

# ATC016.2 液相色谱-质谱分析技术 考核与培训大纲

CSTM 合格评定 试验人员能力专业委员会 全国分析检测人员能力培训委员会(NTC)

文件编号: ATC016.2/A:2024-1

发布日期: 2024年5月1日

# 1 总则

#### 1.1 目标

了解液相色谱-质谱(LC/MS)联用技术的基本概念及基础理论;熟悉LC/MS 联用仪的结构和工作原理;掌握联用技术的实际操作能力;熟悉LC/MS方法在药 物检验、环境监测、农产品和食品安全、石油化工分析、疾控以及法庭科学等领域 中的应用。

# 1.2 适用范围

本大纲适用于如下结构的联用装置: LC/MS, LC/MS/MS, LC/MS<sup>n</sup>。其中, MS 包括如下类型的质量分析器: 四级杆、离子阱(三维和二维线性离子阱)、飞行时间、轨道阱及回旋共振质量分析器。

#### 1.3 应具备的基础知识和技能

# 1.3.1 通用基础

具备物理学、无机化学、分析化学(包括仪器分析)、有机化学、物理化学以及 物理有机化学的基础知识。

#### 1.3.2 分析测试基本操作

具备实验室一般设备的操作能力; 化学分析实验的基本常识和操作能力; 样品 离线分离技术的基本知识。

1.3.3 数据处理基础知识

具备数据统计的基本处理方法和误差理论的基础知识。

1.3.4 计算机的基础知识

具备计算机的基础知识和常用软件的操作技能。

#### 2 技术要求

# 2.1 ATC 016.2-1 液质联用技术基础与通则

#### 2.1.1 术语及定义

掌握液质联用的技术术语, 了解液质联用分析的若干定义。

- (1) 液质联用的术语
- (2) 液质联用的定性分析
- (3) 液质联用的定量分析

(4) 液质联用分析法中定性检出限、定量检出限、定量精密度、线性范围、质量测定准确度等的定义及确定方法

#### 2.1.2 基本原理

掌握液相色谱不同分离模式的原理; 质谱法不同离子化方式的原理; 不同的离子质量分离的原理。

- (1) 正相与反相的 LC 分离模式
- (2) 正负离子的电喷雾离子化和大气压化学电离
- (3) 质量分离的技术
  - ①四级杆质量分析器
  - ②离子阱质量分析器,包括三维离子阱和线性离子阱
  - ③飞行时间质量分析器
  - 4)轨道阱质量分析器
  - ⑤回旋共振质量分析器

# 2.1.3 试样制备

了解液质联用分析对试样的要求, 掌握试样制备的基本方法

- (1) 溶剂萃取、快速溶剂萃取
- (2) 固相萃取、OuEChERS 法
- (3) 凝胶净化
- (4) 在线试样制备和检测
- 2.1.4 考核方式

书面考核。

# 2.2 ATC 016.2-2 液质联用的仪器设备与操作

2.2.1 LC/MS 仪的基本构成

掌握联用仪器的基本构造、了解各个部件的功能。

- (1) LC 仪器(包括超高效液相色谱仪)
- ①低压与高压梯度的混合
- ②输液系统中过滤装置
- ③色谱柱

- 4进样系统
- ⑤色谱工作站
- (2) MS 仪
- ① 入口系统
- ② 离子化系统
- ③ 质量分析系统
- ④ 检测系统
- ⑤ 质谱工作站
- ⑥ 真空系统
- 2.2.2 LC/MS 仪的性能指标

熟悉液质联用仪的各项性能指标。

- (1) LC 仪性能指标
- ① 泵工作压力范围
- ② 压力脉动
- ③ 流速范围
- ④ 流速精密度
- ⑤ 流速准确度
- ⑥ 梯度组成准确度
- ⑦ 梯度混合精密度
- ⑧ 滞后体积
- ⑨ 自动进样器的进样精度
- ⑩ 自动进样器的样品残留
- (2) MS 仪性能指标
- ① 灵敏度
- ② 分辨率
- ③ 质量范围
- ④ 质量测定准确性
- ⑤ 线性范围
- ⑥ 质量稳定性

#### 2.2.3 仪器的校准与检定

了解仪器校准与检定的规程,期间核查的要求,掌握仪器日常工作时的校核与检查。

# 2.2.4 联用技术

掌握 LC 与 MS 实现联用分析时的基本条件,包括载液或流动相的组成;流动相中的缓冲剂;色谱柱与流速的匹配;色谱柱的温度控制;质谱仪的参数设置,如喷雾气、辅助气流、透镜电极电位、离子源和探头温度等,尤其是锥电压及 APCI 探头温度;正、负离子模式的选择等等。

# 2.2.5 仪器的操作

掌握仪器的常规操作,包括开机、关机,流动相的配制与更换,液相色谱柱的 安装、柱平衡、卸载与保存,质谱仪使用状态、性能的检查和校正、仪器操作条件 的优化,仪器安全操作规范等。

# 2.2.6 仪器维护

掌握仪器日常维护的要求和方法,包括液相色谱仪管路、检测器和质谱仪离子源的清洗,真空泵油的更换以及氮气、空气发生器和液氮罐的正确使用和更换,常见故障的排除和软件的维护等。

#### 2.2.7 考核方式

- (1) 书面考核
- (2) 实际操作考核

#### 2.3. ATC 016.2-3 标准方法与应用技术

掌握 LC/MS 分析方法在相关测试领域中的分析方法(标准)、适用范围、样品处理要求、分析步骤、结果计算,以及操作中应注意的问题。

# 2.3.1 ATC 016.2-3-1 药物检验中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术

#### (1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在药物检验中的基本要求,掌握药物检验领域的相关知识和相关术语。

#### (2) 样品处理

掌握在药物检验领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

# (3) 分析方法

掌握 LC/MS 分析方法在药物检验领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

# 2.3.2 ATC 016.2-3-2 环境监测中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术

(1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在环境监测中的基本要求,掌握环境监测领域的相关知识和相关术语。

(2) 样品处理

掌握在环境监测领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

(3) 分析方法

掌握LC/MS分析方法在环境监测领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

# 2.3.3 ATC 016.2-3-3 农产品和食品安全分析中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术

(1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在农产品和食品安全分析中的基本要求,掌握农产品和食品安全分析领域的相关知识和相关术语。

(2) 样品处理

掌握在农产品和食品安全分析领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

(3) 分析方法

掌握 LC/MS 分析方法在农产品和食品安全分析领域的适用范围、使用要求、 具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

- 2.3.4 ATC 016.2-3-4 石油和化工产品分析中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术
  - (1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在石油和化工分析中的基本要求,掌握石油和化工分析 领域的相关知识和相关术语。

#### (2) 样品处理

掌握在石油和化工分析领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

# (3) 分析方法

掌握 LC/MS 分析方法在石油和化工分析领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

# 2.3.5 ATC 016.2-3-5 疾控检验中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术

# (1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在疾控检验中的基本要求,掌握疾控检验领域的相关知识和相关术语。

#### (2) 样品处理

掌握在疾控检验领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

# (3) 分析方法

掌握LC/MS分析方法在疾控检验领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

#### 2.3.6 ATC 016.2-3-6 法庭科学检验中 LC/MS 的分析方法(标准)与应用技术

# (1) 基本要求及术语

了解LC/MS分析技术在法庭科学检验中的基本要求,掌握法庭科学检验领域的相关知识和相关术语。

# (2) 样品处理

掌握在法庭科学检验领域中样品处理的过程和方法、所需的试剂及仪器设备、注意事项。

#### (3) 分析方法

掌握 LC/MS 分析方法在法庭科学检验领域的适用范围、使用要求、具体分析步骤、结果计算、操作中应注意的问题。

# 2.3.7 考核方式

- (1) 书面考核
- (2) 实际操作考核

# 2.4 ATC 016.2-4 分析结果和数据处理

- 2.4.1 LC/MS 测定结果的数据处理及计算方法
- 2.4.2 LC/MS 测定结果的准确度和精密度表述
- 2.4.3 方法误差、测定结果的不确定度评定

掌握不确定度定义、分类及表示方法,了解LC/MS分析方法测量结果不确定度的评定。

2.4.4 考核方式

书面考核。

# 3 考核实施说明

- 3.1 考核试题范围为本大纲规定的所有内容
- 3.2 考核包括书面考核和实际操作考核两部分
- 3.3 书面考核
- 3.3.1 书面考核内容
  - (1) 技术基础:
  - (2) 仪器设备与操作;
  - (3) 方法(标准)与应用:
  - (4) 分析结果的数据处理。
- 3.3.2 书面考核试题类型

书面考核试题的类型包括选择题、判断题、填空题、问答题和计算题。

- 3.3.3 书面考核为开卷考试。
- 3.3.4 书面考核总分100分制,85分为及格分数。

#### 3.4 实际操作考核

- 3.4.1 实际操作考核包括仪器设备实际操作考核和实际样品考核两部分。
- 3.4.2 仪器设备实际操作考核

- (1) 仪器设备实际操作考核由考核教师根据相关细则考核评定:
- (2) 仪器设备实际操作考核评分等级:通过,不通过。
- 3.4.3 实际样品考核

实际样品考核采取盲样测试考核或利用能力验证结果的办法。

- (1) 盲样测试考核的样品由考核中心发放:
- (2) 考生在实验室独立测试, 填写完整的原始记录和报告单, 报出结果;
- (3) 实际样品考核成绩的等级:通过,不通过。
- 1) 考核的样品如为有指定值的样品,将报出结果与指定值比较,按相关标准要求判定;
- 2) 其他样品由考核教师根据相关标准/规定要求判定。
- 3.4.4 实际操作考核的综合成绩由考核教师根据仪器设备实际操作考核和实际样 品考核综合判定: 两项均通过的为通过, 其中任何一项未通过则为不通过。
- 3.5 书面考核和实际操作考核两项均通过者为考核合格,其中任何一项未通过 的,需再次参加考核。
- 3.6 所有考生应遵守《检测人员考核管理程序》中规定的《考场规则》,违反者将 取消考核资格和成绩。