

实验室检测仪器设备维护保养指南

地方标准信息服务平台

2016-05-18 发布

2016-10-01 实施

目 次

| | |
|----------------------------------|-----|
| 前 言 | II |
| 引 言 | III |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 一般要求 | 1 |
| 5 实验室检测仪器及设备维护保养技术内容识别 | 2 |
| 6 作业指导书编制 | 2 |
| 7 维护操作 | 2 |
| 附录A（资料性附录） 气相色谱——质谱联用仪维护保养 | 4 |
| 参考文献 | 8 |

地方标准信息服务平台

前 言

本标准 of 质量管理和技术运作类标准，建议实验室将本标准与下列质量管理和技术运作系列标准结合起来使用。

实验室安全管理指南
实验室人力资源管理指南
实验室设施和环境条件监测指南
实验室服务和供应品采购管理指南
实验室检测仪器设备维护保养指南
实验室检测仪器设备和标准物质期间核查指南
实验室样品记录及检测记录管理指南
组织实验室间比对指南
实验室通风柜使用指南
化学分析实验室测量不确定度运用指南
化学分析实验室标准物质及标准溶液管理指南
化学分析实验室安全标志使用指南
化学分析实验室废弃物处置指南
化学分析实验室有效数字运用指南
本标准附录A为资料性附录。

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则进行起草。

本标准由四川省产品质量监督检验检疫院提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准由四川省产品质量监督检验检疫院负责解释。

四川省产品质量监督检验检疫院，四川省食品药品检验检测院，四川省质量技术监督审查评价中心，成都产品质量检验研究院有限责任公司

本标准主要起草人：郑卫东，文永勤，胡丹，钟红霞，郑海峰、贺亚玲，黄泽伟，李澍才

引 言

GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》、国家认证认可监督管理委员会（CNCA）发布的《检验检测机构资质认定评审准则》和其他有关准则、规范中都对实验室仪器设备维护保养做出了要求。为帮助实验室在仪器设备维护保养方面满足上述标准的要求，本标准提出了实验室仪器设备维护保养指南，旨在为实验室提供管理的科学路径，以满足相关要求。

通常情况下，实验室检测仪器设备维护保养的内容很广泛，针对仪器设备管理的每一项操作可能都是维护保养的内容，或者与维护保养有关，哪怕是简单的清洁卫生，对于某些仪器设备都可能是很重要的维护保养工作。但是，由于工作量的限制，实验室不可能把所有的维护保养工作都纳入管理中。所以实验室首先需要对应纳入维护保养管理的仪器设备进行识别，针对这些设备制定维护清单，指定有能力的人员实施具体的维护保养工作，必要时编制作业指导书，要求维护保养人员按照作业指导书的要求进行维护保养，并做好记录。

本标准的目的在于帮助实验室识别应纳入维护保养管理的仪器设备，从而建立仪器设备维护保养管理清单，针对每一台仪器设备，确定维护保养的项目和方法，编制作业指导书，以及实施维护保养工作提供指南。

本标准主要由术语和定义、一般要求、实验室检测仪器及设备维护保养技术内容识别、作业指导书编制、维护保养操作构成。

地方标准信息服务平台

实验室检测仪器设备维护保养指南

1 范围

本标准提出了实验室检测仪器及设备维护保养指南。

本标准适用于实验室检测仪器及设备维护保养，并满足GB/T 27025《检测和校准实验室能力的通用要求》（idt ISO/IEC 17025）、国家认证认可监督管理委员会《检验检测机构资质认定评审准则》的要求。

2 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 27025-2008 检测和校准实验室能力的通用要求

国家认证认可监督管理委员会《检验检测机构资质认定评审准则》（2015版）

3 术语和定义

GB/T 19000 界定的和下列术语及定义适用于本标准。

3.1

测量仪器 measuring instrument

单独或与一个或多个辅助设备组合，用于进行测量的装置。

注1：一台可单独使用的测量仪器是一个测量系统。

注2：测量仪器可以是指示式测量仪器，也可以是实物量具。

注3：参见 JJF1001 通用计量术语及定义 6.1。

3.2

测量设备 measuring equipment

为实现测量过程所需的测量仪器、软件、测量标准、标准物质、辅助设备或其组合。

注：参见 JJF1001 通用计量术语及定义 6.6。

3.3

仪器设备维护保养 instrument&equipment maintenance

通过擦拭、清扫、润滑、检查、调整等方法对仪器设备进行护理，以维持和保护仪器设备的性能和技术状况。

4 一般要求

- 4.1 实验室检测仪器及设备维护保养应满足 GB/T 27025 中 5.5.6 和国家认证认可监督管理委员会《检验检测机构资质认定评审准则》中 4.4.1 的要求；
- 4.2 实验室检测仪器及设备维护保养应满足政府法律法规及行业管理部门的特殊要求。
- 4.3 实验室检测仪器及设备维护保养应满足仪器设备操作或使用说明书对仪器设备维护保养的要求。

5 实验室检测仪器及设备维护保养技术内容识别

- 5.1 实验室应正确进行两方面识别，一是应纳入技术管理的检测仪器及设备，二是这些检测仪器及设备维护保养的技术内容；
- 5.2 如果实验室不能独立完成 5.1 中识别的要求，应与销售商或提供维修、维护服务的供应商一道完成识别；
- 5.3 应根据识别的结果，建立检测仪器及设备维护保养清单。其内容至少包括：
 - 名称及编号、放置地点；
 - 维护人；
 - 维护作业指导书名称及文件编号。
- 5.4 检测仪器及设备的维护包含定期维护和不定期维护。

6 作业指导书编制

- 6.1 通常，实验室应编制检测仪器设备维护保养作业指导书。此项工作应授权有资格的人员执行。
- 6.2 编制作业指导书的人员应为经过专门的使用、维护培训合格，具备该检测仪器及设备使用、维护能力的人员。
- 6.3 编制人员编制作业指导书，以及使用中修改作业指导书，均可寻求提供维修、维护服务的供应商的技术支持。
- 6.4 检测仪器设备维护保养作业指导书内容要充分参考仪器设备使用说明书中的内容，作业指导书至少包含以下内容：
 - 目的；
 - 适用范围；
 - 职责；
 - 引用的技术文件（必要时）；
 - 使用的工具、药品和其他材料；
 - 维护内容概述；
 - 每项维护的具体要求和技术路线，以及属于定期维护还是不定期维护；
 - 维护后验证的要求；
 - 其他有关事项；
 - 维护记录表格。
- 6.5 编制的作业指导书经审批发布后使用，并按照实验室文件控制要求管理作业指导书。

7 维护操作

- 7.1 由获得授权的人员，按照正式发布的作业指导书实施维护操作；
- 7.2 如果是首次实施维护，应在有经验的人员指导下进行；

- 7.3 维护的任何时候遇到操作上的困难，应寻求相关帮助；
- 7.4 维护结束后做好相关记录；
- 7.5 如果作业指导书有对维护后的检测仪器及设备进行验证的要求，应按要求实施验证。

地方标准信息服务平台

附录 A
(资料性附录)
气相色谱——质谱联用仪维护保养

A.1 目的

确保本实验室正确维护保养气相色谱—质谱联用仪（简称GC-MS，以下均使用简称）。

A.2 适用范围

适用于本实验室的GC-MS维护保养。

A.3 职责

A.3.1 获得GC-MS使用或管理维护授权的检测人员负责按本作业指导书的要求，实施GC-MS的维护保养，并做好记录。

A.3.2 每年年底，管理和维护人员负责将维护保养记录交相关部门存档。

A.4 维护保养程序

A.4.1 更换载气及过滤器（捕集阱）

在钢瓶气压表压力低于2 MPa时更换气瓶，根据仪器使用情况（一般使用了3~4瓶氦气）应更换过滤器（捕集阱）。

A.4.2 气路系统检漏

定期检查气路系统，观察从钢瓶总阀开始到离子源的每一个接头和结合部位，注意是否有泄漏点。

A.4.2.1 GC部分检漏方法及程序

- a) 主管线检漏。采用主管线通气加压来进行，打开气体钢瓶总阀门，调整分压表至一定的压力，给气体管线通气加压，关闭气相色谱仪进气口的阀门，切断气相色谱仪进气，关闭钢瓶总阀，观察分压表的压力指针变动，如果管线漏气，过一段时间后分压表压力会有明显的下降。
- b) 若需更换气体钢瓶，必须对钢瓶总阀开关分压表前后接点以及可能松动的接点用皂液检漏，确保气体钢瓶和气体管线没有漏气。
- c) 使用皂液检漏法检漏时，色谱柱不能连接离子源接头，确保不会污染或损坏离子源。
- d) 接头部分可使用皂液检漏法对GC部分检漏。从气体钢瓶开始，经过过滤器（捕集阱）到进样口，在各个接头的部位均涂上皂液，观察是否出现气泡，如出现气泡说明接头处有漏气。
- e) 进样口检漏。进样口漏气主要是由于进样针反复扎入密封隔垫引起密封隔垫漏气。一般在新更换进样口密封隔垫时，进样口的螺帽不用上得太紧，手稍用力即可，不可用扳手上劲，观察仪器面板上的进样口压力显示，设置的压力和实时显示的压力相同则不漏气；如果实时显示的压力低于设置的压力，就要再紧固一下进样口的螺帽，直到两个压力一致。

- f) 色谱柱检漏。色谱柱漏气分两部分，一是色谱柱两端，在样品检测中柱箱的温度反复的升降可能会引起色谱柱两端的螺帽松动，从而引起漏气，因而在使用一段时间后要适当地紧固色谱柱两端的螺帽。当然，也不能上得太紧，否则可能压碎用来密封的石墨圈或者引起色谱柱头部裂缝反而造成漏气。一般用手拧紧后，再用扳手紧四分之一圈即可；二是由于保管或使用毛细管色谱柱不善而引起柱子损坏。因此，在色谱柱接质谱前先打开色谱仪，把柱子末端插入盛有溶剂的小烧杯，观察是否有气泡溢出，确保柱子中间无断裂。
- g) 丙酮涂抹法检漏。用适量的丙酮涂抹载气管接头、隔垫定位螺母、柱螺母等位置，每次一个位置，按照离 MS 部分由近及远的原则安排涂抹先后顺序，在适当的时间后，观察数据系统中的峰图，若 m/z 58 和 m/z 43 处出现一个陡峭的、显著的攀升，说明在刚刚涂抹丙酮的位置存在空气泄漏。

A. 4. 2. 2 MS部分检漏

A. 4. 2. 2. 1 真空系统漏气，意味着系统外部的的气体通过密封不当的部位进入系统里面，这和气相色谱系统漏气正好相反，MS系统是负压系统，不能用皂液检漏。最直接的方式就是观察真空指示是否达到需要的压强，或者借助一些经验的方法来判断。以下是几种经验判断方法，可根据具体情况采用。

- a) 低真空系统存在大漏气时，会发出水泡的咕嘟声等；
- b) 按空气峰的比例判断高真空系统是否漏气。以调谐报告为例，如果氮气峰 m/z 28 和全氟三丁胺的 m/z 69 的强度相比， m/z 28 峰强度在 m/z 69 的 5%~10% 以下，为不漏气，否则视为漏气，应停机检查。
- c) 在仪器达到稳定状态后，一般情况下当柱流速为 1 mL/min 时，前极压力 (fore pressure) 应小于 50 mTorr，离子规压力 (ion gauge pressure) 小于 7×10^{-6} Torr，如果压力过大，则可能有泄漏。
- d) 在检查空气-水峰时，分析 m/z 28、 m/z 32 和 m/z 18 峰，如果 m/z 28 与 m/z 32 的丰度比为 4:1，其丰度远大于 m/z 18，则可能有泄漏。
- e) 通过简单的接头试验，观察总离子流图的基线变化来查漏。用棉签沾取少量丙酮，在可能发生漏气的位置（如气相色谱与质谱接头）涂抹丙酮，每次选择一个位置（最先选择的位置是最近打开过的密封装置，因为这些位置是最可能漏气的地方），涂抹完一个位置后，观察工作站即时显示的基线变化加以判断是否漏气，如果漏气，则会出现一个丙酮的峰。
- f) 判断泄漏是在 GC 中还是 MS 中的方法。可以先观察空气/水的背景图谱，然后将气质联用仪所有加热区冷却后，取下色谱柱与 GC 进样口连接的一端，用一个废隔垫堵住色谱柱端口，等待一定时间，观察空气/水的背景图谱，如果二者基本相同，则泄漏存在于 MS 端；如果结果显著不同，泄漏存在于 GC 部分
- g) 低真空系统存在大漏气时，会发出水泡的咕嘟声等；
- h) 按空气峰的比例判断高真空系统是否漏气。以调谐报告为例，如果氮气峰 m/z 28 和全氟三丁胺的 m/z 69 的强度相比， m/z 28 峰强度在 m/z 69 的 5%~10% 以下，为不漏气，否则视为漏气，应停机检查。
- i) 在仪器达到稳定状态后，一般情况下当柱流速为 1 mL/min 时，前极压力 (fore pressure) 应小于 50 mTorr，离子规压力 (ion gauge pressure) 小于 7×10^{-6} Torr，如果压力过大，则可能有泄漏。
- j) 在检查空气-水峰时，分析 m/z 28、 m/z 32 和 m/z 18 峰，如果 m/z 28 与 m/z 32 的丰度比为 4:1，其丰度远大于 m/z 18，则可能有泄漏。
- k) 通过简单的接头试验，观察总离子流图的基线变化来查漏。用棉签沾取少量丙酮，在可能发生漏气的位置（如气相色谱与质谱接头）涂抹丙酮，每次选择一个位置（最先选择的位置是最近打开过的密封装置，因为这些位置是最可能漏气的地方），涂抹完一个位置后，观察工作站即时显示的基线变化加以判断是否漏气，如果漏气，则会出现一个丙酮的峰。

- 1) 判断泄漏是在 GC 中还是 MS 中的方法。可以先观察空气/水的背景图谱,然后将气质联用仪所有加热区冷却后,取下色谱柱与 GC 进样口连接的一端,用一个废隔垫堵住色谱柱端口,等待一定时间,观察空气/水的背景图谱,如果二者基本相同,则泄漏存在于 MS 端;如果结果显著不同,泄漏存在于 GC 部分。

A. 4. 2. 2. 2 检查应从GC-MS接口处查起,正常使用中漏气多是一些经常拆卸的接头密封垫圈(片)安装不当破损和老化造成的,或者是在安装的过程中接头处夹杂了异物,如进样口密封垫、玻璃衬管密封圈、毛细管色谱柱两头接口的石墨密封圈、离子源侧板密封圈等等。通过检查,确认问题所在,采取适当的措施,例如更换密封件,正确安装和使用。

A. 4. 3 GC-MS真空系统维护保养

为保证离子源中灯丝正常工作,保证离子在离子源中有足够的平均自由程,减少背景干扰与记忆效应,延长灯丝倍增器的寿命,增加灵敏度,质谱仪的真空系统应达到高真空(优于 10^{-5} mbar)状态,以满足离子源和分析器的工作要求。

A. 4. 3. 1 机械泵系统的维护

要经常观察机械泵油面和油色,保证油面在安全工作范围内。定期打开气镇阀排除抽出的蒸汽而不致污染油质,油色变黄时要及时更换泵油,并定期更换机械泵吸附阱的吸附剂等等。

A. 4. 3. 2 高真空系统的维护

高真空系统常见故障主要是真空室压力高,达不到正常工作需要的真空条件,原因多数是漏气、系统污染、脱气或载气流量太大。常见漏气的部位有两处,一是放空阀没有关闭,一是高真空仓侧面板结合不好。这种漏气主要是因为离子源打开清洗后操作不仔细造成的。因此,在每次清洗离子源安装完成开机前,一定要仔细检查离子源侧面板密封圈以及结合板,防止夹杂异物,并确保放空阀处于关闭状态,如果放空阀未关闭,则会在很短时间内污染离子源,并造成分子涡轮泵损坏。

A. 4. 4 进样系统维护

A. 4. 4. 1 进样隔垫,进样垫最常用的是红色和灰绿色的,红色是耐高温进样垫,灰绿色是低流失进样垫。更换进样隔垫时先将柱温降至 50°C 以下,关掉进样口温度和流量。隔垫更换时,注意进样口螺帽不要拧得太紧,否则橡胶失去弹性,针扎下去会造成打孔效应,缩短进样垫使用寿命。最上面的螺帽最好拧紧后,再松半圈。隔垫更换后做漏气检测“leak check”,确保“leak check passed”。一般自动进样约100针后即应更换进样垫,手动进样还要少一些。

A. 4. 4. 2 衬管,衬管应视进样口类型、样品量、进样模式等因素来选用。尤其是分流不分流衬管,注意不要混用。另外,衬管的洁净度直接影响到仪器的检测结果,应注意对衬管的清洁检查,更换下来的衬管用无水甲醇或丙酮超声清洗,惰性化处理后再继续使用。

A. 4. 5 仪器调谐

仪器一般在开机或质量轴发生偏离后,需要进行调谐,可启动自动调谐程序,每一项测试都应该通过Passed,如果未能通过测试,可查看详细信息,并查找原因。

A. 4. 6 清洗离子源

A. 4. 6. 1 一般要求

仪器在连续使用一段时期后,离子源会因为各种污染而不再洁净,因此当调谐报告显示EM电压过高时就要考虑清洗离子源。离子源清洗流程如下:

放空 → 拆下离子源 → 打磨金属部件 → 分析纯无水乙醇超声清洗 → 色谱纯甲醇超声清洗
→ 低温烘干 → 组装 → 开机前检查 → 抽真空

清洗钱般一般要求如下：

- a) 涉及化学试剂的操作，应遵守所在实验室安全要求；
- b) 使用的水为超纯水，所有的试剂应为农残或 HPLC 级，玻璃容器必须是洁净无污染的，锡纸应经过溶剂洗涤的或火焰处理，清洗过程中需要进行必要的更换；
- c) 手套应为无纤维附着的干净手套，使用的工具应干净无污染；
- d) 开始清洗之前应准备好消耗品，例如灯丝、推斥极陶瓷片等；
- e) 如果是第一次清洗离子源，或者对清洗工作不熟悉，应认真阅读设备供应商提供的说明书或影像资料，必要时应请仪器供应商的维护工程师指导；
- f) 开始工作前，准备好记录纸笔或照相设备，记录拆卸过程和拆卸前的状态，确保清洗完毕后能正确安装。

A. 4. 6. 2 离子源各部件拆卸

按照仪器供应商提供的说明书和所附的影像资料拆卸离子源。所有陶瓷片、入口和离子聚焦镜绝缘体、离子加热块、螺母和灯丝都应该放置在一张干净的锡纸上，避免与任何溶剂接触。将金属元件分离开来有助于更加容易地清洗离子源。

A. 4. 6. 3 清洗程序

- a) 向少量超细氧化铝粉中加入去离子水，将超细氧化铝粉调成均匀而浓稠的浆状。
 - b) 用棉签将少量的超细氧化铝粉浆状物涂在金属组件表面。摩擦去除表层附着材料后，可获得光洁的金属表面。清洗 EI 和 CI 离子源源体时，清洗灯丝孔也很重要。使用木质的牙签将超细氧化铝粉浆状物涂在孔中，在离子源清洗程序结束之前再将灯丝孔中的超细氧化铝粉浆状物清除掉。最容易受污染的部件有离子源源体、推斥极和拉出极透镜。清洗这些部件时需要格外小心。
 - c) 在摩擦打磨的时候特别要注意离子轨道内各部分，可借用放大镜观察，如果看到蓝光，则该部分没有打磨干净；
 - d) 打磨完毕后，用超纯水冲洗所有部件，尽可能将超细氧化铝粉清除干净，其后仔细检查部件的凹陷部分有无超细氧化铝粉残存
 - e) 如果有严重污染的离子源金属部件，可在打磨前可先用丙酮超声清洗；
 - f) 将冲洗后的部件全部放在烧杯中，加入超纯水浸没所有部件，超声清洗 5 分钟；
 - g) 用金属镊子将部件从 f) 烧杯中取出，浸入一个装有甲醇的烧杯中，超声清洗 5 分钟；
 - h) 用金属镊子将部件从 g) 烧杯中取出，浸入一个装有丙酮的烧杯中，超声清洗 5 分钟；
 - i) 用金属镊子将部件从 h) 烧杯中取出，浸入一个装有正己烷的烧杯中，超声清洗 5 分钟；
- 用金属镊子将部件从 i) 烧杯中取出，放在干净的锡纸上。

A. 4. 7 离子源清洗后按装及检查

A. 4. 7. 1 离子源清洗后，立即按照说明书认真组装各个部件，安装回质谱仪。检查灯丝及推斥极上的陶瓷片，确保无破损及裂痕

A. 4. 7. 2 离子源组装完成后，在关闭真空仓侧板前要仔细检查侧板结合面是否夹杂异物，以避免仪器运行过程的微漏气。开机之前必须确认放空阀关闭，避免仪器启动后很短时间内污染离子源并损坏分子涡轮泵，造成不必要的损失。

A. 4. 7. 3 离子源只有在达到一定的真空度后才能开始升温。

参 考 文 献

- [1] 邹红, 四极杆气相色谱—质谱联用仪的管理与维护, 实验室科学, Vol. 15 No. 5, Oct. 2012
 - [2] 质谱仪电子轰击离子源与化学电离源的清洗和安装, 技术概述, 安捷伦科技有限公司
 - [3] 于雅琴等, 气相色谱-质谱联用仪的维护及保养, 分析试验室, Vol. 27. Suppl, 2008-12
-

地方标准信息服务平台

地方标准信息服务平台