

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 9722—2023

代替 GB/T 9722—2006

## 化学试剂 气相色谱法通则

Chemical reagent—General rules for the gas chromatography

2023-08-06 发布

2024-03-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 9722—2006《化学试剂 气相色谱法通则》，与 GB/T 9722—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围(见第 1 章,2006 年版的第 1 章)；
- 更改了试剂和材料的部分要求(见第 5 章,2006 年版的第 5 章)；
- 更改了气相色谱仪组成,增加了气相色谱仪组成框架图(见 6.1,2006 年版的 6.2)；
- 更改了气相色谱仪性能要求(见 6.2,2006 年版的 6.1)；
- 更改了色谱柱的相关内容(见 6.3、附录 B,2006 年版的 8.1)；
- 更改了整机稳定性(见 6.4,2006 年版的 6.3)；
- 删除了整机灵敏度(见 2006 年版的 6.4)；
- 删除了定量重复性(见 2006 年版的 6.5)；
- 更改了试验条件中的检测器类型和色谱柱内容(见第 7 章,2006 年版的第 7 章)；
- 删除了载气流速测定、进样方法和衰减比标定等内容(见 2006 年版的 8.2、8.3、8.4)；
- “特殊峰形的处理”更改为“重叠峰面积分割方法”，并更改了相应内容，增加了“峰谷-峰谷法”内容(见 8.4,2006 年版的 8.6)；
- 增加了定性分析内容(见第 9 章)；
- 增加了外标法中标准曲线法内容(见 10.4.3)；
- 更改叠加法为标准加入法(见 10.5,2006 年版的 9.5)；
- 增加了结果表示(见 10.6)；
- 更改了方法误差内容(见第 11 章,2006 年版的第 10 章)；
- 增加了数据质量的保证内容(见第 12 章)；
- 更改了环境要求、安全事项等内容，增加了“废弃物的处理”内容(见 13.1、13.2、13.3,2006 年版的第 11 章)；
- 删除了“校正后的载气流速”内容(见 2006 年版的附录 A)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分技术委员会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本文件起草单位：南京群科化工研究所、山东省产品质量检验研究院、北京化学试剂研究所有限责任公司、上海泰坦科技股份有限公司、山东东方华龙工贸集团有限公司、济源市恒顺新材料有限公司、岳阳振兴中顺新材料科技股份有限公司。

本文件主要起草人：邹惠玲、郑金凤、邱爱玲、赵季飞、王玉华、韩宝英、李海洋、翟中华、夏攀登、谢应波、王玉萍、马立强、陈攀、王丹丹、陈红兰。

本文件于 1988 年首次发布，2006 年第一次修订，本次为第二次修订。

# 化学试剂 气相色谱法通则

## 1 范围

本文件规定了化学试剂用气相色谱法对仪器的要求和分析方法。

本文件适用于含有可挥发成分的有机化学试剂的主要成分和杂质的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 4946 气相色谱法 术语

GB 4962 氢气使用安全技术规程

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

JJG 700 气相色谱仪

TSG 23—2021 气瓶安全技术规程

## 3 术语和定义

GB/T 4946 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**不对称因子 asymmetric factor**

描述色谱峰不对称程度的参数。

### 3.2

**有效板高 height of an effective plate**

单位有效板的长度。

## 4 方法原理

样品及其被测组分被汽化后，随载气同时进入色谱柱，利用被测定的各组分在气固或气液两相间的吸附或溶解、脱附或解析等物化性质的差异，在柱内形成组分迁移速度的差别而进行分离。分离后的各组分先后流出色谱柱，进入检测器，由数据处理系统记录色谱图及相应数据。各组分的保留值和色谱峰面积或相应的峰高值分别作为定性和定量的依据。

## 5 试剂和材料

### 5.1 标准样品

标准样品主体含量的质量分数不应低于 99.9%。对于特殊物质无法获得高纯度标准样品时，应使用具有明确主体含量的标准样品。

## 5.2 标准物质

标准物质应能溯源至国际单位制(SI)单位或有证标准物质。

## 5.3 载气

纯度不低于 99.99%，使用前应用脱水装置(硅胶、分子筛)、活性炭、脱氧剂等进行净化处理。

## 5.4 燃烧气

纯度不低于 99.99%，使用前应用脱水装置(硅胶、分子筛)、活性炭、脱氧剂等进行净化处理。

## 5.5 空气

不含有影响仪器正常工作的灰尘、烃类、水分及腐蚀性物质，使用前应用脱水装置(硅胶、分子筛)、活性炭等进行净化处理。

## 6 仪器

### 6.1 气相色谱仪组成

气相色谱仪由气路系统、进样系统、分离系统、检测系统、温控系统、数据处理系统组成，如图 1 所示。

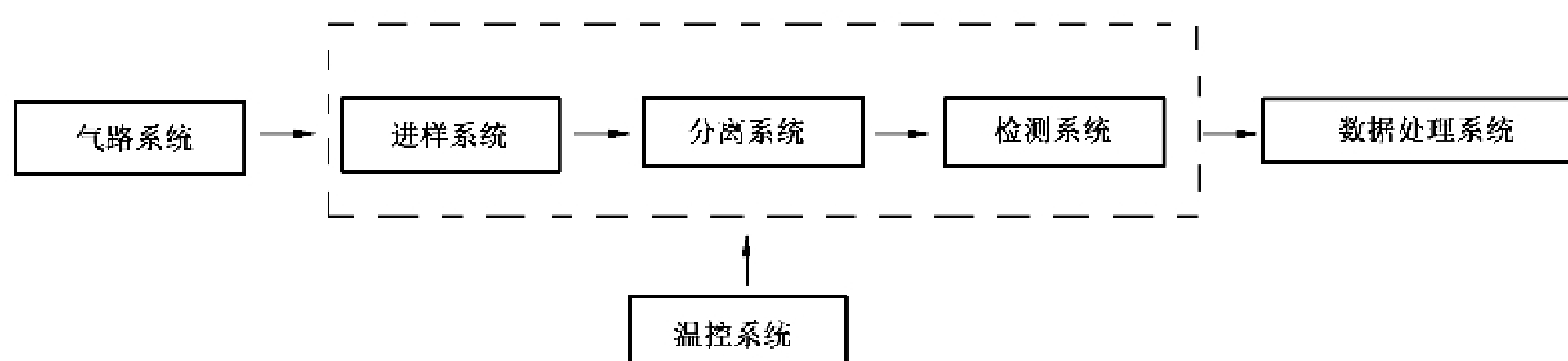


图 1 气相色谱仪组成

### 6.2 气相色谱仪性能

气相色谱仪性能要求应符合 JJG 700 的要求。

### 6.3 色谱柱

色谱柱分为毛细管柱和填充柱，色谱柱的重要参数为固定相、内径、柱长和液膜厚度，使用者应依据样品性质选择合适的色谱柱。毛细管色谱柱的参数和填充柱的制备及处理见附录 A。

### 6.4 整机稳定性

采用待用色谱柱，柱温为 80 °C，适当选择载气流速，10 min 内仪器基线漂移值不应大于 JJG 700 中规定的基线漂移要求。

## 7 试验条件

根据产品和待测组分的特性及规格要求，按下述规定的内容选择最佳条件：

- a) 检测器类型:热导检测器(TCD)、氢火焰离子化检测器(FID)、电子捕获检测器(ECD)、火焰光度检测器(FPD)、氮磷检测器(NPD)等;
- b) 载气:载气种类、流速;
- c) 色谱柱:色谱柱类型(填充、毛细管)、固定相、柱长、内径、液膜厚度;
- d) 温度:色谱柱温度、汽化室温度、检测室温度;
- e) 进样量:应控制在具有线性响应范围内;当采用归一化法时,主体峰高应在量程 70%以上;
- f) 分流比、尾吹等其他仪器条件;
- g) 有效板高:计算方法按照附录 B 的规定,保留两位有效数字;
- h) 相对保留值:保留到小数点后两位;
- i) 分离度:保留两位有效数字;
- j) 不对称因子:计算方法按照附录 B 的规定,保留两位有效数字;
- k) 定量方法。

注:难分离物质的分离及相对主体的保留值可根据需要确定。载气流速、柱温度、汽化室温度、分流比和尾吹及进样量条件,在操作时可根据具体仪器性能作适当调整。

## 8 操作方法

### 8.1 峰高测量

从峰顶点向峰底作一垂线,该垂线与色谱峰基线上沿相交的点到顶点的距离为峰高( $h$ ),或计算从峰顶点的信号值与峰顶点保留时间相同的基线信号值的差值(见图 2)。

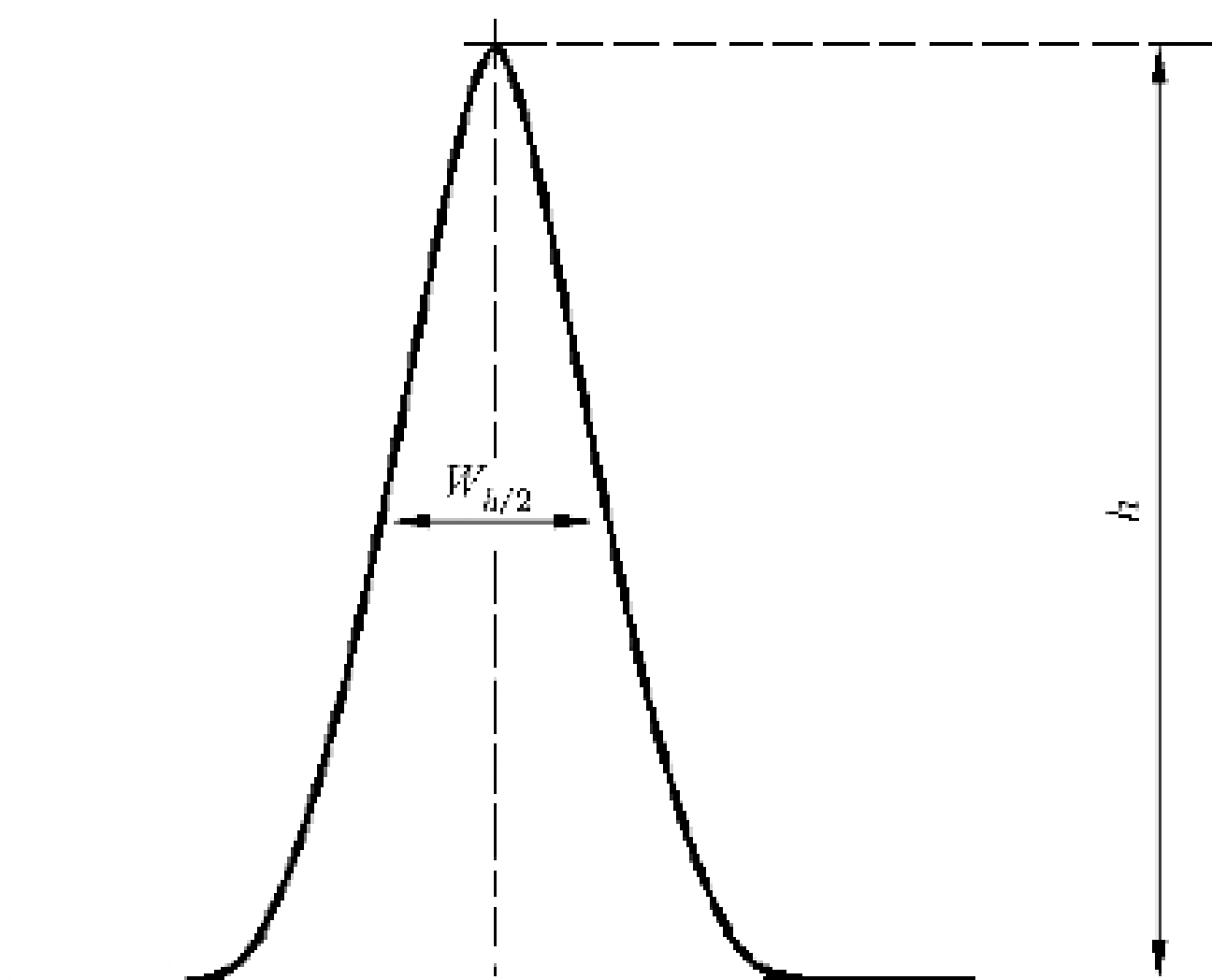


图 2 峰高及半高峰宽

### 8.2 半高峰宽测量

从峰高的中点作一条与峰底平行的直线,与峰两侧相交,峰高线同侧两点之间的距离为半高峰宽( $W_{h/2}$ ) (见图 2)。

### 8.3 峰面积计算

计算从峰开始到峰结束的信号值和基线信号值之差的积分值;或峰高和半高峰宽的乘积。峰面积的数值可由数据处理系统直接给出,应按色谱峰的峰型合理设定数据处理系统。

## 8.4 重叠峰面积分割方法

### 8.4.1 垂直法

按图 3 所示,当两个峰的面积相近时,从峰谷朝基线垂直划线,将基线上的峰分割成两部分,从而得到各自的峰面积。

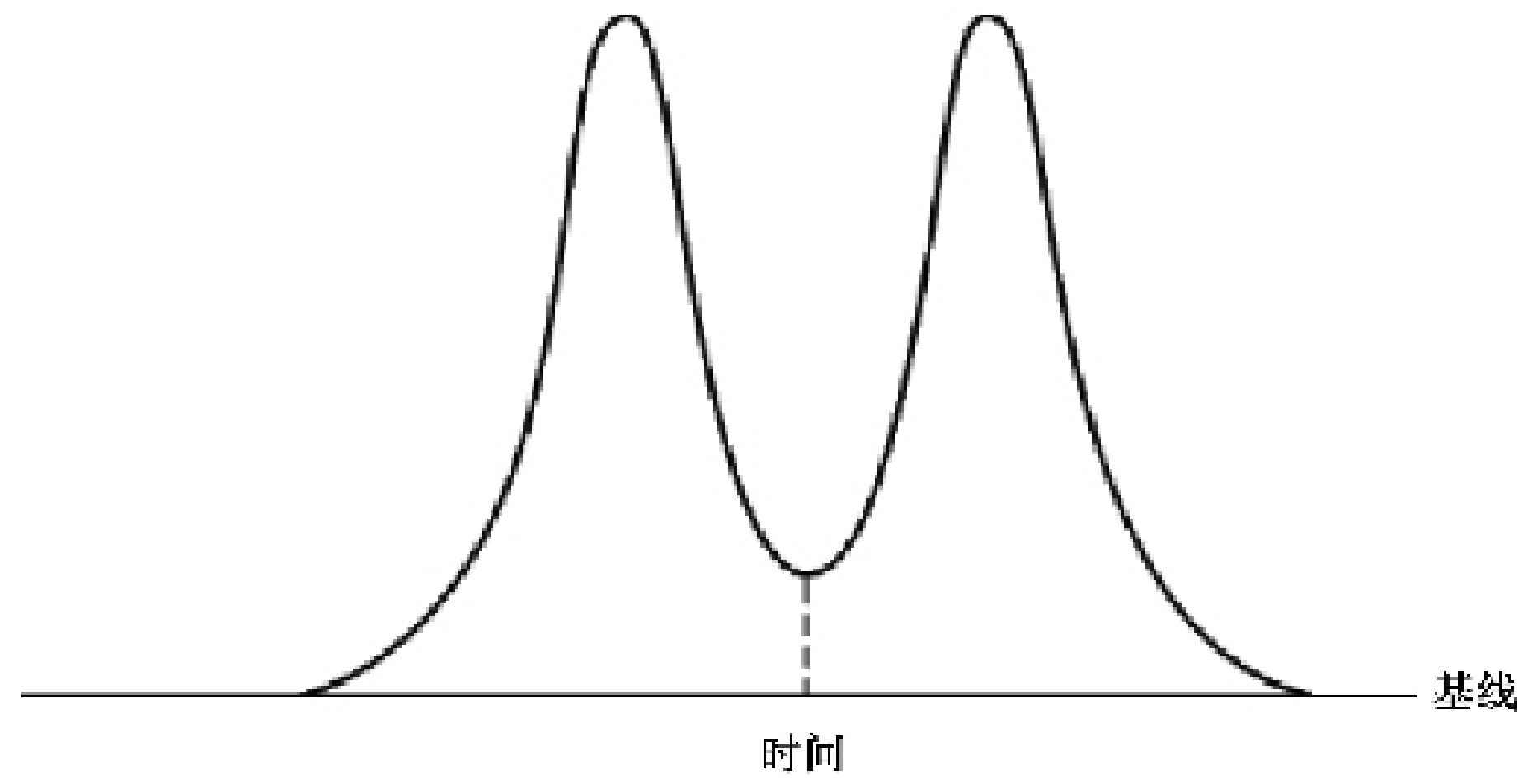


图 3 垂直法峰面积分割

### 8.4.2 峰谷-峰谷法

按图 4 所示,根据相邻峰谷与峰谷线性分布,得到相应峰面积,该方法适用于背景重叠峰。

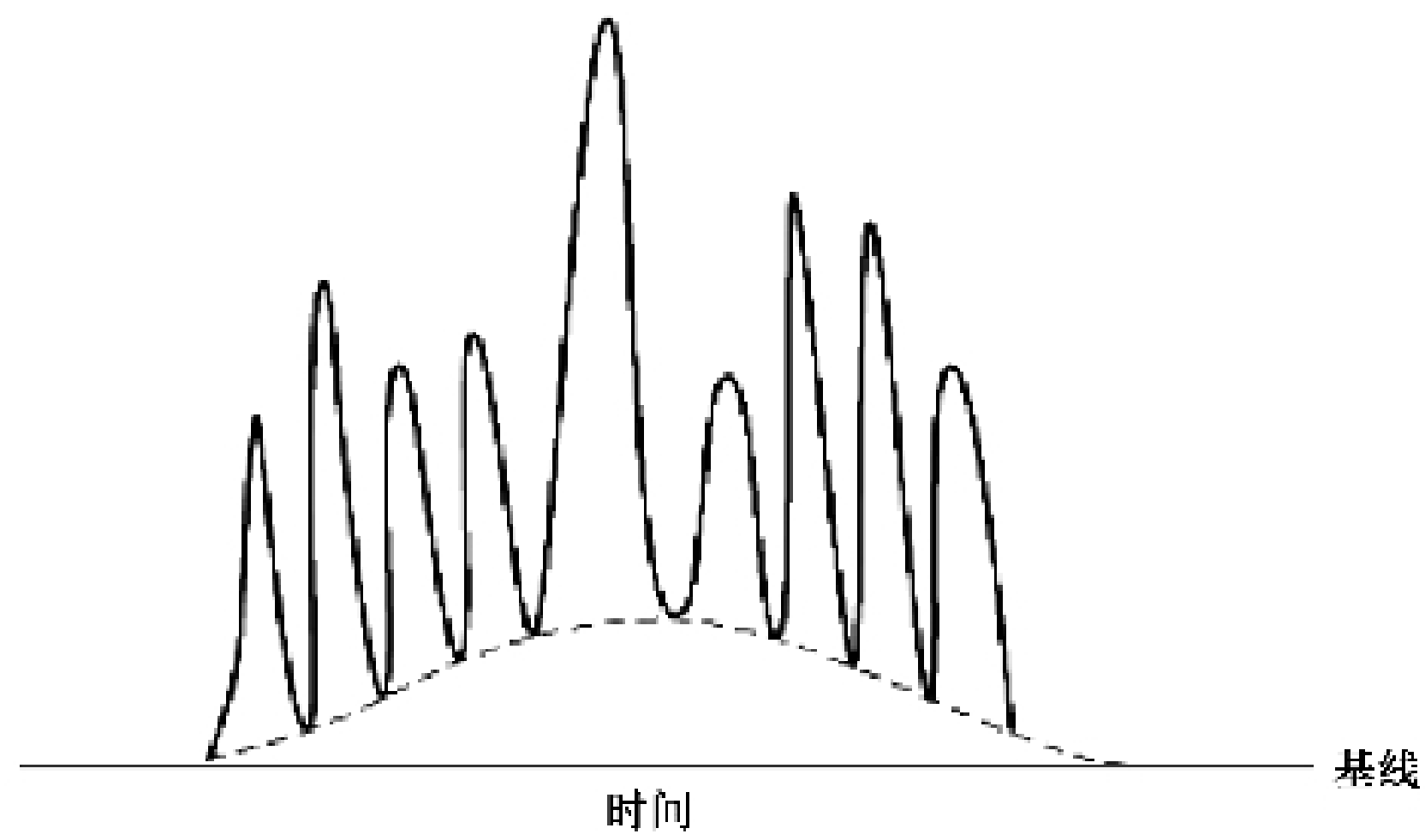


图 4 峰谷-峰谷法峰面积分割

### 8.4.3 切线法

按图 5 所示,当小峰重叠在大峰的峰尾上时,从峰谷到大峰的峰脚划切线,切线以上部分作为小峰的面积,也可由指数函数曲线法代替切线法进行峰分割。

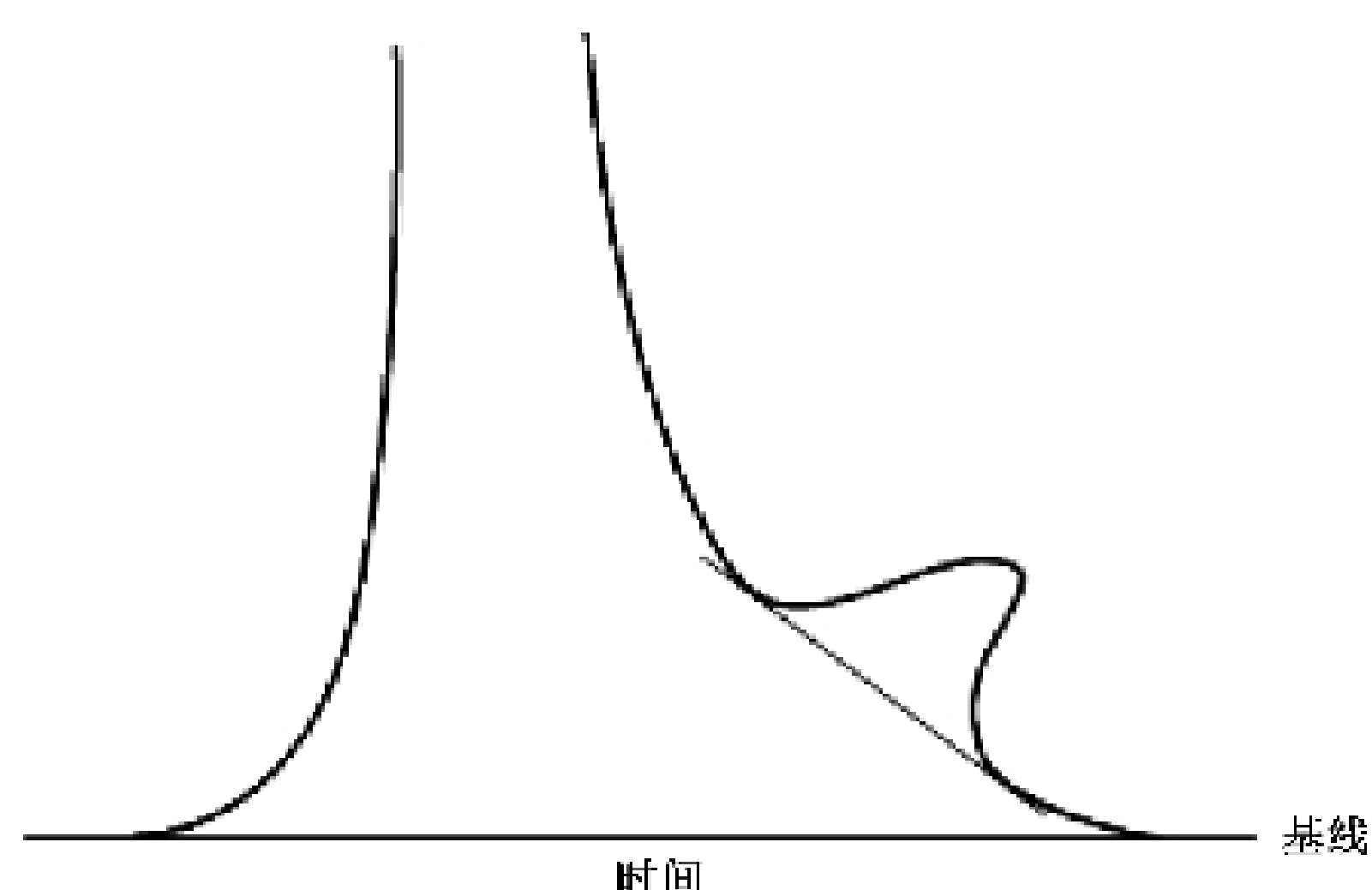


图5 切线法峰面积分割

## 9 定性分析

### 9.1 已知物质对照定性

#### 9.1.1 加入已知物质增加峰高法

在相同色谱条件下,将已知物质加入到待测样品中,对比加入前后待测样品色谱峰高的变化,若待测样品中待测组分峰增高,可认为该组分与已知物质为同一物质。

该方法适用于待测样品中只有少数未知物的定性和排除某一组分在样品中的存在。

#### 9.1.2 采用双柱、多柱定性

分别在两根或多根不同极性的色谱柱上,分析相同色谱条件下的已知物质与待测样品,若在不同的色谱柱上已知物质与待测样品中未知组分的保留值均相同,可认为该组分与已知物质为同一物质。

该方法适用于不同物质在同一色谱柱上保留值可能相同的情况。

### 9.2 相对保留值定性

9.2.1 在相同色谱条件下,分别将标准样品和待测样品进行色谱分析,计算各组分相对参比组分(待测样品中的某一组分)的相对保留值,相对保留值相同的组分可确定为同一种物质。

相对保留值  $r'_{i,s}$  按公式(1)计算:

$$r'_{i,s} = \frac{t'_{R(i)}}{t'_{R(s)}} = \frac{t_{R(i)} - t_M}{t_{R(s)} - t_M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$t'_{R(i)}$  —— 各组分的调整保留时间,单位为分(min);

$t'_{R(s)}$  —— 参比组分的调整保留时间,单位为分(min);

$t_{R(i)}$  —— 各组分的保留时间,单位为分(min);

$t_M$  —— 死时间,单位为分(min);

$t_{R(s)}$  —— 参比组分的保留时间,单位为分(min)。

9.2.2 若无法得到标准样品,通过查询文献能够获得已知物质的相对保留值,则在文献值给出的试验条件(柱温、固定相、参比物质)下,测定待测样品的相对保留值;若与文献值一致,可确定为同一种物质。

## 10 定量分析

### 10.1 校正因子

#### 10.1.1 一般要求

本文件采用组分  $i$  相对主体的质量校正因子。

列入技术指标的单项组分,不论质量分数高低均采用质量校正因子。被测组分中,碳数比较接近的同系物或热导系数差异较小的物质,可视具体情况是否加校正因子。

#### 10.1.2 相对校正因子测定

用称量法(精确至 0.1 mg)配制数个与被校正组分指标相近的标准溶液,按样品的测定条件测定。测定结果按置信度 95%取舍,求出平均值(保留两位有效数字)。

相对校正因子  $f_i$  按公式(2)计算:

$$f_i = \frac{A_s m_i}{A_i m_s} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$A_s$  ——标准溶液中参考组分峰面积;

$m_i$  ——标准溶液中组分  $i$  的质量,单位为克(g);

$A_i$  ——标准溶液中组分  $i$  峰面积;

$m_s$  ——标准溶液中参考组分的质量,单位为克(g)。

### 10.2 归一化法

当采用归一化法定量时,满足下列要求:

- a) 色谱图中所显示的色谱峰不应有平头峰和畸变峰;
- b) 进样量应在检测器的线性范围内,所有组分在试验条件下应全部流出,并在检测器上均能产生信号。

归一化法测定组分的质量分数  $w_i$  按公式(3)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum (f_i A_i)} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$f_i$  ——组分  $i$  相对主体的相对校正因子;

$A_i$  ——组分  $i$  峰面积。

### 10.3 内标法

当采用内标法定量时,满足下列要求:

- a) 内标物应为样品中不存在的纯物质;
- b) 内标物与样品应完全互溶,并不产生化学反应,内标物不应含有干扰分析的杂质;
- c) 内标物的保留值应接近待测组分的保留值,但又完全分离;
- d) 内标物含量与待测组分含量接近;
- e) 进样量应在检测器的线性范围内,待测组分在试验条件下应全部流出。

用称量法(精确至 0.1 mg)配制与待测组分指标相近的标准溶液,并加入适量的内标物,按照 10.1.2 测定相对校正因子。称取适量的待测样品以及内标物,按标准溶液的测定条件测定。



内标法测定组分的质量分数  $w_i$  按公式(4)计算:

$$w_i = \frac{f_i m_{st} A_i}{m A_{st}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$f_i$  ——组分  $i$  与内标物的相对校正因子;

$m_{st}$  ——加入内标物的质量,单位为克(g);

$A_i$  ——组分  $i$  峰面积;

$m$  ——样品的质量,单位为克(g);

$A_{st}$  ——内标物峰面积。

## 10.4 外标法

### 10.4.1 一般要求

当采用外标法定量时,满足下列要求:

- a) 外标溶液采用称量法(精确至 0.1 mg)配制,其质量分数应与待测组分的质量分数接近;
- b) 进样量应在检测器的线性范围内,待测组分在试验条件下应全部流出;同一样品应重复试验。

### 10.4.2 单点外标法

配制一个和待测组分的质量分数接近的标准溶液,按相同的测定条件分别测定标准溶液和待测样品。由待测组分和外标组分的峰面积比计算待测组分的质量分数。

单点外标法测定组分的质量分数  $w_i$  按公式(5)计算:

$$w_i = \frac{w_s A_i}{A_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$w_s$  ——标准溶液中组分  $i$  的质量分数, %;

$A_i$  ——待测样品中组分  $i$  的峰面积;

$A_s$  ——标准溶液中组分  $i$  的峰面积。

### 10.4.3 标准曲线法

配制不少于 5 个质量分数成比例的标准溶液,定量进样,以待测组分的质量分数为横坐标,以测得峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线。在相同的测定条件下,注入相同量的待测样品进行色谱分析,测定该样品的峰面积,根据标准工作曲线计算出待测组分的质量分数(见图 6)。

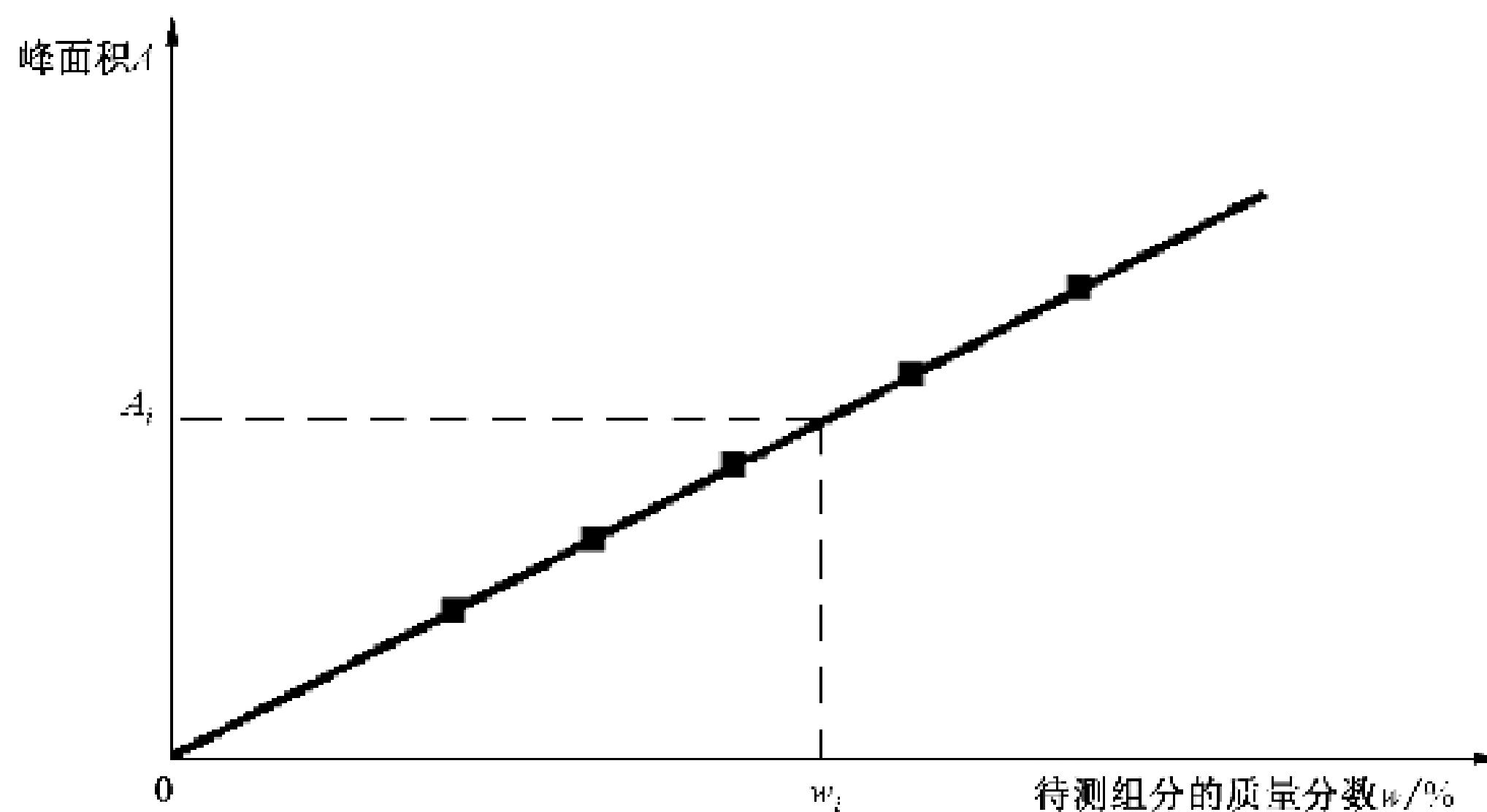


图 6 工作曲线法示意图

### 10.5 标准加入法

当采用标准加入法定量时,满足下列要求:

- a) 采用内标法或外标法定量时,无合适的内标物、标准样品或溶剂,可采用标准加入法;
- b) 待测组分的加入量与待测样品中待测组分的含量接近;
- c) 进样量应在检测器的线性范围内。待测组分在试验条件下应全部流出;同一样品应重复试验。

称取适量(精确至 0.1 mg)待测样品,并加入已知量的待测组分配制成标准校正样品;按相同的测定条件分别测定标准校正样品和待测样品。

标准加入法测定组分的质量分数  $w_i$ ,按公式(6)计算:

$$w_i A_i = \frac{m_s A_i'}{m(A_i' - A_i)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $A_i$  ——待测样品中组分  $i$  的峰面积;
- $m_s$  ——待测样品中加入组分  $i$  的质量,单位为克(g);
- $m$  ——待测样品的质量,单位为克(g);
- $A_i'$  ——待测样品中加入  $m_s$  组分  $i$  后,组分  $i$  的峰面积。

### 10.6 结果表示

- 10.6.1 以两次重复测定结果的算术平均值作为试验结果,并按 GB/T 8170 规定进行修约。
- 10.6.2 待测组分的质量分数不小于 1%时,试验结果应精确至 0.01%(质量分数)。
- 10.6.3 待测组分的质量分数不小于 0.01%且小于 1%时,试验结果应精确至 0.001%(质量分数)。
- 10.6.4 待测组分的质量分数小于 0.01%时,试验结果应精确至 0.000 1%(质量分数)。

## 11 方法误差

### 11.1 精密度

同一样品测定不少于 12 次,取置信度 95%,进行数据分析及取舍,精密度以标准偏差或相对标准偏差表示,推荐可接受范围见附录 C。标准偏差  $SD$  按公式(7)计算;相对标准偏差  $RSD$  按公式(8)计算:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\tau w_i - \bar{\tau w})^2}{n - 1}} \quad \dots\dots\dots(7)$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{\tau w}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- $n$  ——测定次数;
- $i$  ——进样序号;
- $w_i$  ——第  $i$  次测量的待测组分的质量分数, %;
- $\bar{\tau w}$  —— $n$  次进样的待测组分的质量分数的算术平均值, %。

### 11.2 正确度

正确度以回收率表示,推荐可接受范围见附录 C。通过加入纯物质或已知质量分数的待测组分进行回收试验,回收率  $r$  按公式(9)计算:

$$r = \frac{m_2 - m_1}{m_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$m_2$ ——样品中加入组分  $i$  后，检出组分  $i$  的质量，单位为毫克(mg)；

$m_1$ ——样品中检出组分  $i$  的质量，单位为毫克(mg)；

$m_i$ ——加入组分  $i$  的质量，单位为毫克(mg)。

## 12 数据质量的保证

### 12.1 一般规定

数据质量控制应通过定期分析质量控制样品、确定检出限和定量限、空白试验、定期检查仪器性能等方面实施，以保障数据的正确度和可溯源性。

### 12.2 数据质量控制

12.2.1 数据质量应通过制备质量控制样品和定期分析质量控制样品进行监控。

12.2.2 质量控制样品可采用标准样品、标准物质、参考物质或可溯源的已知浓度测试样品；应按通常遇到的基体准备，其浓度应与待测组分浓度相当，按照整个步骤进行预处理和测定，回收率在 80%~120%。质量控制样品测定结果也可通过建立质量控制图进行分析评价。

12.2.3 实验室应每制备一批样品或每 20 个样品做一次质量控制样品和一个空白样品。

### 12.3 检出限和定量限

#### 12.3.1 信噪比法

在空白样品中添加已知浓度的待测组分，配制能够可靠检出的最小浓度的样品，在相同条件下，测量信号( $S$ )和基线噪声( $N$ )，计算其信噪比( $S/N$ )。信噪比( $S/N$ )为 3 时，对应的浓度为检出限；信噪比( $S/N$ )为 10 时，对应的浓度为定量限。

#### 12.3.2 空白标准偏差法

配制能够可靠检出的最小浓度的标准溶液，绘制标准曲线；测定空白样品，测定次数应不少于 10 次，计算空白样品中待测组分检测结果的标准偏差。空白样品的测定值加 3 倍标准偏差为检出限；空白样品的测定值加 10 倍标准偏差为定量限。

仅当空白中干扰物质的信号值高于样品空白值的 3 倍标准偏差的概率远小于 1% 时适用。

### 12.4 空白试验

使用与待测样品相同的样品处理方法和试验方法进行空白试验。以空白样品进行空白试验时，可以区分样品基质的影响和整个分析操作的影响；以纯溶剂进行空白试验时，能够将溶剂空白与设备的影响分离开并且获得溶剂空白。

### 12.5 仪器性能的定期检查

应定期制备已知浓度的标准溶液确认能得到规定的灵敏度、分离度、保留值以及色谱图。按分析仪器制造商提供的操作手册进行，规定频率检查仪器的每个组件，保留检查记录。

## 13 环境要求、安全事项及废弃物处理

### 13.1 环境要求

环境要求应满足下列条件：

- a) 环境温度为 5℃~35℃，相对湿度为 20%~80%，温度和湿度不会发生急剧变化；
- b) 周围无强电磁场干扰，无腐蚀性气体，无日光直射和无强烈振动；
- c) 供电电源：交流电压 220 V±22 V，频率 50 Hz±0.5 Hz；
- d) 工作环境应清洁无尘，通风良好，无强烈对流。

### 13.2 安全事项

实验室安全注意事项应符合以下规定：

- a) 仪器电源应良好接地(接地电阻 $\leq 4 \Omega$ )；
- b) 实验室高压气瓶的安装和验收应按照 TSG 23—2021 中 8.6.9 和第 9 章的规定进行；
- c) 实验室使用氢气时，应符合 TSG 23—2021 和 GB 4962 的有关规定；
- d) 实验室气体管道应无漏气，仪器操作场所不应有明火；
- e) 色谱柱出口的气体应排放至通风处；
- f) 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。

### 13.3 废弃物处理

试验使用的样品和化学试剂在处理时应注意其爆炸性、易燃性、毒性和有害性。试验中产生的废液应集中收集，并做好标记贴上标签，按规定处理。危险物质、剧毒、有毒和有害物质应按国家相关法律法规进行处理。处理时，应穿戴相应的防护用具(护目镜、橡胶手套、防毒面具等)。

附 录 A  
(资料性)  
色 谱 柱

## A.1 毛细管色谱柱

### A.1.1 毛细管色谱柱规格

毛细管色谱柱的主要参数为内径、柱长以及液膜厚度,典型毛细管色谱柱规格见表 A.1。

表 A.1 典型毛细管色谱柱规格

色谱柱主要参数	规格
内径/mm	0.10、0.18、0.20、0.25、0.32、0.45、0.53
柱长/m	10、15、30、50、60
液膜厚度/ $\mu\text{m}$	0.10、0.25、0.50、1.00、3.00、5.00

### A.1.2 色谱柱内径

色谱柱内径对柱效、保留值、压力、载气流速和柱容量有影响。柱效与柱内径成反比,需要得到窄峰和高柱效时,使用 0.18 mm、0.25 mm 等较小内径的色谱柱。恒温条件下,溶质的保留值与柱内径成反比。恒压条件下,载气流速随着柱内径的增加而加快,色谱柱容量随着柱内径的增大而增加。

### A.1.3 色谱柱柱长

色谱柱柱长对柱效、保留值、载气压力有影响。柱效与柱长呈正比,如果峰分离度较小并需要高柱效(即窄峰)时,需使用较长的色谱柱。在恒温条件下,溶质的保留值与柱长呈正比。柱头压与柱长成正比,内径很小的色谱柱可采用较短的长度以降低柱头压。色谱柱流失随着柱长的增加而增加,将色谱柱切割成较短的段时将无法保障其性能。

### A.1.4 色谱柱液膜厚度

色谱柱液膜厚度对保留值、分离度、色谱柱流失、惰性和柱容量有影响。恒温条件下,溶质的保留值与液膜厚度成正比;较厚液膜色谱柱在较高温度下得到相当或更大的保留值,一般用来分析诸如溶剂和一些气体等挥发性化合物;较薄液膜色谱柱在较低温度下得到相当或更小的保留值,一般用于分析高沸点或高分子质量的化合物。增加液膜厚度改善早流出峰的分度,同时可能降低迟流出峰的分度。对于给定的固定相,柱流失随着液膜厚度的增加而增加。较厚液膜的色谱柱惰性更好,因为有更多的固定相屏蔽了柱管表面与溶质的接触;采用较厚液膜色谱柱常常可以减少活性化合物的峰拖尾。较厚液膜的色谱柱具有较高的柱容量。

## A.2 填充色谱柱

### A.2.1 填充柱固定液涂渍

将固定液溶于溶剂中,使其成为均匀相溶液,将载体浸泡在溶液中(必要时加热回流)。轻轻搅拌或摇匀,勿使载体粉碎。置通风橱内,于红外灯下使溶剂挥发、干燥。

固定液的质量分数( $w'$ )按公式(A.1)计算:

$$w' = \frac{m_1}{m_1 + m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$m_1$ ——固定液的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——载体的质量,单位为克(g)。

#### A.2.2 空柱预处理

首先除去柱内的机械杂质,用硝酸溶液 10%(质量分数)洗涤,用水洗涤至中性。再用氢氧化钠溶液(100 g/L)洗涤,最后用水洗涤至中性,烘干。

#### A.2.3 色谱柱填充

将预处理过的空柱一端用玻璃纤维和铜丝网塞紧,接真空泵减压抽空;另一端加入固定相,同时处以适度的振动,使载体均匀紧密装入色谱柱内。

#### A.2.4 色谱柱老化

老化色谱柱应在氮气气流中缓缓升温,温度升至低于固定液最高使用温度后,保持 4 h 以上(温度切不可过高,以防流失)。老化完毕后应在载气中逐渐降温。

附录 B  
(规范性)  
相关术语的图解及计算公式

B.1 不对称因子

不对称因子的图解见图 B.1。

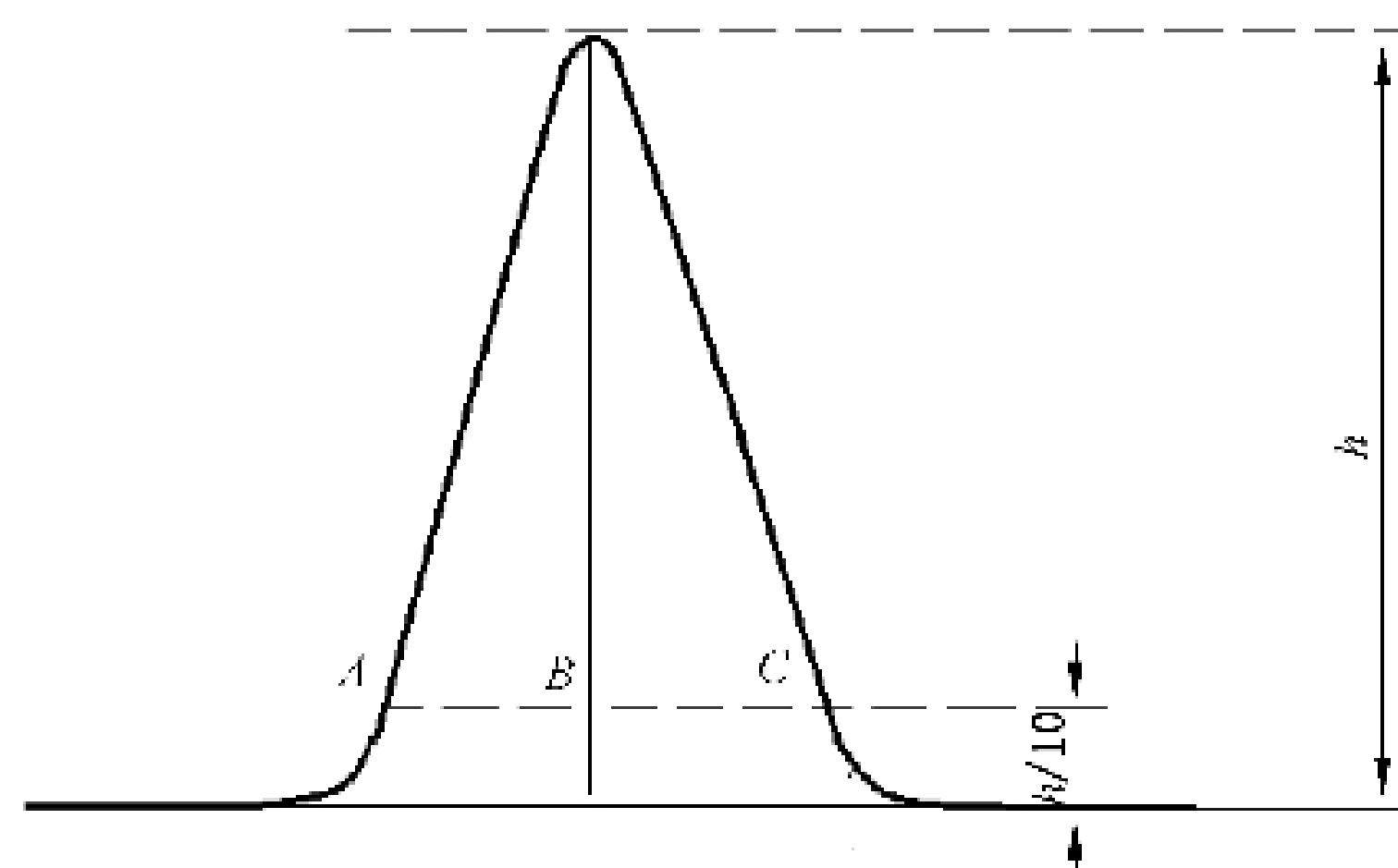


图 B.1 不对称因子的图解

不对称因子按公式(B.1)计算：

$$f = \frac{\overline{AC}}{2 \overline{AB}} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

$f$  —— 不对称因子；

$\overline{AC}$  —— 图 B.1 所示线段的长度,单位为毫米(mm)；

$\overline{AB}$  —— 图 B.1 所示线段的长度,单位为毫米(mm)。

B.2 有效板高

有效板高的图解见图 B.2。

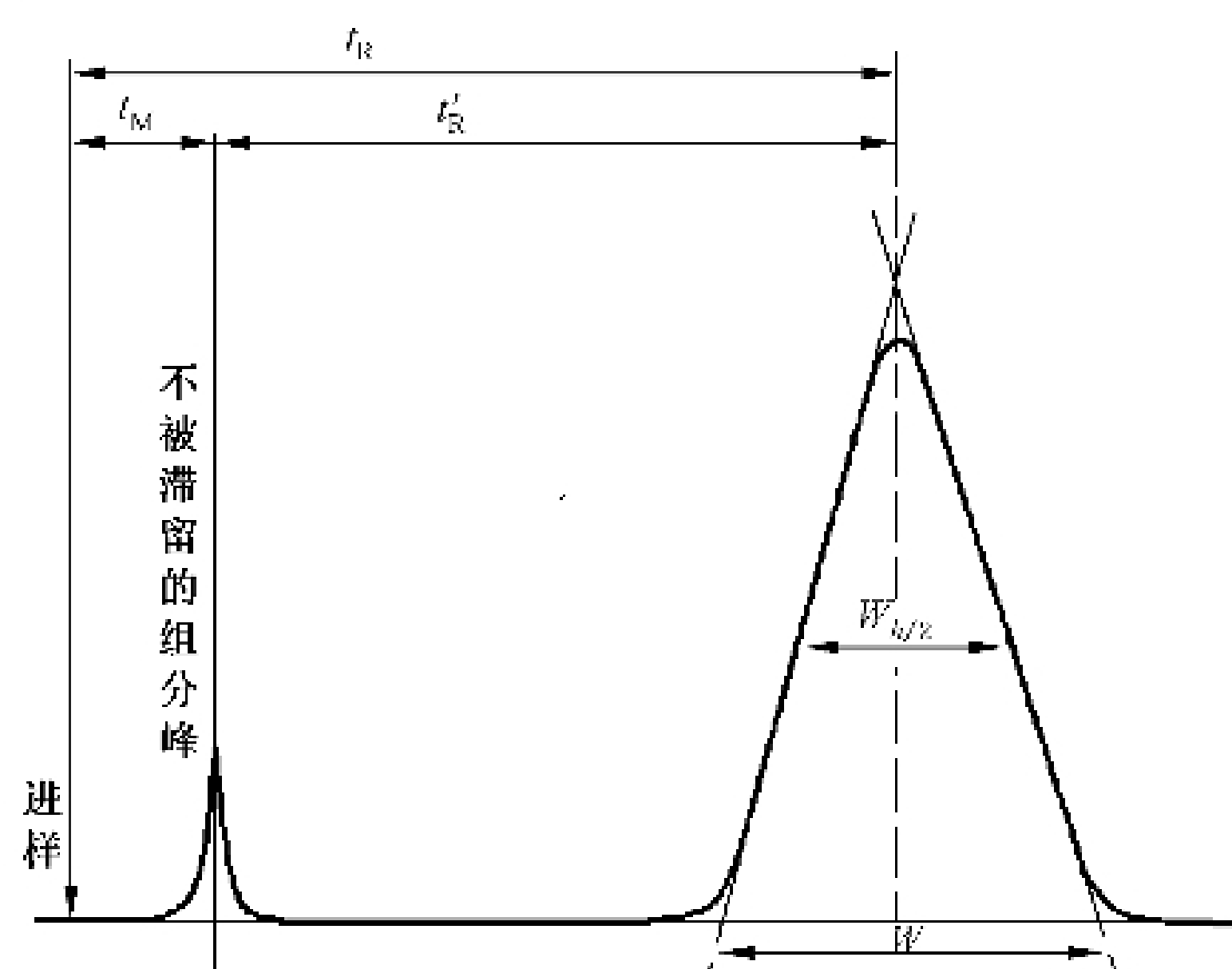


图 B.2 有效板高的图解

有效板高按公式(B.2)计算：

$$H_{\text{eff}} = \frac{L}{n_{\text{eff}}} \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

$H_{\text{eff}}$ ——有效板高,单位为毫米(mm);

$L$ ——色谱柱长度,单位为毫米(mm);

$n_{\text{eff}}$ ——有效板数。

有效板数按公式(B.3)计算:

$$n_{\text{eff}} = 5.54 \left( \frac{t'_{\text{R}}}{W_{h/2}} \right)^2 = 16 \left( \frac{t'_{\text{R}}}{W} \right)^2 \dots\dots\dots (\text{B.3})$$

式中:

$t'_{\text{R}}$ ——调整保留值,单位为分(min);

$W_{h/2}$ ——半高峰宽,以时间表示,单位为分(min)。

$W$ ——峰宽,以时间表示,单位为分(min)。



## 附录 C

(资料性)

## 方法的精密度和正确度可接受范围

## C.1 精密度

精密度参照 GB/T 6379.2 进行评估。

推荐样品中待测组分的质量分数对应的精密度可接受范围见表 C.1。

表 C.1 样品中待测组分的质量分数对应的精密度可接受范围

待测组分的质量分数 $w$	相对标准偏差 $RSD$
$w \geq 10\%$	$\leq 2.0\%$
$1\% \leq w < 10\%$	$\leq 2.7\%$
$0.1\% \leq w < 1\%$	$\leq 3.8\%$
$0.01\% \leq w < 0.1\%$	$\leq 5.3\%$
$0.001\% \leq w < 0.01\%$	$\leq 7.5\%$
$w < 0.001\%$	$\leq 11\%$

## C.2 正确度

正确度参照 GB/T 6379.4 进行评估,参照 GB/T 6379.6 检查测试结果可接受性。推荐样品中待测组分的质量分数对应的正确度可接受范围见表 C.2。

表 C.2 样品中待测组分的质量分数对应的正确度可接受范围

待测组分的质量分数 $w$	回收率 $r$
$w \geq 10\%$	95%~102%
$1\% \leq w < 10\%$	92%~105%
$0.1\% \leq w < 1\%$	90%~108%
$0.01\% \leq w < 0.1\%$	85%~110%
$0.001\% \leq w < 0.01\%$	80%~115%
$w < 0.001\%$	75%~120%

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
- [2] GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第4部分:确定标准测量方法正确度的基本方法
- [3] GB/T 6379.6 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第6部分:准确度值的实际应用
-