



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 2109—2024

标准物质定值技术要求 有机同位素稀释质谱法

Technical Requirements for Reference Material Characterization—
Organic Isotope Dilution Mass Spectrometry

2024-02-07 发布

2024-08-07 实施

国家市场监督管理总局 发布

标准物质定值技术要求
有机同位素稀释质谱法

Technical Requirements Reference Material

Characterization—Organic Isotope Dilution Mass Spectrometry

JJF 2109—2024

归口单位：全国标准物质计量技术委员会

起草单位：中国计量科学研究院

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所

本规范委托全国标准物质计量技术委员会负责解释

本规范起草人：

张庆合（中国计量科学研究院）

李秀琴（中国计量科学研究院）

李晓敏（中国计量科学研究院）

周剑（中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所）

目 录

引言	(III)
1 范围	(1)
2 规范性引用文件	(1)
3 术语和定义	(1)
4 方法原理	(1)
5 同位素标记物的选择	(2)
5.1 标记元素类型与位置	(2)
5.2 标记原子数量	(2)
5.3 化学纯度和同位素分布	(2)
5.4 质谱定量离子	(2)
6 同位素标记物的添加	(2)
6.1 添加量	(2)
6.2 混匀平衡	(3)
7 分离与检测	(3)
7.1 联用仪器要求	(3)
7.2 分离要求	(3)
7.3 检测要求	(3)
8 校准方法	(3)
8.1 校准曲线法	(3)
8.2 括弧法（双点校准法）	(4)
8.3 单点校准法	(4)
8.4 标准加入法	(5)
9 方法确认与质量控制	(5)
9.1 方法确认	(5)
9.2 空白测量	(6)
9.3 基质效应	(6)
9.4 方法可靠性评价	(6)
10 计量溯源性说明	(6)
11 标准物质定值要求	(6)
11.1 一家实验室定值	(6)
11.2 其他定值模式	(6)
12 不确定度评定及表述	(7)

附录 A	基质效应评估方法	(8)
附录 B	不同校准方法测量结果的不确定度分量	(10)
附录 C	有机同位素稀释质谱法应用示例——“猪肉粉中克伦特罗”有证标准物质 (GBW10135) 的定值	(12)

引 言

同位素稀释质谱法被国际物质的量咨询委员会（CCQM）认定为潜在基准测量方法，适用于复杂基体中化学成分量的高准确度测量和标准物质定值。

本规范规定了有机同位素稀释质谱法用于标准物质定值时，稳定同位素标记有机化合物的选择与添加、分离与检测、定量校准、方法确认与质量控制等方面的要求，用于规范有机同位素稀释质谱法在标准物质定值中的应用。

本规范为首次发布。

标准物质定值技术要求

有机同位素稀释质谱法

1 范围

本规范规定了有机同位素稀释质谱法作为标准物质定值方法的技术要求，适用于指导基体标准物质的定值，也可以为其他标准物质的定值提供参考。

2 规范性引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001 通用计量术语及定义

JJF 1005 标准物质通用术语和定义

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJF 1343 标准物质定值的通用原则及统计学原理

JJF 1507 标准物质的选择与应用

JJF 1855 纯度标准物质定值计量技术规范 有机物纯度标准物质

GB/T 32465 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求

GB/T 35655 化学分析方法验证确认和内部质量控制实施指南 色谱分析

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和定义

JJF 1001、JJF 1005 界定的及以下术语和定义适用于本规范。

3.1 同位素标记有机化合物 isotope labeled organic compound

分子中一种或几种原子被稳定同位素取代的有机化合物。

注：标记的同位素原子通常为²H (D)、¹³C、¹⁵N、¹⁷O、¹⁸O、³³S、³⁴S、³⁷Cl、⁸¹Br 等。

3.2 有机同位素稀释质谱法 organic isotope dilution mass spectrometry

在样品中加入已知量的被测化合物的同位素标记有机化合物，混合均匀达到平衡，用质谱测量样品溶液和校准溶液中被测化合物与同位素标记有机化合物的响应比值，由此计算被测化合物含量的方法。

4 方法原理

将已知量的同位素标记有机化合物（以下简称“同位素标记物”）加入到待测样品中，充分混合平衡，经必要的前处理和色谱分离后，测量样品溶液中被测化合物和同位素标记物的质谱响应（峰面积或峰高）；同时测量校准溶液中被测化合物和同位素标记物的质谱响应，根据二者质谱响应比值、校准溶液中浓度比值和样品中所加入同位素标记物的质量，计算得到样品中被测化合物含量。