



中华人民共和国国家标准

GB/T 32206—2015

GB/T 32206—2015

气相色谱用电导检测器测试方法

Standard practice for testing electrolytic conductivity detectors used
in gas chromatography

中华人民共和国
国家标准
气相色谱用电导检测器测试方法
GB/T 32206—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

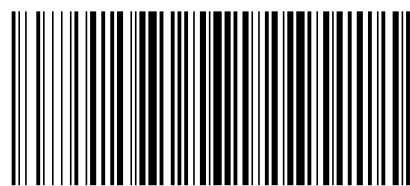
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52745 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 32206—2015

2015-12-10 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

9 数据处理

9.1 制造商都会提供有微小的电压变化的一套电位计与计算机数据处理系统连接。最佳系统是与能将电信号转变为明确定义的峰面积的新式积分仪或计算机连接,单位用“ $\mu\text{V} \cdot \text{s}$ ”表示。然后,用这些数据计算线性范围。

另一种方法用峰高测量。这种方法得到的数据与柱效有关,因此不推荐使用。

不管用何种方法计算线性范围,确定最小检测限的方法只能用峰高。

9.2 校准:为保证技术性能符合标称值,有必要对测量系统进行校准。尤其要确认输出装置的峰面积或峰高信号范围应超出期望的输入信号的线性范围。如果校准出错,会在结果中引入大量误差。校准方法随设备制造商不同而变化。在使用计算机数据处理系统来测量峰面积或峰高之前,应学习并充分了解操作手册的内容。

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC 124)归口。

本标准起草单位:中国仪器仪表行业协会、上海仪盟电子科技有限公司、上海仪电分析仪器有限公司、重庆川仪分析仪器有限公司、上海天美科学仪器有限公司、辽宁科瑞色谱技术有限公司、北京东西分析仪器有限公司、北京分析仪器研究所。

本标准主要起草人:马雅娟、杨任、李征、孟庆祥、丁素君、关文顺、赵庆军、姜兴军。

7.4.2 测试条件

7.4.2.1 对于含氮样品,偶氮苯作为测试标准物。对于含卤素样品,林丹或氯苯作为测试标准物。对于含硫样品,甲拌磷作为测试标准物。测量必须在检测器响应的线性范围内。

7.4.2.2 测量信号应在噪声的至少 200 倍以上,且保证操作条件不变。

7.4.2.3 标注检测器灵敏度时,测试条件必须予以说明。

7.5 特异性

特异性定义为:被测物质中每克卤素、氮、或硫的响应与十八烷中每克碳响应的比值。将卤素、氮、硫的灵敏度除以碳的灵敏度可得,见 7.4 中灵敏度的计算。

7.6 最小检测限

7.6.1 定义

给出两倍于噪声的检测信号的载气中卤素、氮和硫的质量流量,计算见式(2):

$$D = 2N/S \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

D ——最小检测限,单位为克每秒(g/s);

N ——噪声水平,单位为伏特(V);

S ——在相同条件下(最好同一时间)测得的检测器灵敏度,单位为伏特秒每克(V·s/g)。

7.6.2 给出最小检测限时,应指明噪声水平及计算方法。

7.7 线性范围

7.7.1 定义

电导检测器的线性范围是检测器的灵敏度变化不超过 5% 的载气中卤素、氮或硫的质量流量范围。线性范围的下限为最小检测限。

7.7.2 测量方法

在一定的质量流量范围内,使用一组浓度范围在 1 $\mu\text{g/L}$ ~1 mg/L 的测试样品(不少于 5 个点)测试检测器灵敏度。对于每个测试样品进行检测器灵敏度检测,计算见 7.4.1,通过卤素、氮或硫注入的质量除以峰宽确定质量流量,如式(3)和式(4)。

$$R_m = \frac{VCm}{P_w} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

R_m ——质量流量,单位为克每秒(g/s);

V ——进样体积,单位为微升(μL);

C ——样品浓度,单位为克每升(g/L);

m ——样品中 X、N、S 的百分含量;

P_w ——峰宽,单位为秒(s)。

对于偶氮苯中的 N:

$$m_N = V \times C \times 15.38 \times 10^{-8} / P_w \quad \dots\dots\dots (4)$$

对于特定的样品,以灵敏度对含卤素、氮或硫的测试样品质量流量作图,如图 4 所示。

气相色谱用电导检测器测试方法

1 范围

本标准规定了气相色谱用电导检测器的性能测试方法。

本标准适用于气相色谱中用于检测样品的电导检测器(ELCD)。

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。

ASTM E260 填充柱气相色谱操作规范(Practice for packed column gas chromatography)

ASTM E355 气相色谱术语及其相互关系的规范(Practice for gas chromatography terms and relationships)

3 一般说明

3.1 本标准直接应用于电导检测器,用于检测以镍为催化剂发生氧化或还原反应的样品。如果需要,通过采用去离子溶剂溶解掉反应物达到消除干扰的目的,电导池用于测量离子化反应产物的电导率。

3.2 本标准描述了电导检测器的运行和性能,不包括色谱柱。然而,当检测器与色谱柱及其他色谱部件连接时,也可以用来评价整个系统的性能。

3.3 除非电导检测器推荐使用方法中有特殊要求,常规气相色谱检测程序都应按照 ASTM E260 规定。气相色谱仪的定义及其相关的术语按照 ASTM E355 规定。

3.4 尽管可以在单一或不同条件下观察和测量电导检测器的每一项特性,特别是选择性的不同模式,但是本标准要求完整的检测器特性应该在相同的实验条件下获得,包括几何尺寸,气体和溶剂的流量以及温度。应该指出的是,要全面说明检测器的性能,需要在检测器使用范围内测量其在一系列条件下的性能。本标准所描述的性能足够普遍,所以,可以在任何条件下采用。

3.5 数据处理系统的线性和响应速度不应失真或干扰检测器的性能。如果在检测器和终端输出装置之间使用了额外的放大器,也应首先确定放大器的特性。

3.6 本标准并不涉及实际使用过程中有关的安全问题。用户在使用前,确定本标准应用的局限性,并有责任制定适宜的安全及健康规范。

4 电导检测器原理

4.1 电导检测器如图 1 所示,包括:控制模块、反应器组件和检测池。

控制模块集成了执行监控的所有电子元件,可监控流量、反应温度和检测池。在功能上独立于气相色谱,在某些情况下,设计为气相色谱的功能性组件。不同模式的气相色谱需要设计不同的反应器和检测池组件,因此,应选择合适的反应器和检测池配置相应的气相色谱。