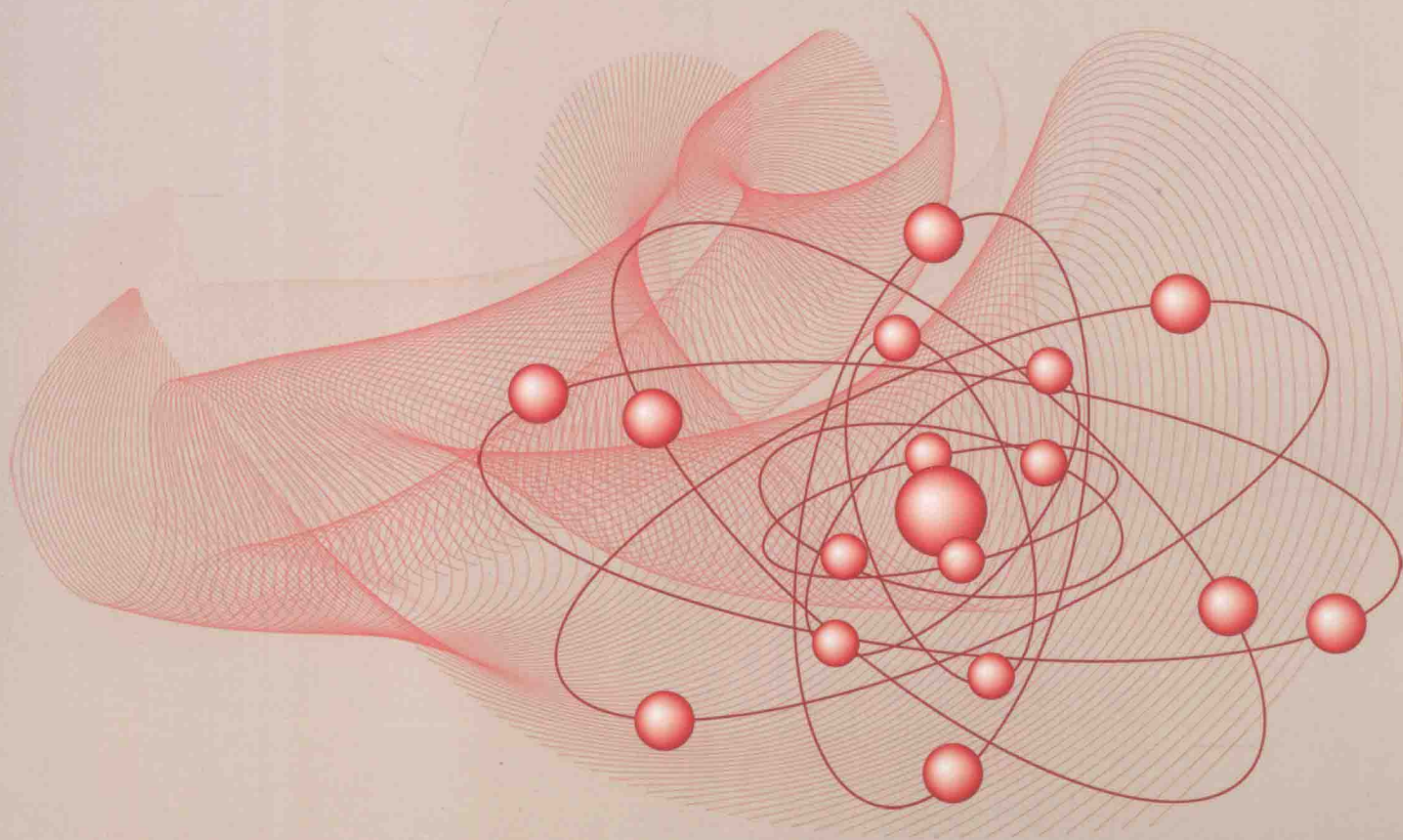
全国分析检测人员能力培训参考资料

分析测试技术系列标准汇编

气相色谱-质谱分析技术 标准汇编

中国标准出版社 编

全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定



 中国标准出版社

分析测试技术系列标准汇编

气相色谱-质谱分析技术标准汇编

中国标准出版社 编
全国分析检测人员能力培训委员会秘书处 审定

中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

气相色谱-质谱分析技术标准汇编/中国标准出版社
编. —北京:中国标准出版社,2013.11

ISBN 978-7-5066-7363-1

I. ①气… II. ①中… III. ①气相色谱-质谱-化学分
析-技术标准-汇编-中国 IV. ①0657.7-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 234941 号

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 38.75 字数 1 180 千字

2013 年 11 月第一版 2013 年 11 月第一次印刷

*

定价 195.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

前 言

本汇编收录了截止 2013 年 6 月发布的与红外光谱分析技术相关的标准 54 项,其中国家标准 25 项,行业标准 29 项。其所收录的标准包括了规范、食品综合、动物源食品及动物组织、植物源食品及材料、食品接触材料、饲料、水质与环境、化工、轻工与纺织及其他等 10 个方面。

本汇编所收集的国家标准和行业标准的属性(推荐性或强制性)已在目录中标明,标准年号用四位数字表示。鉴于部分标准是在标准清理整顿前出版的,目前尚未修订,故正文部分仍保留原样(包括标准正文中“引用标准”或“规范性引用文件”一章中的标准的属性),但其属性以本汇编目录中标明的为准,读者在使用这些标准时请注意查对。

鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,汇编时对标准中所使用的计量单位、符号等未作改动。

希望本汇编能更好地服务于红外光谱分析检测人员,以期提高我国分析检测人员的红外光谱分析技术能力,以保证分析测试结果的有效性,为国民经济更快、更好的发展提供更好的服务。

编 者

2013 年 7 月

目 录

一、计 量 规 范

JJF 1164—2006	台式气相色谱-质谱联用仪校准规范	3
---------------	------------------	---

二、食 品 综 合

GB/T 21926—2008	辐照含脂食品中 2-十二烷基环丁酮测定	气相色谱/质谱法	23
GB/T 5009.204—2005	食品中丙烯酰胺含量的测定方法	气相色谱-质谱(GC-MS)法	31
SN/T 1859—2007	饮料中棒曲霉素和 5-羟甲基糠醛的测定方法	液相色谱-质谱法和气相色谱-质谱法	39

三、动物源食品及动物组织

GB/T 22388—2008	原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	51
GB/T 22967—2008	牛奶和奶粉中 β -雌二醇残留量的测定 气相色谱-负化学电离质谱法	65
GB/T 22974—2008	牛奶和奶粉中氮氨菲啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	75
GB/T 22975—2008	牛奶和奶粉中阿莫西林、氨苄西林、哌拉西林、青霉素 G、青霉素 V、苯唑西林、氯唑西林、萘夫西林和双氯西林残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	83
GB/T 22976—2008	牛奶和奶粉中 α -群勃龙、 β -群勃龙、19-乙烯去甲睾酮和 epi-19-乙烯去甲睾酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	93
GB/T 22979—2008	牛奶和奶粉中啉酰菌胺残留量的测定 气相色谱-质谱法	103
GB/T 22983—2008	牛奶和奶粉中六种聚醚类抗生素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	111
GB/T 22989—2008	牛奶和奶粉中头孢匹林、头孢氨苄、头孢洛宁、头孢唑肟残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	123
GB/T 2795—2008	冻兔肉中有机氯及拟除虫菊酯类农药残留的测定方法 气相色谱/质谱法	133
NY/T 468—2006	动物组织中盐酸克伦特罗的测定 气相色谱/质谱法	145
SC/T 3042—2008	水产品中 16 种多环芳烃的测定 气相色谱-质谱法	150
SN/T 2160—2008	动物源食品中氢化泼尼松残留量检测方法 气相色谱-质谱/质谱法	165

四、植物源食品及材料

GB/T 18932.10—2002	蜂蜜中溴螨酯、4,4'-二溴二苯甲酮残留量的测定方法	气相色谱/质谱法	175
GB/T 18932.20—2003	蜂蜜中氯霉素残留量的测定方法	气相色谱-质谱法	185
GB/T 22288—2008	植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸的测定	气相色谱-质谱法	193
GB/T 23213—2008	植物油中多环芳烃的测定	气相色谱-质谱法	203
GB/T 23358—2009	卷烟 主流烟气总粒相物中主要芳香胺的测定	气相色谱-质谱联用法	213
GB/T 23376—2009	茶叶中农药多残留测定	气相色谱/质谱法	221
GB/T 23750—2009	植物性产品中草甘膦残留量的测定	气相色谱-质谱法	235

NY/T 1379—2007	蔬菜中 334 种农药多残留的测定	气相色谱质谱法和液相色谱质谱法	243
YC/T 333—2010	烟用水基胶 邻苯二甲酸酯的测定	气相色谱-质谱联用法	267
YC/T 334—2010	烟用水基胶 苯、甲苯及二甲苯的测定	气相色谱-质谱联用法	275

五、食品接触材料

SN/T 1778—2006	PVC 食品保鲜膜中 DEHA 等己二酸酯类增塑剂的测定	气相色谱串联质谱法	285
SN/T 2037—2007	与食品接触的塑料成型品中邻苯二甲酸酯类增塑剂迁移量的测定	气相色谱质谱联用法	291
SN/T 2276—2009	食品接触材料 纸浆、纸和纸板水提取液中五氯苯酚的测定	气相色谱-质谱法	301
SN/T 2277—2009	食品接触材料 复合包装袋中二氨基甲苯的测定	气相色谱-质谱法	309

六、饲料

GB/T 23744—2009	饲料中 36 种农药多残留测定	气相色谱-质谱法	317
NY/T 1030—2006	饲料中沙丁胺醇的测定	气相色谱/质谱法	327
NY/T 1033—2006	饲料中西马特罗的测定	气相色谱/质谱法	332

七、水质与环境

CJ/T 145—2001	城市供水	挥发性有机物的测定	339
HJ 77.1—2008	水质	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	350
HJ 77.2—2008	环境空气和废气	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	376
HJ 77.3—2008	固体废物	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	405
HJ 77.4—2008	土壤和沉积物	二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法	429
SL 392—2007	固相萃取	气相色谱/质谱分析法(GC/MS)测定水中半挥发性有机污染物	452

八、化工

GB/T 24313—2009	蜂蜡中石蜡的测定	气相色谱-质谱法	471
GB/T 24800.10—2009	化妆品中十九种香料的测定	气相色谱-质谱法	481
SN/T 1737.2—2007	除草剂残留量检验方法	第 2 部分:气相色谱/质谱法测定粮谷及油籽中二苯醚类除草剂残留量	487
SN/T 2249—2009	塑料及其制品中邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定	气相色谱-质谱法	495
SN/T 2250—2009	塑料原料及其制品中增塑剂的测定	气相色谱-质谱法	505
SN/T 2257—2009	特氟隆材料及不粘锅涂层中全氟辛酸的测定	气相色谱-质谱法	515
SN/T 2379—2009	聚碳酸酯树脂及其成型品中双酚 A 的测定	气相色谱-质谱法	523

九、轻工与纺织

GB/T 18414.1—2006	纺织品	含氯苯酚的测定	第 1 部分:气相色谱-质谱法	531
GB/T 24281—2009	纺织品	有机挥发物的测定	气相色谱-质谱法	539
SN/T 1851—2006	纺织品中阻燃整理剂的检测方法	气相色谱-质谱法		551

SN/T 2078—2008	PVC 玩具和儿童用品中 6 种邻苯二甲酸酯的测定 气相色谱-质谱法	559
SN/T 2446—2010	皮革及其制品中富马酸二甲酯的测定 气相色谱/质谱法	569

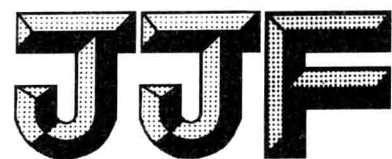
十、其 他

GB/T 18606—2001	气相色谱-质谱法测定沉积物和原油中生物标志物	577
GB/T 19267.7—2008	刑事技术微量物证的理化检验 第 7 部分:气相色谱-质谱法	593
SN/T 2005.2—2005	电子电气产品中多溴联苯和多溴联苯醚的测定 第 2 部分:气相色谱-质谱法	601



一、计量规范





中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1164—2006

台式气相色谱-质谱联用仪校准规范

Calibration Specification for Bench Top Gas
Chromatography-Mass Spectrometers

2006 - 12 - 08 发布

2007 - 03 - 08 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

台式气相色谱-质谱联用仪 校准规范

**Calibration Specification for Bench Top Gas
Chromatography-Mass Spectrometers**

JJF 1164—2006

本规范经国家质量监督检验检疫总局于 2006 年 12 月 8 日批准，并自 2007 年 3 月 8 日起施行。

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

本规范由全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

邵明武 （中国计量科学研究院）

陈大舟 （中国计量科学研究院）

参加起草人：

徐 蓓 （中国计量科学研究院）

徐锐锋 （中国计量科学研究院）

台式气相色谱-质谱联用仪校准规范

1 范围

本规范适用于离子阱和四极杆型台式气相色谱-质谱联用仪（以下简称台式 GC-MS）的校准，其他类型台式 GC-MS 的校准可参照此规范进行。

2 引用文献

JJF 1001—1998 《通用计量术语及定义》

JJF 1059—1999 《测量不确定度评定与表示》

GB/T 15481—2000 《检测和校准实验室能力的通用要求》

GB/T 6041—2002 《质谱分析方法通则》

JJG（教委）003—1996 《有机质谱仪检定规程》

JJG 700—1999 《气相色谱仪检定规程》

OIML/TC16/SC2/R83 Gas chromatograph/mass spectrometer system for analysis of organic pollutants in water

使用本规范时，应注意使用上述引用文献的现行有效版本。

3 术语和计量单位

3.1 分辨力（resolution）

分辨两个相邻质谱峰的能力，对于台式 GC-MS 以某离子峰峰高 50% 处的峰宽度（简称半峰宽）表示，记为 $W_{1/2}$ ，单位 u 。

3.2 基线噪声（baseline noise）

基线峰底与峰谷之间的宽度，单位计数。

3.3 信噪比（signal-to-noise ratio）

待测样品信号强度与基线噪声的比值，记为 S/N 。

3.4 质量色谱图（mass chromatogram）

质谱仪在一定质量范围内自动重复扫描所获得的质谱数据，可以不同形式再现，其中以—个或多个离子强度随时间变化的谱图，称为质量色谱图。

3.5 质量准确性（mass accuracy）

仪器测量值对理论值的偏差。

3.6 u （atomic mass unit）

原子质量单位。

4 概述

气相色谱-质谱联用仪是将气相色谱仪与质谱仪通过一定接口耦合到一起的分析仪器。样品通过气相色谱分离后的各个组分依次进入质谱检测器，组分在离子源被电离，

产生带有一定电荷、质量数不同的离子。不同离子在电场和/或磁场中的运动行为不同，采用不同质量分析器把带电离子按质荷比（ m/z ）分开，得到依质量顺序排列的质谱图。通过对质谱图的分析处理，可以得到样品的定性、定量结果。气相色谱-质谱联用仪主要包括气相色谱系统（一般不带检测器）、离子源、质量分析器、检测器、真空系统和计算机系统等几部分。

5 计量特性

台式 GC-MS 各项技术指标见表 1。

表 1 台式 GC-MS 主要技术指标

技术指标		要 求
质量范围		不低于 600 u
质量准确性**		$\pm 0.3\text{ u}$
分辨力 (R)**		$W_{1/2} < 1\text{ u}$
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*		$RSD \leq 10\%$
谱库检索		10 ng 硬脂酸甲酯, 相似度 $\geq 75\%$
气相色谱柱箱温度控制		柱箱温度稳定性 (10 min) 优于 0.5% 程序升温重复性优于 2%
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;		
3 本技术指标仅供参考, 不作为合格性判断依据。		

6 校准条件

6.1 实验室环境

6.1.1 仪器室内不得有强烈的机械振动和电磁干扰, 不得存放与实验无关的易燃、易爆和强腐蚀性气体或试剂。

6.1.2 实验室温度: (15~27)℃。

6.1.3 相对湿度: $\leq 75\%$ 。

6.2 标准物质和试剂

- 6.2.1 八氟萘-异辛烷溶液标准物质：100 pg/ μ L；
- 6.2.2 苯甲酮-异辛烷溶液标准物质：10.0 ng/ μ L；
- 6.2.3 六氯苯-异辛烷溶液标准物质：10.0 ng/ μ L；
- 6.2.4 硬脂酸甲酯-异辛烷测试溶液：10.0 ng/ μ L；
- 6.2.5 异辛烷或正己烷：液相色谱级或同等级别。

6.3 校准设备

- 6.3.1 微量注射器：10 μ L；
- 6.3.2 气相色谱仪检定专用测量仪。

7 校准项目和校准方法

7.1 外观检查

仪器不能有影响校准的外观缺陷，按键开关、调节旋钮等各部件工作正常。

7.2 分辨力

仪器稳定后，执行 Autotune 命令进行自动调谐，直到调谐通过，打印调谐报告，得到半峰宽 $W_{1/2}$ 。

注：

- 1 调谐通常使用的样品为全氟三丁胺 (FC-43)；
- 2 也可采用手动调谐；
- 3 对于不能打印调谐报告的仪器，可以根据调谐结果测量并计算半峰宽 $W_{1/2}$ 。

7.3 质量范围

以全氟三丁胺为调谐样品进行调谐，质量数设定达到 600 以上，观察是否出现质量数 600 以上（含 600）的质谱峰。

7.4 信噪比

7.4.1 EI 源

仪器调谐通过后，参照附录 C 条件，注入 100 pg/ μ L 的八氟萘-异辛烷溶液 1.0 μ L，提取 $m/z = 272$ 离子，再现质量色谱图，根据公式 (1) 计算 S/N 。

$$S/N = H_{272}/H_{\text{噪声}} \quad (1)$$

式中： H_{272} ——提取离子 (m/z) 的峰高；

$H_{\text{噪声}}$ ——基线噪声。

7.4.2 正 CI 源

参照 7.4.1 条件，注入 10.0 ng/ μ L 的苯甲酮-异辛烷溶液 1.0 μ L，提取 $m/z = 183$ 离子，再现质量色谱图，根据公式 (1) 计算 S/N 。

7.4.3 负 CI 源

参照 7.4.1 条件，注入 100 pg/ μ L 的八氟萘-异辛烷溶液 1.0 μ L，提取 $m/z = 272$ 离子，再现质量色谱图，根据公式 (1) 计算 S/N 。

7.5 质量准确性

参照 7.4.1 条件，注入 10.0 ng/ μ L 的硬脂酸甲酯-异辛烷溶液 1.0 μ L，记录 74, 143, 199, 255 和 298 等硬脂酸甲酯主要离子的实测质量数，有效数值保留到小数点后

两位,理论值见附录 E,根据公式(2)计算实测值与理论值之差,以此评价质量准确性。

$$\Delta M = \overline{M}_{i\text{测}} - M_{i\text{理}} \quad (2)$$

式中: $\overline{M}_{i\text{测}}$ ——第 i 个离子三次测量平均值, u ;

$M_{i\text{理}}$ ——第 i 个离子理论值, u 。

注:

- 1 以最高点及其左右两点的三次扫描所得到的质量数平均值作为实测结果;
- 2 以实测值与理论值之差绝对值最大的一个作为评价质量准确性数据。

7.6 测量重复性

参照 7.4.1 条件,前面例如 7.2 注入 1.0 μL 质量浓度为 10.0 $\text{ng}/\mu\text{L}$ 的六氯苯-异辛烷溶液,连续六次,提取六氯苯特征离子 $m/z = 284$,再现质量色谱图,按质量色谱峰进行面积积分,根据公式(3)计算 RSD:

$$\text{RSD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (x_i - \bar{x})^2}{6-1}} \times \frac{1}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3)$$

式中: RSD——相对标准偏差, %;

x_i ——六氯苯第 i 次测量峰面积;

$\bar{x}$ ——六氯苯 6 次测量峰面积算术平均值;

i ——测量序号。

注:对于 CI 源,可采用相应的测试灵敏度的标准物质进行重复性测量。

7.7 气相色谱柱箱温度控制

7.7.1 柱箱温度稳定性

把铂电阻温度计的连线连接到数字多用表(或色谱仪检定专用测量仪)上,然后把温度计的探头固定在柱箱中部,设定柱箱温度为 70 $^{\circ}\text{C}$ 。加热升温,待温度稳定后,观察 10 min,每变化一个数记录一次,求出数字多用表最大值与最小值所对应的温度差值,其差值与 10 min 内温度测量的算术平均值的比值,即为柱箱温度稳定性。

7.7.2 程序升温重复性

按 7.7.1 的校准条件和方法进行程序升温重复性校准。选定初温 50 $^{\circ}\text{C}$,终温 200 $^{\circ}\text{C}$ 。升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 左右。待初温稳定后,开始程序升温,每分钟记录数据一次,直至终温稳定。此实验重复 2~3 次,求出相应点的最大相对偏差(R_d),其值应 $\leq 2\%$,结果按下式计算。

$$R_d = \frac{t_{\max} - t_{\min}}{\bar{t}} \times 100\%$$

式中: $t_{\max}$ ——相应点的最大温度, $^{\circ}\text{C}$;

$t_{\min}$ ——相应点的最小温度, $^{\circ}\text{C}$;

$\bar{t}$ ——相应点的平均温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

7.8 谱库检索

根据 7.5 质量准确性测试总离子流色谱图,得到硬脂酸甲酯质谱图,扣除本底后,

在系统提供的谱库内对硬脂酸甲酯进行检索。

8 校准结果处理

根据校准结果，发校准证书，所有校准项目及其结果均应在证书中反映。校准结果的表达按照 JJF 1071—2000 技术规范的要求，包含标题、实验室名称和地址、送校单位的名称和地址、校准日期、校准所用测量标准的溯源性及有效性说明、校准环境等方面内容。

9 复校时间间隔

台式气相色谱-质谱联用仪的复校时间间隔由用户自定，建议不超过 2 年，更换重要部件、维修或对仪器性能有怀疑时，应随时校准。