

ICS 17.180.99
N 52



中华人民共和国国家标准

GB/T 32190—2015

GB/T 32190—2015

气相色谱用火焰光度检测器测试方法

Standard practice for using flame photometric detectors in gas chromatography

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
气相色谱用火焰光度检测器测试方法
GB/T 32190—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

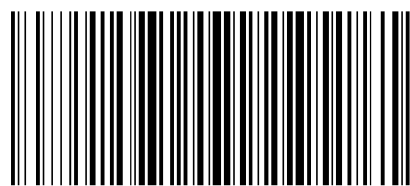
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 40 千字
2015年11月第一版 2015年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-52819 定价 24.00 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 32190-2015

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

附录 A
(规范性附录)
载气流量校正

A.1 原则

载气流量通常在室温下测量,需要根据检测器温度加以校正。

A.2 校正

载气流量校正见式(A.1)。

$$F_f = F_0 T_d / T_a (1 - P_w / P_a) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

F_f ——校正后流量, mL/min;

F_0 ——室温下,在柱子或检测器出口处测得的流速, mL/min;

T_d ——检测器温度, K;

T_a ——室温, K;

P_w ——室温下水的蒸汽分压, Pa;

P_a ——大气压, Pa。

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 $(1 - P_w / P_a)$ 因子。

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:上海仪盟电子科技有限公司、中国仪器仪表行业协会、上海仪电分析仪器有限公司、北京东西分析仪器有限公司、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、北京分析仪器研究所。

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

$$X_{PC} = S_P / S_C \quad \dots\dots\dots (22)$$

式中:

X_{PC} ——磷对碳的特征响应比, gC/gP;

S_P ——磷的灵敏度, A · s/gP;

S_C ——如 16.2.1 中描述的, 经过磷滤光片后碳的灵敏度, A · s/gC。

X_{PC} 的典型值范围 1×10^4 gC/gP ~ 5×10^5 gC/gP。

16.1.2 火焰光度检测器(FPD)对于磷对硫的特征响应比是指在火焰中能够产生与单位磷原子质量相同的检测器输出信号的硫原子质量。通过测量磷的灵敏度和硫的灵敏度(见 9.1.2)得到特征响应比, 利用火焰光度检测器(FPD)中的磷滤光片测定硫的灵敏度, 然后采用式(23)计算。

$$X_{PS} = (S_P / S_S) (1 / \dot{m}_S)^{n-1} \quad \dots\dots\dots (23)$$

式中:

X_{PS} ——硫对磷的特征响应比, gS/gP;

S_P ——磷的灵敏度, A · s/gP;

S_S ——经过磷滤光片后的硫的灵敏度, A/(gS/s)ⁿ;

\dot{m}_S ——S 原子质量流量, gS/s;

n ——硫响应指数关系。

注意随着 S 原子质量流量的升高, 磷对硫特征响应比会下降, 因为火焰光度检测器(FPD)输出信号随着 S 原子流量呈指数变化, 但与 P 原子流量只呈线性关系。

典型值: 在低硫含量时, X_{PS} 范围 10^4 gS/gP ~ 10^5 gS/gP; 在高硫含量时, X_{PS} 为 5 gS/gP。

16.1.3 火焰光度检测器(FPD)对于硫对碳的特征响应比是指在火焰中能够产生与单位硫原子质量相同的检测器输出信号的碳原子质量。通过测量硫的灵敏度和碳的灵敏度得到特征响应比, 利用火焰光度检测器(FPD)中的磷滤光片测定硫的灵敏度, 然后采用式(24)计算。

$$X_{SC} = (S_S / S_C) (\dot{m}_S)^{n-1} \quad \dots\dots\dots (24)$$

式中:

X_{SC} ——硫对碳的特征响应比, gC/gS;

S_S ——硫的灵敏度, A/(gS/s)ⁿ;

S_C ——经过硫滤光片后碳的灵敏度, A · s/gC;

\dot{m}_S ——S 原子质量流量, gS/s;

n ——硫响应的指数关系。

注意随着 S 原子质量流量的升高硫对碳特征响应比会下降, 因为火焰光度检测器(FPD)输出信号随着 S 原子流量呈指数改变, 但与 C 原子流量只呈线性关系。

典型值: 在低硫含量时, X_{SC} 为 10^3 gC/gS; 在高硫含量时, X_{SC} 为 10^6 gC/gS。

16.1.4 火焰光度检测器(FPD)对于硫对磷的特征响应比是指在火焰中能够产生与单位硫原子质量相同的检测器输出信号的磷原子质量。通过测量硫的灵敏度和磷的灵敏度得到特征响应比, 利用火焰光度检测器(FPD)中的硫滤光片测定磷的灵敏度, 然后采用式(25)计算。

$$X_{SP} = (S_S / S_P) (\dot{m}_S)^{n-1} \quad \dots\dots\dots (25)$$

式中:

X_{SP} ——硫对磷的特征响应比, gP/gS;

S_S ——硫的灵敏度, A/(gS/s)ⁿ;

S_P ——经过硫滤光片后的磷的灵敏度, A · s/gP;

\dot{m}_S ——S 原子质量流速, gS/s;

n ——硫响应指数关系。

气相色谱用火焰光度检测器测试方法

1 范围

本标准规定了气相色谱用火焰光度检测器的性能测试方法。

本标准适用于火焰光度检测器(FPD), 该检测器是由氢气-空气火焰燃烧器、选择火焰发出光的波长光学滤光片以及检测光辐射强度的光电倍增管组成的系统。

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 填充柱气相色谱法操作规范(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)

CGA P-1 压缩气体容器的安全操作规范(Safe handling of compressed gases in containers)

CGA G-5.4 工作现场氢气管道系统使用标准(Standard for hydrogen piping systems at consumer locations)

CGA P-9 惰性气体: 氩气, 氮气和氦气(The inert gases: argon, nitrogen and helium)

CGA V-7 确定工业混合气体阀出口连接的标准方法(Standard method of determining cylinder valve outlet connections for industrial gas mixtures)

CGA P-12 低温液体的安全操作(Safe handling of cryogenic liquids)

HB-3 压缩气体手册(Handbook of compressed gases)

3 术语、定义和符号

3.1 定义

涉及气相色谱的定义, 见 ASTM E355。

3.2 术语描述

本标准使用的术语描述见第 8 章~第 17 章。

3.3 符号和单位

A_i ——总峰面积, A · s;

C_0 ——注入稀释烧瓶后被测物质初始浓度, g/ mL;

C_{0S} ——注入稀释烧瓶后 S 原子初始浓度, gS/ mL;

C_{tS} ——注入稀释烧瓶后 t 时刻载气中 S 原子浓度, gS/mL;

$D_{P,S}$ ——磷或硫最小检测限, gP/s 或 gS/s;

E ——检测器信号, A;