



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1528—2015

JJF 1528—2015

飞行时间质谱仪校准规范

Calibration Specification for Time-of-Flight Mass Spectrometers

中华人民共和国
国家计量技术规范
飞行时间质谱仪校准规范
JJF 1528—2015

国家质量监督检验检疫总局发布

*

中国质检出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

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 1.25 字数 26 千字
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

*

书号: 155026·J-3064 定价 21.00 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



JJF 1528—2015

2015-06-15 发布

2015-09-15 实施

国家质量监督检验检疫总局 发布

在 2 h 之内完成，因此实际校准时的漂移小于 2 h 间仪器的漂移。仪器漂移量记为 δ_D ，其半宽度为 $\delta_D/2$ ，假设均匀分布，则由仪器漂移引入的标准不确定度分量：

$$u_{\delta_D} = \frac{\delta_D}{2\sqrt{3}} = \frac{0.024\ 0}{2\sqrt{3}} = 0.006\ 93\ \text{u}$$

$$c_{\delta_D} = \frac{\partial \Delta M_r}{\partial \delta_D} = \frac{1}{M_S} = \frac{1}{1\ 521.932\ 2} = 0.000\ 657\ \text{u}^{-1}$$

D.6.3 相对分子质量标准物质引入的标准不确定度分量 u_{M_S}

由标准物质引入的不确定度 u_{M_S} 可由标准物质证书提供的扩展不确定度 U_{M_S} 和包含因子 k_{M_S} 根据公式 (D.3) 计算：

$$u_{M_S} = \frac{U_{M_S}}{k_{M_S}} \quad (\text{D.5})$$

式中：

u_{M_S} ——相对分子质量标准物质引入的标准不确定度；

U_{M_S} ——标准物质证书提供的扩展不确定度；

k_{M_S} ——标准物质证书提供的包含因子，通常为 2。

在校准过程中质谱峰的标准值为 $1\ 521.932\ 2\ \text{u} \pm 0.000\ 2\ \text{u}$ ($k=2$)，则由相对分子质量标准物质引入的标准不确定度分量：

$$u_{M_S} = \frac{U_{M_S}}{k_{M_S}} = 0.000\ 1\ \text{u}$$

$$c_{M_S} = \frac{\partial \Delta M_r}{\partial M_S} = -\frac{\overline{M} + \delta_D}{M_S^2} = -\frac{1\ 521.949\ 9 + 0.024\ 0}{1\ 521.932\ 2^2} = -0.000\ 657\ \text{u}^{-1}$$

D.7 合成标准不确定度 u_c

由式 (D.4) 可得：

$$u_c = \sqrt{c_M^2 u_M^2 + c_{\delta_D}^2 u_{\delta_D}^2 + c_{M_S}^2 u_{M_S}^2} = 1.1 \times 10^{-5}$$

D.8 扩展不确定度 U

取 $k=2$ ，则 $U = k \times u_c = 2.2 \times 10^{-5}$

飞行时间质谱仪

校准规范

Calibration Specification for

Time-of-Flight Mass Spectrometers

JJF 1528—2015

归口单位：全国生物计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：广东省计量科学研究院

南京市计量监督检测院

本规范委托全国生物计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

武利庆（中国计量科学研究院）

杨 彬（中国计量科学研究院）

参加起草人：

阳金勇（广东省计量科学研究院）

保志娟（广东省计量科学研究院）

陈鸿飞（南京市计量监督检测院）

$$u_c = \sqrt{c_M^2 u_M^2 + c_{\delta_D}^2 u_{\delta_D}^2 + c_{M_S}^2 u_{M_S}^2} \quad (\text{D.4})$$

D.4 不确定度来源

不确定度来源包括：

- 飞行时间质谱仪测量重复性引入的标准不确定度 $u_{\bar{M}}$ ；
- 飞行时间质谱仪漂移引入的标准不确定度 u_{δ_D} ；
- 相对分子质量标准物质引入的标准不确定度 u_{M_S} 。

下面以一次电喷雾飞行时间质谱仪校准为例具体分析其测量不确定度。在校准中质谱峰质荷比三次测定结果的平均值分别为 1 521.945 1 u、1 521.930 7 u、1 521.973 9 u；该质谱峰的标准值为 1 521.932 2 u ± 0.000 2 u ($k=2$)；2 h 内质荷比测定结果从 1 521.949 9 u 漂移到 1 521.973 9 u。

D.5 标准不确定度一览表

标准不确定度一览表见表 D.1。

表 D.1 飞行时间质谱仪质荷比相对示值误差测量的标准不确定度一览表

标准不确定度分量 $u(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度值 $u(x_i)$	$c_i = \partial f / \partial x_i$	$ c_i \times u(x_i) $
$u_{\bar{M}}$	测量重复性	0.014 8	0.000 657	9.7×10^{-6}
u_{δ_D}	仪器漂移	0.006 93	0.000 657	4.6×10^{-6}
u_{M_S}	相对分子质量 标准物质	0.000 1	-0.000 657	6.6×10^{-8}
$u_c = 1.1 \times 10^{-5}$				

D.6 标准不确定度分量计算

D.6.1 测量重复性引入的标准不确定度分量 $u_{\bar{M}}$

在校准中质谱峰质荷比三次测定结果的平均值分别为 1 521.945 1 u、1 521.930 7 u、1 521.973 9 u，由于测量次数较少，采用极差法评估此次测量的实验标准差 $s(x_i)$ ：

$$s(x_i) = \frac{R}{C} = \frac{0.043 2}{1.69} = 0.025 6 \text{ u}$$

则测量结果平均值的标准不确定度为：

$$u_{\bar{M}} = s(x_i) / \sqrt{n} = 0.025 6 / \sqrt{3} = 0.014 8 \text{ u}$$

$$c_{\bar{M}} = \frac{\partial \Delta M_r}{\partial \bar{M}} = \frac{1}{M_S} = \frac{1}{1 521.932 2} = 0.000 657 \text{ u}^{-1}$$

D.6.2 仪器漂移引入的标准不确定度分量 u_{δ_D}

2 h 内质荷比测定结果从 1 521.949 9 u 漂移到 1 521.973 9 u，一般情况下校准能够