

MV_RR_CNJ_0021 分析型气相色谱方法通则

1. 分析型气相色谱方法通则的说明

编号	JY/T 021—1996
名称	(中文) 分析型气相色谱方法通则 (英文) General rules for analytical gas chromatography
归口单位	国家教育委员会
起草单位	国家教育委员会
主要起草人	王彦中 张文彬
批准日期	1997 年 1 月 22 日
实施日期	1997 年 4 月 1 日
替代规程号	无
适用范围	本通则规定了气相色谱法对气相色谱仪器的基本要求和常规分析方法。本通则适用于挥发性和经过化学、物理处理后可挥发的有机物与无机物的分离分析。
主要技术要求	1.定义 2.方法原理 3.试剂和材料 4.仪器 5.样品 6.分析步骤 7.分析结果的表述
是否分级	无
检定周期(年)	
附录数目	无
出版单位	科学技术文献出版社
检定用标准物质	
相关技术文件	
备注	

2. 分析型气相色谱方法通则的摘要

本通则规定了气相色谱法对气相色谱仪器的基本要求和常规分析方法。本通则适用于挥发性和经过化学、物理处理后可挥发的有机物与无机物的分离分析。

3 定义

参见 GB9722-88。

4 方法原理

气相色谱法是以气体为流动相的色谱法。样品及其被测组分被汽化后，由载气带入色谱柱中，利用被测各组分在色谱柱中的气相和固定相的溶解、解析、吸附、脱附或其它亲和作用性能的差别，在柱内形成组分迁移速度的差别而相互分离，再经过检测器检出，得到色谱图。根据各组分的保留时间和响应值进行定性、定量分析。

5 试剂和材料

5.1 标准样品

标准样品主体含量不低于 99.9%。

5.2 载气

载气通常用氮气、氢气或氦气，其纯度不低于 99.9%。

5.3 空气

空气源应不含有腐蚀性杂质，和其它有碍气相色谱分析的气体，进入仪器气路前应脱油、脱水。

6 仪器

6.1 整机稳定性

6.1.1 测定条件

色谱柱：5%OV—101，80 目~100 目白色硅烷化载体(或性能相似载体)。柱内径 2mm~3mm，长 2m 的不锈钢柱或玻璃柱。或毛细管色谱柱：OV101，长 25m，内径 0.25mm。

载气：氢气(用于 TCD)或氮气(用于 FID)

6.1.2 基线噪声和漂移的测定

柱温 80℃、载气流量、TCD 桥流和温度适当选择，仪器的灵敏范围(或衰减)置最灵敏档。待仪器运行稳定后，测量基线噪声和漂移值。

6.2 整机灵敏度

6.2.1 用TCD仪器的灵敏度

6.2.2 用FID仪器的灵敏度

6.3 整机重复性

用苯为试样，试验条件同 5.1。仪器连续运转 8h 内，相同进样量时，得到色谱峰的保留时间和峰面积值的相对标准偏差不大于 5%。

7 样品

8 分析步骤

8.1 测试条件的选择

8.1.1 色谱仪主机

1) 温度(柱箱、汽化室、检测室)、程序升温、程序设定。

2) 检测器类型、检测器灵敏范围或信号衰减等。

8.1.2 载气

种类、纯度和流速

8.1.3 色谱柱选择

1) 填充柱：柱材质、柱长及内径。填充物(包括吸附剂、多孔高聚物等活性固定相，载体涂渍固定液的固定相)、固定相中固定液与载体质量配比。

2) 毛细管柱：柱材质、固定液、柱类型、柱长及内径。

8.1.4 数据处理和记录系统

1) 记录仪：纸速、噪声水平、衰减、定量方法。

2) 数据处理系统：纸速、噪声水平、衰减、时间程序、定量方法、谱图报告格式等。

8.1.5 色谱峰参数

色谱峰参数主要有分离度 R 、不对称因子 f 、板高 H 和有效板高 H_{eff} 、相对保留值 $r_{i,s}$ 等均按 GB9722-88 进行计算选择。

8.1.6 进样量

浓度应控制在检测器响应线性范围内，进样量不能超过色谱柱的荷载量。使用毛细管柱要确定不分流进样或分流进样的分流比。

8.2 气相色谱柱

8.2.1 气液色谱填充柱固定液涂渍方法

8.2.2 填充柱装柱方法

8.2.3 毛细管柱涂布方法(WCOT柱)

静态法要点：使溶于低沸点溶剂中的固定液稀溶液(3mg/ml~10mg/ml)充满柱管，再将柱一端封死，将柱置于真空并控温，使柱内溶剂缓慢蒸发除尽。

动态法要点：使溶于低沸点溶剂中的固定液浓溶液(如 10%)吸入毛细管柱。在氮气压力下驱使液柱以恒定速度通过全柱。完成涂布后，再通氮气除去残留溶剂。

8.2.4 色谱柱的老化

8.3 载气流量的设定和测定

有气体流量显示装置(转子流量计或电子数字流量计)可直接设定流量，无此装置的仪器，用 TCD 检测器时，可用皂沫流量计接载气出口处测流量(ml/min)。用 FID 检测器时，

载气流速以平均线速度 \bar{v} 表示：

$$\bar{v} = \frac{L}{t_M} \quad (3)$$

式中 \bar{v} ——平均线速度，cm/s

L ——色谱柱长度，cm

t_M ——死时间，s

8.4 开机

8.4.1 气流：将载气流量调节至所需值。需用氢燃烧的检测器，调节氢气、空气流量后点火，并检查燃烧情况。

8.4.2 电源：开通电源，设定柱箱、汽化室、检测室温度。程序升温时，设定温度程序。

8.4.3 调节设定检测器灵敏度、信号衰减等。

8.4.4 开通数据处理系统或记录系统，设定有关参数(包括纸速、衰减、噪声水平、图谱和数值打印报告格式等)、设定时间程序和定量方法。

8.4.5 仪器达到设定状态后，由微机显示屏或记录仪确认基线稳定后再进样。

8.4.6 进样：进样量由样品浓度、仪器灵敏度和柱容量等因素综合后确定。

9 分析结果表述

9.1 定性方法

9.1.1 设置电离化检测器(EID)的质量色谱(GC-MSD)，或与其它光谱(如红外，核磁)联机的，由仪器的色谱工作站的谱图数据库中的标准图定性。

9.1.2 一般气相色谱仪，根据化合物保留时间，由标准样品对照定性。

9.2 定量方法

9.2.1 人工测量、计算 按GB9722—88所列方法进行。

9.2.2 色谱数据处理计算机系统

1) 使用该系统前应熟悉操作系统软件，掌握操作方法。

2) 用校正归一化法、外标法、内标法定量时，需先配置标准溶液，并按数据处理系统要求输入标准物质的有关数据，求出校正因子。

3) 计算机通过内存软件根据样品的色谱图进行定量计算。

9.2.3 精密度

定量测定的精密度以多次色谱测定值的相对标准偏差 RSD%表示。

同一样品平行测定不少于 5 次，取置信度 95%，进行数据处理，计算平均值 \bar{X} ，标准偏差 SD 和相对标准偏差 RSD%。

平均值按(4)式计算：

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n} \quad (4)$$

式中 \bar{X} ——样品分析结果的平均值

$\sum X_i$ ——各次分析结果的代数和

n ——分析次数， $n=1, 2, 3, \dots, n$

标准偏差 SD 按(5)式计算：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (5)$$

式中 SD ——标准偏差

X_i ——单次分析数值

\bar{X} , n ——与(4)式相同

相对标准偏差 RSD%按(6)式计算：

$$RSD\% = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100 \quad (6)$$

9.2.4 准确度

准确度以回收率表示，回收率应在 90%~110%范围内。回收率按(7)式计算：

$$\text{回收率}(\%) = \frac{i\text{组分检出量} - \text{原样品中}i\text{组分含量}}{\text{加入}i\text{组分量}} \times 100 \quad (7)$$

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。