



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30431—xxxx

代替GB/T 30431-2013

## 实验室气相色谱仪

Gas chromatography for laboratory

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语、缩略语 .....	1
4 要求 .....	1
4.1 仪器正常工作条件 .....	1
4.2 外观要求 .....	2
4.3 安全要求 .....	2
4.4 气路系统密封性 .....	2
4.5 载气流量稳定性 .....	2
4.6 柱箱温度控制系统 .....	2
4.7 检测器系统性能要求 .....	3
4.8 毛细管系统 .....	3
4.9 仪器启动时间 .....	3
4.10 仪器的定性重复性 .....	3
4.11 仪器的定量重复性 .....	3
4.12 仪器的运输、运输贮存 .....	3
4.13 仪器的成套性 .....	3
5 试验方法 .....	4
5.1 试验条件 .....	4
5.2 外观检查 .....	4
5.3 仪器的安全试验 .....	4
5.4 气路系统密封性 .....	5
5.5 载气流量稳定性 .....	5
5.6 柱恒温箱试验及计算方法 .....	5
5.7 检测器系统 .....	7

5.8	毛细管分流比的测定试验 .....	13
5.9	启动时间 .....	14
5.10	仪器的定性重复性 .....	14
5.11	仪器的定量重复性 .....	14
5.12	运输、运输贮存试验 .....	14
5.13	仪器的成套性 .....	15
6	检验规则 .....	15
6.1	检验分类 .....	15
6.2	出厂检验 .....	15
6.3	型式检验 .....	15
7	标志、包装、运输、贮存 .....	18
7.1	仪器的标志 .....	18
7.2	包装 .....	18
7.3	运输 .....	18
7.4	贮存 .....	18
附录 A (规范性附录)	载气流量的校正 .....	20

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准代替 GB/T30431-2013《实验室气相色谱仪》，与 GB/T30431-2013 相比主要技术变化如下：

- 增加术语“启动时间”；
- 增加一种气路系统密封性的检测方法，加附注“气密性的检查也可依据仪器自身结构特点从软件上读取压降或用试漏液检查气源至仪器所有气体通过的接头，应无泄漏。”
- 增加载气流量稳定性的技术要求及方法；
- 修改温度梯度为温度均匀度，调整相关检测方法；
- 调整毛细管分流比的范围；
- 去掉记录仪；
- 增加基线噪声和基线漂移的读取方法图示；
- 增加 TCD 的检测限技术指标；
- 增加 TCD 线性范围的试样：苯-甲苯溶液（或正十六烷-异辛烷溶液）；
- 调整线性范围的检测方法；
- 修改 FPD(硫)检测限公式，由原来的 $D_{\text{FPD}} = \sqrt{\frac{2N(W_{\text{NS}})^2}{h(W_{1/4})}}$ 改为 $D_{\text{FPD}} = \sqrt{\frac{2N(W_{\text{NS}})^2}{h(W_{1/4})^2}}$ ；
- 增加试验设备、工具的计量性能要求；
- 调整启动时间的检测方法，由“使其达到稳定性和技术指标的要求”改为“使其基线噪声和基线漂移满足 4.6 技术指标的要求”；
- 增加仪器定性定量重复性的测量次数；
- 调整仪器检验项目表；
- 修改附录 A。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会（SAC/TC124）归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T30431-2013。

# 实验室气相色谱仪

## 1 范围

本标准规定了实验室气相色谱仪的术语、缩略语、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于实验室气相色谱仪（以下简称“仪器”）。

## 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 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 2829-2002 周期检验计数抽样程序及表（适用于对过程稳定性的检验）

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384-2008 机电产品包装通用技术条件

GB/T 30430-2013 气相色谱仪测试用标准色谱柱

GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求

## 3 术语、缩略语

下列术语、缩略语适用于本文件。

### 3.1 术语

启动时间 start-up time

仪器从启动到进入正常工作状态所经过的时间。

### 3.2 缩略语

TCD: 热导检测器 (Thermal Conductivity Detector)。

FID: 火焰离子化检测器 (Flame Ionization Detector)。

ECD: 电子捕获检测器 (Electron Capture Detector)。

FPD: 火焰光度检测器 (Flame Photometric Detector)。

NPD: 氮磷检测器 (Nitrogen Phosphorous Detector)。

## 4 要求

### 4.1 仪器正常工作条件

仪器在下列条件下应能正常工作：

a) 环境温度：5℃～35℃；

- b) 相对湿度：20%~85%；
- c) 周围无强电磁场干扰，无腐蚀性气体和无强烈振动；
- d) 供电电源：交流电压  $220V\pm 22V$ ，频率  $50Hz\pm 1Hz$ ；
- e) 接地要求：仪器可靠接地；
- f) 通风良好。

## 4.2 外观要求

仪器的外观应满足如下要求：

- a) 仪器的外观整齐、清洁，表面无明显剥落、擦伤、露底及污垢；
- b) 所有铭牌及标志应耐久和清楚，内容符合相关法规、标准的要求；
- c) 所有紧固件不得松动、各种调节件灵活，功能正常；
- d) 零件表面不得锈蚀；
- e) 仪器可拆部分应能无障碍地拆装。

## 4.3 安全要求

### 4.3.1 接触电流

仪器的接触电流应不大于3.5mA。

### 4.3.2 介电强度

仪器的电源相、中连线与机壳间承受1500V、50Hz交流电压，历时1min应无击穿和飞弧现象。

### 4.3.3 保护接地

仪器的保护连接阻抗不大于0.1Ω。

### 4.3.4 仪器的安全保护标识

对于安装放射源检测器的仪器，应在其外部有放射源安全图案及标识；仪器的高温加热区应有防烫伤标识。

## 4.4 气路系统密封性

在室温条件下，载气、燃气及助燃气的气路系统在0.3MPa压强下，30min压降不大于0.01MPa。

## 4.5 载气流量稳定性(适用于 TCD 和 ECD 的仪器)

不大于1%/10min。

## 4.6 柱箱温度控制系统

- 4.6.1 温度控制范围：室温以上  $20^{\circ}C\sim 350^{\circ}C$ 。
- 4.6.2 温度稳定性：不大于 0.5%。
- 4.6.3 设定温度的最小调节量：不大于  $1^{\circ}C$ 。
- 4.6.4 温度均匀度：不大于 2.5%。
- 4.6.5 设定温度与实际温度之间的偏差：不超过 $\pm 3\%$ 。
- 4.6.6 程序升温重复性：不大于 1%。

#### 4.7 检测器系统性能要求

检测器系统性能要求见表1。

表1 检测器系统主要性能指标

检测器	技术性能				
	检测限	灵敏度	基线噪声	基线漂移(30min)	动态范围
TCD	$\leq 1 \times 10^{-5}$ mg/mL	$\geq 2000$ mV•mL/mg	$\leq 0.1$ mV	$\leq 0.2$ mV	$\geq 10^4$
FID	$\leq 5 \times 10^{-11}$ g/s	—	$\leq 1 \times 10^{-12}$ A	$\leq 1 \times 10^{-11}$ A	$\geq 10^6$
ECD	$\leq 5 \times 10^{-13}$ g/mL	—	$\leq 0.1$ mV	$\leq 0.3$ mV	$\geq 10^3$
FPD	$\leq 1 \times 10^{-10}$ g/s (硫) $\leq 5 \times 10^{-12}$ g/s (磷)	—	$\leq 5 \times 10^{-12}$ A	$\leq 1 \times 10^{-10}$ A	$\geq 10^2$ (硫) $\geq 10^3$ (磷)
NPD	$\leq 1 \times 10^{-12}$ g/s (氮) $\leq 1 \times 10^{-12}$ g/s (磷)	—	$\leq 1 \times 10^{-12}$ A	$\leq 5 \times 10^{-12}$ A	$\geq 10^2$ (氮) $\geq 10^2$ (磷)

#### 4.8 毛细管系统

进样系统分流比范围：5:1~100:1。

#### 4.9 仪器启动时间

仪器检测器不同，启动时间有差异，具体要求如下：

- 对带有热导检测器和电子捕获检测器的仪器，其启动时间不大于 4h；
- 对带有火焰离子化检测器、火焰光度检测器和氮磷检测器的仪器，其启动时间不大于 2h。

#### 4.10 仪器的定性重复性

仪器的定性重复性应不大于1%。

#### 4.11 仪器的定量重复性

仪器的定量重复性应不大于3%。

#### 4.12 仪器的运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下，包括低温贮存、高温贮存、跌落、碰撞、交变湿热，按GB/T11606-2007表1中运输、运输贮存的要求进行试验，其中高温55℃；低温-20℃；交变湿热：相对湿度95%、温度55℃；倾斜跌落高度250mm，碰撞1000次。试验后，包装箱不应有较大变形和损伤，受试仪器不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤；将仪器置于正常工作条件下进行检验，应符合4.2~4.11的要求。

#### 4.13 仪器的成套性

全套仪器至少应包括以下几部分：

- 气相色谱仪主机一台；
- 色谱数据工作站一套；
- 必需的附件和备件一套。

### 5 试验方法

## 5.1 试验条件

### 5.1.1 试验环境条件

见4.1。

### 5.1.2 试验设备、工具

仪器试验用设备和工具如下：

- a) 接触/泄漏电流测试仪：准确度等级优于5级；
- b) 耐电压测试仪：交流电压（0~1500）V，频率为50Hz，准确度等级优于5级；
- c) 接地电阻测试仪：准确度等级优于5级；
- d) 压力表：（0~0.4）MPa，最小分度不大于0.002 MPa的弹性元件式压力表，或者满足技术要求的其它类型压力仪表；
- e) 铂电阻温度计：Pt100（ $R(0) = 100 \Omega$ ； $W=0.00385$ ，耐温400℃，MPE：±0.3℃）；
- f) 秒表：分度值0.01s；
- g) 色谱数据工作站；
- h) 色谱柱：符合GB/T30430的要求；
- i) 微量注射器：量程1μL或10μL， $U_{rel} \leq 2\%$ （ $k=2$ ）；
- j) 流量计：测量范围（0~100）mL/min，准确度不低于1.5级；
- k) 巡检仪：MPE：±0.3℃；
- l) 空盒气压表：测量范围800hPa~1060hPa，MPE：±2.0hPa。

### 5.1.3 标准物质、试剂

仪器试验用标准物质和试剂如下：

- a) 载气：纯度不低于99.995%；
- b) 燃气：氢气纯度不低于99.99%；
- c) 助燃气：不得含有影响仪器正常工作的灰尘、烃类、水分及腐蚀性物质；
- d) 甲烷气：（100~1000）×10<sup>-6</sup>mol/mol；
- e) 苯-甲苯溶液；
- f) 正十六烷-异辛烷溶液；
- g) 丙体六六六-异辛烷（γ-666异辛烷）溶液；
- h) 甲基对硫磷-无水乙醇溶液；
- i) 偶氮苯-马拉硫磷-异辛烷溶液。

## 5.2 外观检查

目视和手感进行。

## 5.3 仪器的安全试验

### 5.3.1 接触电流

应按GB/T34065-2017中6.2.2规定方法进行。

### 5.3.2 介电强度

应按GB/T34065-2017中6.3.2规定方法进行。



### 5.3.3 保护接地

应按GB/T34065-2017中6.4.2规定方法进行。

### 5.3.4 仪器的安全保护标识

目视检查。

## 5.4 气路系统密封性

### 5.4.1 载气气路系统密封性

将色谱柱接到检测器上，堵住出口，将压力表连接在系统当中，按分析程序通入载气，用调节阀使阀后压强为0.3 MPa，关断气源，使系统稳定5min，观察30min后的压降。

### 5.4.2 燃气气路系统密封性

在燃气入口通入氢气，堵住其出口，将压力表连接在系统当中，用调节阀使系统压强达到0.3 MPa，关断气源，稳定5min，观察30min后的压降。

### 5.4.3 助燃气气路系统密封性

在助燃气入口通入空气，堵住其出口，将压力表连接在系统当中，用调节阀使系统压强达到0.3 MPa，关断气源，稳定5min，观察30min后的压降。

注：气密性的检查也可依据仪器自身结构特点从软件上读取压降。

## 5.5 载气流量稳定性

选择适当的载气流量，稳定后，用流量计测量载气流量10min，均匀分配时间间隔，连续测量7次，7次平均值的相对标准偏差RSD<sub>F</sub>表示载气流量稳定性。

$$RSD_F = \frac{1}{F} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}{n-1}} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (1)$$

式中：

N——测量次数；

$F_i$ ——第*i*次载气流量，mL/min；

$\bar{F}$ ——7次载气流量的平均值，mL/min；

*I* ——测量序号。

## 5.6 柱箱温度控制系统

### 5.6.1 温度控制范围及稳定性

在柱箱有效空间内，固定好温度计或巡检仪。按照仪器最低可控温度和最高工作温度的90%两个温度点分别进行试验。观察10min，每分钟记录一次，按公式(2)计算温度稳定性，取两个温度点的较大值为柱箱温度稳定性。

$$\delta_T = \frac{T_{\max} - T_{\min}}{\bar{T}} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (2)$$

式中：

$\delta_T$ ——温度稳定性；

$T_{\max}$ ——10min内温度测量最大值，℃；

$T_{\min}$ ——10min内温度测量最小值，℃；

$\bar{T}$ ——10min内温度测量平均值，℃。

按照上述方法测试，温度稳定性满足4.6.2要求的最低可控温度和最高工作温度为温度控制范围上下限。

#### 5.6.2 设定温度的最小调节量

目视检查。

#### 5.6.3 温度均匀度

在柱箱的有效工作空间内，按图 1 所示 A1、A2、A3、A4、A5 选择测试点。其中：

A1 位置是距离柱箱内箱有效空间的后面、左面、顶面 30mm 的空间点。

A2 位置是距离柱箱内箱有效空间的左面、底面、前面 30mm 的空间点。

A3 位置是柱箱内箱有效空间的四角交点的空间位置。

A4 位置是距离柱箱内箱有效空间的前面、顶面、右面 30mm 的空间点。

A5 位置是距离柱箱内箱有效空间的后面、底面、右面 30mm 的空间点。

**测量位置参考图 1：**

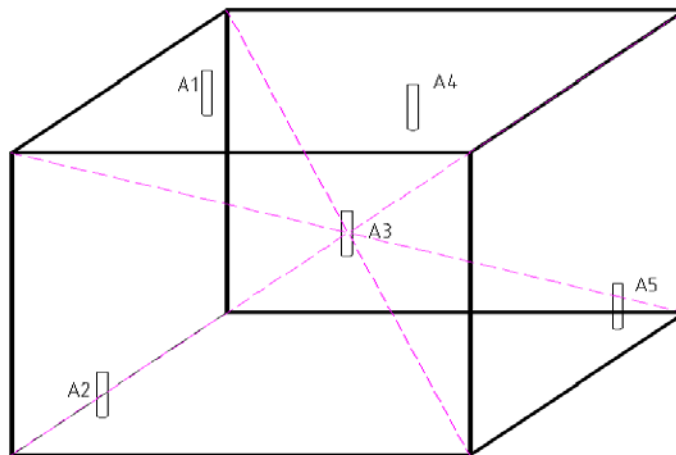


图1 铂电阻空间位置

固定标准铂电阻或巡检仪。选最低可控温度和最高工作温度的90%两个点，分别进行试验。待温度稳定后，用数字万用表分别测量每个铂电阻的电阻值，查表得相应的温度，或直接读取温度值，按公式（3）计算温度均匀度，取两个温度点的较大值为柱箱温度均匀度。

$$\Delta T' = \frac{T'_{\max} - T'_{\min}}{\bar{T}'} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (3)$$

式中：

$\Delta T'$ ——温度均匀度；

$T'_{\max}$ ——柱箱温度最大值，□；

$T'_{\min}$ ——柱箱温度最小值，□；

$\bar{T}'$ ——柱箱温度的算术平均值，□。

#### 5.6.4 设定温度与实际温度之间的偏差

参照5.6.3的测试方法，按公式（4）计算不同空间点设定温度与实际温度之间的偏差，取其绝对值较大的偏差为柱箱的设定温度与实际温度之间的偏差。

$$\Delta T = \frac{T_{\text{实际}} - T_{\text{设定}}}{T_{\text{设定}}} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (4)$$

式中：

$\Delta T$ ——温度偏差；

$T_{\text{实际}}$ ——柱箱温度的实际测量值，□；

$T_{\text{设定}}$ ——柱箱温度的设定值，□。

#### 5.6.5 程序升温的重复性

在柱箱的有效工作空间内任选一点，固定一个标准铂电阻温度计或巡检仪，选定初温60℃，终温为250℃，升温速率10℃/min左右。待温度稳定后，开始程序升温，每分钟记录数据一次，直至终温稳定。重复测量3次，按公式（5）计算相应点的最大相对偏差，取其最大值为程序升温的重复性。

$$S = \frac{T''_{\max} - T''_{\min}}{\bar{T}''} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (5)$$

式中：

S——相对偏差；

$T''_{\max}$ ——相应点的最大温度值，℃；

$T''_{\min}$ ——相应点的最小温度值，℃；

$\bar{T}''$ ——相应点的平均温度值，℃。

## 5.7 检测器系统

### 5.7.1 检测器系统试验条件

检测器系统试验参考条件见表2。

表2 检测器系统试验参考条件

试验条件	检测器				
	TCD	FID	ECD	FPD	NPD
色谱柱	气相色谱测试用标准色谱柱 <sup>*1</sup>				
载气	H <sub>2</sub> 、N <sub>2</sub> 、He	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
燃气	——	H <sub>2</sub>	——	H <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>
助燃气	——	空气	——	空气	空气
柱箱温度	70℃ <sup>*2</sup>	150℃ <sup>*3</sup>	200℃	180℃	175℃
汽化室温度	120℃ <sup>*2</sup>	220℃ <sup>*3</sup>	220℃	220℃	220℃
检测器室温度	150℃ <sup>*2</sup>	250℃ <sup>*3</sup>	250℃	220℃	300℃
桥路电流 (或丝温)	选择最佳值	——	——	——	——
<sup>*1</sup> 参照GB/T 30430-2013 气相色谱仪测试用标准色谱柱； <sup>*2</sup> 参考条件以苯-甲苯溶液作为试样。用正十六烷-异辛烷作为试样，参考条件建议为：柱箱温度：150℃，汽化室温度：200℃，检测器室温度：220℃； <sup>*3</sup> 参考条件以正十六烷-异辛烷溶液作为试样。用甲烷作为试样，参考条件建议为：柱箱温度：80℃，汽化室温度：120℃，检测器室温度：120℃。					

### 5.7.2 热导检测器（TCD）系统

#### 5.7.2.1 基线噪声和基线漂移

设置色谱数据工作站相关参数，待仪器稳定后，记录不少于30min的基线，选取所记录基线中噪声较大的5 min作为计算噪声的基线，以1 min为界画平行包络线（如图1所示），按公式（6）计算基线噪

声。五个平行包络线宽度的平均值，作为检测器基线噪声。如图2所示读取连续运行30min的基线漂移，即噪声包络线的平均斜率。

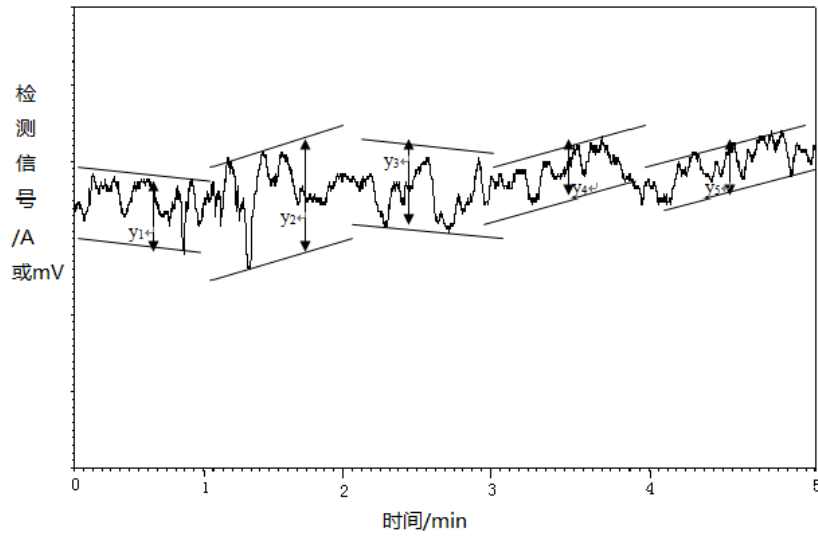


图1 基线噪声测量示例

$$N_d = \sum_{i=1}^5 y_i / n \quad \text{-----} \quad (6)$$

式中：

$N_d$ ——基线噪声，单位为 A 或 mV；

$y_i$ ——第  $i$  个平行包络线基线宽度，单位为 A 或 mV；

$n$  ——平行包络线个数（此处  $n=5$ ）。

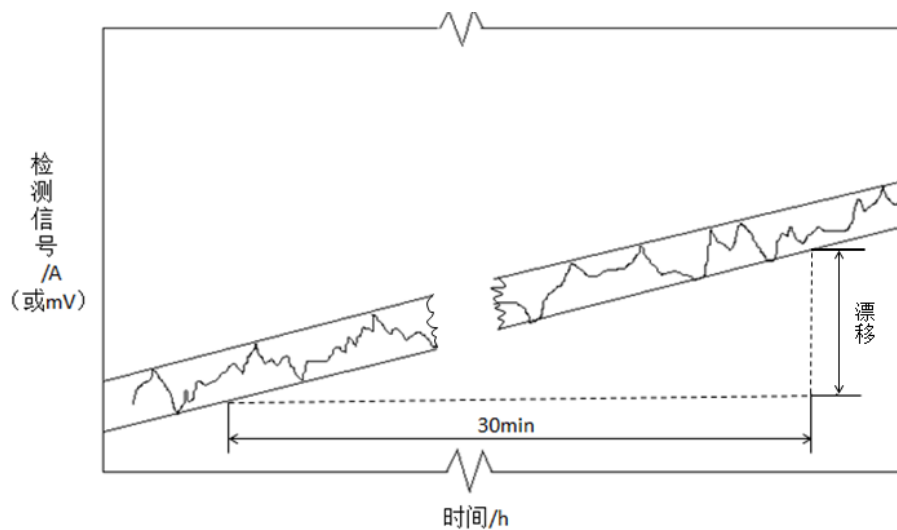


图2基线漂移测量示例

5.7.2.2 灵敏度和检测限

试样：浓度为5mg/mL的苯-甲苯溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，仪器工作稳定后，进样1 $\mu$ L，连续进样7次，用色谱数据工作站算出苯峰峰面积，求其7次的算术平均值，按公式（7）求灵敏度。按公式（8）求检测限

$$S_{TCD} = \frac{AF_d}{W} \quad \text{-----} \quad (7)$$

式中：

$S_{TCD}$ —— TCD灵敏度，mV·mL/mg；

$A$ —— 苯峰峰面积的算术平均值，mV·min；

$W$ —— 苯的进样量，mg；

$F_d$ —— 检测器温度校正后的载气流量，mL/min（见附录A）。

$$D_{TCD} = \frac{2NW}{AF_d} \quad \text{-----} \quad (8)$$

式中：

$D_{TCD}$ —— TCD检测限，mg/mL；

$N$ —— 基线噪声，mV。

### 5.7.2.3 线性范围

#### 5.7.2.3.1 试验条件

试样：苯-甲苯溶液（或正十六烷-异辛烷溶液），在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度，其余条件同5.7.1。

#### 5.7.2.3.2 试验方法

仪器工作稳定后，进样1 $\mu$ L，每种浓度溶液各进样3次，取苯（或正十六烷）的峰面积算术平均值，作进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

### 5.7.3 火焰离子化检测器（FID）系统

#### 5.7.3.1 基线噪声、基线漂移

参照 5.7.2.1

#### 5.7.3.2 检测限

试样：浓度为100ng/ $\mu$ L正十六烷-异辛烷溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，仪器工作稳定后，进样1 $\mu$ L，连续进样7次，用色谱数据工作站算出正十六烷的峰面积，求出7次峰面积的算术平均值，按公式（9）计算检测限。

$$D_{FID} = \frac{2NW}{A} \quad \text{-----} \quad (9)$$

式中：

$D_{FID}$ ——FID检测限，g/s；

$N$ ——基线噪声，mV(或A)；

$W$ ——正十六烷进样量，g；

A——正十六烷峰面积的算术平均值，mV·s (A·s)。

### 5.7.3.3 线性范围

#### 5.7.3.3.1 试验条件

试样：正十六烷-异辛烷溶液，在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度，其余条件同5.7.1。

#### 5.7.3.3.2 试验方法

仪器工作稳定后，进样1 μL，每种浓度溶液各进样3次，取正十六烷的峰面积算术平均值，作进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

### 5.7.4 电子捕获检测器（ECD）系统

#### 5.7.4.1 基线噪声、基线漂移

参照 5.7.2.1。

#### 5.7.4.2 检测限

试样：浓度为0.1ng/μL丙体六六六-异辛烷（γ-666异辛烷）溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，待仪器稳定后，进样1 μL，连续进样7次，用色谱数据工作站计算出丙体六六六峰面积，取丙体六六六峰面积的算术平均值，按公式（10）计算检测限。

$$D_{ECD} = \frac{2NW}{AF_d} \quad \text{-----} \quad (10)$$

式中：

$D_{ECD}$ ——ECD检测限，g/mL；

$N$ ——基线噪声，mV；

$W$ ——丙体六六六的进样量，g；

$A$ ——丙体六六六峰面积的算术平均值，mV·min；

$F_d$ ——检测器温度校正后的载气流量，mL/min（见附录A）。

#### 5.7.4.3 线性范围

#### 5.7.4.3.1 试验条件

试样为丙体六六六的异辛烷溶液，在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度，其余条件同5.7.1。

#### 5.7.4.3.2 试验方法

仪器稳定后，进样1 μL，每种溶液各进样3次，取丙体六六六峰面积的算术平均值，作进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

### 5.7.5 火焰光度检测器（FPD）系统

#### 5.7.5.1 基线噪声、基线漂移

参照 5.7.2.1。

#### 5.7.5.2 硫型或磷型检测限

试样：10ng/μL甲基对硫磷-无水乙醇溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，待仪器稳定后，进样1μL，连续进样7次，取峰高和峰高1/4处峰宽的算术平均值，按公式（11）、(12)计算检测限。

$$\text{硫:} \quad D_{\text{FPD(S)}} = \sqrt{\frac{2N(Wn_s)^2}{h(W_{1/4})^2}} \quad \text{-----} \quad (11)$$

$$\text{磷:} \quad D_{\text{FPD(P)}} = \frac{2NWn_p}{A} \quad \text{-----} \quad (12)$$

式中：

$D_{\text{FPD}}$ ——FPD对硫或磷的检测限，g/s；

$N$ ——基线噪声，mV；

$W$ ——甲基对硫磷的进样量，g；

$A$ ——磷峰面积的算数平均值，mV·s；

$h$ ——硫的峰高，mV；

$W_{1/4}$ ——硫的峰高1/4处的峰宽，s；

$$n_s = \frac{\text{甲基对硫磷分子中的硫原子个数} \times \text{硫的原子量}}{\text{甲基对硫磷的摩尔质量}}$$

$$= \frac{32}{263.2} = 0.122 \quad (\text{甲基对硫磷分子中硫原子占的比例})；$$

$$n_p = \frac{\text{甲基对硫磷分子中的磷原子个数} \times \text{磷的原子量}}{\text{甲基对硫磷的摩尔质量}}$$

$$= \frac{31}{263.2} = 0.118 \quad (\text{甲基对硫磷分子中磷原子占的比例})。$$

### 5.7.5.3 线性范围

#### 5.7.5.3.1 试验条件

硫型试样为甲基对硫磷的无水乙醇溶液，在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度。色谱条件同5.7.1。

磷型试样为甲基对硫磷的无水乙醇溶液，在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度。色谱条件同5.7.1。

#### 5.7.5.3.2 试样方法

试验分硫型和磷型，具体方法如下：

- 硫型：仪器稳定后，进样 1μL，每种溶液各进样 3 次，取硫峰面积的算术平均值，作进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。
- 磷型：仪器稳定后，进样 1μL，每种溶液各进样 3 次，取磷面积的算术平均值，作进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

### 5.7.6 氮磷检测器（NPD）系统



### 5.7.6.1 基线噪声、基线漂移

参照 5.7.2.1。

### 5.7.6.2 检测限

试样：浓度为10ng/μL的偶氮苯-10ng/μL马拉硫磷-异辛烷混合溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，待仪器稳定后，进样1μL，连续进样7次，用色谱数据工作站分别算出偶氮苯和马拉硫磷峰面积，分别取峰面积的算术平均值，按公式(13)计算氮的检测限，按公式(14)计算磷的检测限。

$$\text{氮:} \quad D_{NPD} = \frac{2NWn_N}{A} \quad \text{-----} \quad (13)$$

式中：

W——注入的样品中所含偶氮苯的量，g；

A——偶氮苯峰面积的算数平均值，mV·s；

$$n_N = \frac{\text{偶氮苯分子中氮原子的个数}}{\text{偶氮苯的摩尔质量}} \times \text{氮的原子量}$$

$$= \frac{2 \times 14}{182.23} = 0.154 \quad (\text{偶氮苯分子中氮原子占的比例})。$$

$$\text{磷:} \quad D_{NPD} = \frac{2NWn_P}{A} \quad \text{-----} \quad (14)$$

式中：

W——注入的样品中所含马拉硫磷的量，g；

A——马拉硫磷峰面积的算数平均值，mV·s；

$$n_P = \frac{\text{马拉硫磷分子中磷原子的个数}}{\text{马拉硫磷的摩尔质量}} \times \text{磷的原子量}$$

$$= \frac{31}{330.35} = 0.0938 \quad (\text{马拉硫磷分子中磷原子占的比例})。$$

### 5.7.6.3 线性范围

#### 5.7.6.3.1 试验条件

试样为偶氮苯-马拉硫磷-异辛烷混合溶液。在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度。色谱条件同5.7.1。

#### 5.7.6.3.2 试验方法

仪器稳定后，进样1μL，每种溶液各进样3次，分别取马拉硫磷和偶氮苯峰面积的算术平均值，作为进样量和峰面积关系曲线，保持线性的最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

## 5.8 毛细管分流比的测定试验

### 5.8.1 试验条件

实验条件包括：

- a) 色谱柱：  
参考 GB/T30430。
- c) 试样：甲烷标准气。  
其余条件同 5.7.1。

### 5.8.2 试验方法

仪器在上述工作条件下稳定后，进样5次，并用秒表测量甲烷的保留时间，算出5次进样保留时间的算术平均值，用公式（15）求得柱的平均线速度。

$$\bar{U} = L/t_0 \quad \text{-----} \quad (15)$$

式中：

$\bar{U}$  ——平均线速度，cm/s；

$L$  ——柱长，cm；

$t_0$  ——甲烷的保留时间，s。

用公式（16）求得毛细管柱的流量。

$$F = \frac{60\pi d^2}{4} \times \bar{U} \quad \text{-----} \quad (16)$$

式中：

$F$  ——毛细管柱的流量，mL/min；

$d$  ——毛细管柱的内径，cm。

用公式（17）计算分流比。

$$f = \frac{F + F_C}{F} \quad \text{-----} \quad (17)$$

式中：

$f$  ——分流比；

$F_C$  ——在分流阀出口测得的校正后的分流流量，mL/min。

在保证毛细管柱线速度为10cm/s~15cm/s的条件下，调节分流阀，使其分流比分别为10：1、50：1、100：1三点，并观察分流比的可调性。

### 5.9 启动时间

仪器在灵敏度或检测限合格条件下关机4h以上，重新启动使其基线噪声和基线漂移满足4.6技术指标的要求所需的时间。

### 5.10 仪器的定性重复性

仪器的定性重复性以连续测量7次溶质保留时间的相对标准偏差 $RSD_{\text{定性}}$ 表示，计算见公式（18）。

$$RSD_{\text{定性}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{t}} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (18)$$

式中：

$RSD_{\text{定性}}$ ——相对标准偏差；

$n$ ——测量次数；

$t_i$ ——第*i*次测量的保留时间；

$\bar{t}$ —— $n$ 次进样的保留时间的算术平均值；

$i$ ——进样序号。

### 5.11 仪器的定量重复性

仪器的定量重复性以连续测量7次溶质峰面积测量的相对标准偏差 $RSD_{\text{定量}}$ 表示，计算见公式(19)。

$$RSD_{\text{定量}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\bar{A}} \times 100\% \quad \text{-----} \quad (19)$$

式中：

$RSD_{\text{定量}}$ ——相对标准偏差；

$n$ ——测量次数；

$A_i$ ——第*i*次测量的峰面积；

$\bar{A}$ —— $n$ 次进样的峰面积算术平均值；

$i$ ——进样序号。

### 5.12 运输、运输贮存试验

仪器在运输包装状态下，按GB/T 11606-2007中第8章、第15章、第16章、第17章和第18章的方法进行。

### 5.13 仪器的成套性

目视检查。

## 6 检验规则

### 6.1 检验分类

仪器检验分出厂检验和型式检验。

### 6.2 出厂检验

6.2.1 每台仪器须经制造厂检验部门检验合格，并附有合格证。

6.2.2 仪器出厂检验项目应按表3的要求进行。

### 6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时，按 4.2~4.12 要求进行型式检验：

- a) 新仪器和老仪器转厂生产的试制定型；
- b) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时；
- c) 正常生产的产品应每三年进行一次；
- d) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 国家质量监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

6.3.3 型式检验应按 GB/T 2829-2002 的规定进行，采用一次抽样，装置的检验项目，不合格质量水平 (RQL)，判别水平 (DL) 按表 3 规定进行。批质量以每百单位产品的不合格数表示。

6.3.4 若型式检验不合格，应分析原因找出问题并落实措施，对装置产品改进后，重新进行型式检验。若再次型式检验不合格，则应停产整顿，装置停止出厂，待问题解决，型式检验合格后方可恢复出厂检验。

6.3.5 型式检验合格，经出厂检验合格方可作为合格品出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

表3 仪器检验项目表

序号	不合格分类	检验项目及对应章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案		检验分类	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 (n)	判定数组 (A <sub>c</sub> , R <sub>e</sub> )	出厂检验	型式检验
1	A	安全要求	4.3	5.3	30	I	3	(0, 1)	●	●
2	B	气路系统密封性	4.4	5.4	65			(1, 2)	●	●
3		载气流量稳定性	4.5	5.5					●	●
4		温度控制范围	4.6.1	5.6.1					-	●
5		温度稳定性	4.6.2	5.6.1					●	●
		设定温度的最小调节量	4.6.3	5.6.2						

6	温度均匀度	4.6.4	5.6.3					-	•
7	设定温度与实际温度之间的偏差	4.6.5	5.6.4					-	•
8	程序升温重复性	4.6.6	5.6.5					•	•
9	基线噪声和基线漂移(TCD)	4.7	5.7.2.1					•	•
10	灵敏度和检测限(TCD)	4.7	5.7.2.2					•	•
11	线性范围(TCD)	4.7	5.7.2.3					-	•
12	基线噪声和基线漂移(FID)	4.7	5.7.3.1					•	•
13	检测限(FID)	4.7	5.7.3.2					•	•
14	线性范围(FID)	4.7	5.7.3.3					-	•
15	基线噪声和基线漂移(ECD)	4.7	5.7.4.1					•	•
16	检测限(ECD)	4.7	5.7.4.2					•	•
17	线性范围(ECD)	4.7	5.7.4.3					-	•
18	基线噪声和基线漂移(FPD)	4.7	5.7.5.1					•	•
19	检测限(FPD)	4.7	5.7.5.2					•	•
20	线性范围(FPD)	4.7	5.7.5.3					-	•
21	基线噪声和基线漂移(NPD)	4.7	5.7.6.1					•	•
22	检测限(NPD)	4.7	5.7.6.2					•	•
23	线性范围(NPD)	4.7	5.7.6.3					-	•
24	毛细管系统	4.8	5.8					-	•
25	仪器启动时间	4.9	5.9					-	•

26		仪器的定性重复性	4.10	5.10					●	●
27		仪器的定量重复性	4.11	5.11					●	●
28		仪器的运输、运输贮存	4.12	5.12					-	●
29	C	外观要求	4.2	5.2	100			(2, 3)	●	●
30		成套性	4.13	5.13					●	●
<p>注1: ●表示应进行检验的项目；-表示不进行检验的项目；RQL表示不合格质量水平。</p> <p>注2: DL表示判别水平；n表示样本数量；A<sub>c</sub>表示合格判定数；R<sub>c</sub>表示不合格判定数。</p>										

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 仪器的标志

仪器在适当的明显位置固定铭牌，其上应有如下标志：

- a) 制造厂名称、地址；
- b) 仪器名称、型号规格；
- c) 出厂编号；
- d) 制造日期；
- e) 必须标志的技术参数；
- f) 有关法规规定的其他信息。

### 7.2 包装

7.2.1 仪器包装应执行 GB/T 13384-2008。

7.2.2 包装箱的标志应清晰、牢固，内容如下：

- a) 制造厂名称、地址；
- b) 仪器名称、型号规格；
- c) 外型尺寸：长×宽×高，单位为毫米（mm）；毛重和净重，单位为千克（kg）；
- d) 出厂编号、包装箱序号、数量及出厂日期；
- e) 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191-2008 规定。

7.2.3 随机文件，包括：

- a) 装箱单；
- b) 产品合格证；
- c) 使用说明书（关于安全的要求应符合 GB/T34065-2017 有关规定）；
- d) 备件清单等。

### 7.3 运输

在运输方面有特殊要求的仪器，应规定其运输要求，一般应防止强烈地冲击、雨淋及曝晒。

#### 7.4 贮存

仪器贮存的温度为0℃~40℃、相对湿度不大于85%、室内无酸、碱及腐蚀性气体，必要时可在产品标准中特殊规定。

## 附录 A

(规范性附录)  
载气流量的校正

## A.1 检测器出口流量校正

检测器出口测得的载气流量通常在室温下测量，需按下式 (A.1) 校正。

$$F_d = F_0 \frac{T_d}{T_r} \left(1 - \frac{P_w}{P_0}\right) \quad \text{----- (A.1)}$$

式中：

$F_d$ ——检测器温度校正后的载气流量，mL/min；

$F_0$ ——室温下测得的检测器出口的载气流量，mL/min；

$T_d$ ——检测器温度，K；

$T_r$ ——室温，K；

$P_w$ ——室温下水的饱和蒸汽压，MPa；

$P_0$ ——大气压强，MPa。

## A.2 分流比测定试验流量校正

分流阀出口测得的分流流量，需按下式 (A.2) 校正。

$$F_c = jF_0 \frac{T_c}{T_r} \left(1 - \frac{P_w}{P_0}\right) \quad \text{----- (A.2)}$$

$j$ ——压力梯度校正因子，见公式 (A.3)。

$$j = \frac{3}{2} \times \frac{\left(P_i \div P_0\right)^2 - 1}{\left(P_i \div P_0\right)^3 - 1} \quad \text{----- (A.3)}$$

式中：

$F_c$ ——校正后的分流流量，mL/min；

$F_0$ ——室温下测得的分流阀出口的分流流量，mL/min；

$T_c$ ——柱箱温度，K；

$P_i$ ——注入口压强，MPa。

注：只有在测量时使用湿式流量计（如，皂膜流量计）时才需考虑  $(1 - P_w/P_0)$  因子。如果使用数字流量计（如，干式的）测量，则不需考虑  $(1 - P_w/P_0)$  因子，公式 (A.1) 和 (A.2) 删除  $(1 - P_w/P_0)$  因子。