

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/ T 6244—92

实验室气相色谱仪

1992—05—27发布

1993—04—01实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

实验室气相色谱仪

1 主题内容与适用范围

本标准规定了实验室气相色谱仪的技术要求、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通用气相色谱仪（以下简称仪器）。

2 引用标准

GB4946 气相色谱法术语
ZBY002 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法
ZBY003 仪器仪表包装通用技术条件

3 技术要求

3.1 仪器正常工作条件

- a. 环境温度：5~35℃；
- b. 相对湿度：不大于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：电压 $220 \pm 22\text{V}$ ，频率 $50 \pm 0.5\text{Hz}$ 。

3.2 外观要求

- 3.2.1 表面镀、涂层不得有明显的剥落、擦伤、露底及锈蚀。
- 3.2.2 所有紧固件不得松动，各调节器件转动灵活，功能正常。

3.3 仪器的安全要求

3.3.1 绝缘电阻

- a. 仪器的电源相、中连线与机壳间的绝缘电阻不低于 $20\text{M}\Omega$ 。
- b. 经受潮预处理的仪器，其绝缘电阻不低于 $2\text{M}\Omega$ 。

3.3.2 绝缘强度

仪器的电源相、中连线与机壳间能承受50Hz、1500V正弦交流电压历时1min，无击穿及飞弧现象。

3.3.3 泄漏电流

仪器的电源相，中连线与机壳间的泄漏电流不大于5mA（峰值）。

3.4 气路系统密封性

3.4.1 载气气路系统密封性

在氢气0.2MPa压强下，0.5h压降不大于0.01MPa。

3.4.2 燃气气路系统密封性

在氢气0.2MPa压强下，0.5h压降不大于0.02MPa。

3.4.3 助燃气气路系统密封性

在空气0.2MPa压强下，0.5h压降不大于0.01MPa。

3.5 温度控制系统

3.5.1 色谱柱箱温度控制系统

3.5.1.1 温度控制范围：室温加 $30^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ 。3.5.1.2 温度控制精度：在 200°C 以内 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ ；
在 $200\sim 350^{\circ}\text{C}$ 为 $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ 。

3.5.1.3 温度梯度：不大于2.5%。

3.5.1.4 设定温度增量：不大于 1°C 。

3.5.1.5 设定温度与指标温度 and 实际温度之间的偏差均不大于5%。

3.5.1.6 温度的稳定性：8h内优于1.5%。

3.5.1.7 程序升温重复性：不大于1%。

3.5.2 汽化室、检测器等温度控制系统

3.5.2.1 温度控制范围：室温加 $50^{\circ}\text{C}\sim 400^{\circ}\text{C}$ 。3.5.2.2 设定温度的增量：不大于 5°C 。

3.5.2.3 设定温度与指示温度之间的偏差不大于5%。

3.6 检测器系统

3.6.1 热导检测器 (TCD)

3.6.1.1 最高使用温度： 300°C 。3.6.1.2 灵敏度： $1000\sim 7000\text{mV}\cdot\text{ml}/\text{mg}$ 。3.6.1.3 检测限： $3\times 10^{-5}\sim 3\times 10^{-6}\text{mg}/\text{ml}$ 。

3.6.1.4 噪声：不大于记录仪满刻度的1%。

3.6.1.5 漂移：每小时不大于记录仪满刻度的3%。

3.6.1.6 线性范围：不小于 10^4 。

3.6.2 火焰离子化检测器 (FID)

3.6.2.1 检测限： $1\times 10^{-10}\sim 5\times 10^{-12}\text{g}/\text{s}$ 。

3.6.2.2 漂移：每小时不大于记录仪满刻度的3%。

3.6.2.3 线性范围：不小于 10^6 。3.6.2.4 程序升温检测限： $1\times 10^{-9}\sim 1\times 10^{-10}\text{g}/\text{s}$ 。

3.6.2.5 漂移：每程序升温周期内不大于记录仪满刻度的3%。

3.6.3 电子捕获检测器 (ECD)

3.6.3.1 检测限： $1\times 10^{-12}\sim 1\times 10^{-13}\text{g}/\text{ml}$ 。

3.6.3.2 漂移：每小时不大于记录仪满刻度的3%。

3.6.3.3 线性范围：不小于 10^3 。

3.6.4 火焰光度检测器 (FPD)

3.6.4.1 检测限： $1\times 10^{-10}\sim 1\times 10^{-11}\text{g}/\text{s}$ ，对硫。
 $1\times 10^{-10}\sim 1\times 10^{-12}\text{g}/\text{s}$ ，对磷。

3.6.4.2 漂移：每小时不大于记录仪满刻度的3%。

3.6.4.3 线性范围：不小于 10^3 ，对硫。
 10^3 ，对磷。

3.7 毛细管系统

3.7.1 进样系统分流比范围：1:10~1:500。

3.7.2 毛细管系统火焰离子化检测器的检测限： $1\times 10^{-10}\sim 5\times 10^{-12}\text{g}/\text{s}$ 。

3.7.3 漂移：每小时不大于记录仪满刻度的3%。

3.8 仪器启动时间

a. 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。

b. 带有火焰离子化检测器和火焰光度检测器的仪器，其启动时间不大于2h。

3.9 仪器的运输、运输贮存

仪器在包装状态下，应符合ZBY002的要求，其中高温 $\pm 55^{\circ}\text{C}$ ，低温 -40°C ，跌落高度为250mm。

3.10 仪器的成套性

全套仪器至少应包括以下几部分：

- a. 气相色谱仪主机一台；
- b. 记录仪一台；
- c. 必须的附件和备件一套。

4 试验方法

4.1 外观检查

目视和手感进行。

4.2 仪器的安全试验

试验时，仪器处于不包装及非工作状态。

4.2.1 受潮预处理

受潮预处理在潮湿箱内进行，箱内空气要流畅，相对湿度为91%~95%，恒温保持在 $t^{\circ}\text{C}$ ($40^{\circ}-2^{\circ}\text{C}$)，仪器在箱内保持48h，不允许露滴和凝水落在仪器上。

放入潮湿箱前，应使仪器在 $t \sim (t+4)^{\circ}\text{C}$ 温度范围内至少保持4h。

受潮预处理后，应立即进行绝缘电阻和绝缘强度的试验。

4.2.2 绝缘电阻

用500V兆欧表检查仪器的相、中连线与机壳间的绝缘电阻。

4.2.3 绝缘强度

用功率为0.25~1kVA的高压试验设备对仪器相、中连线与机壳间进行耐压试验。

4.2.4 泄漏电流

仪器置于绝缘工作台上，经隔离变压器使其在1.1倍的额定工作电压下工作，直到温度趋于平衡。按下图连接，用标称内阻为 $2\text{k}\Omega$ 电流表，分别测量供电电源各极与连一起的所有可触及导电部分间的泄漏电流。见图1。

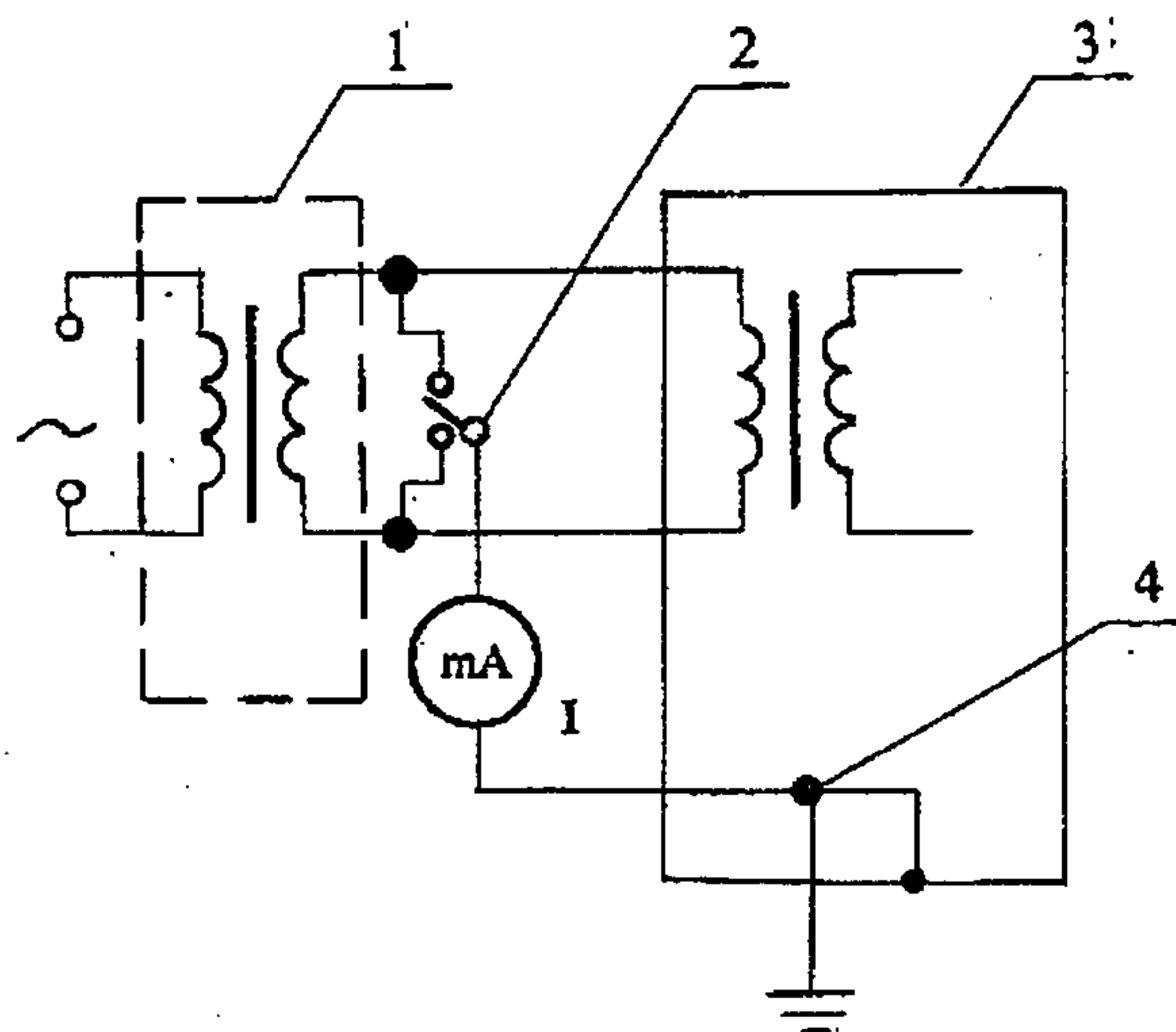


图1 仪器泄漏电流测量装置

1——隔离变压器； 2——转换开关； 3——可触及导电部分； 4——保护接地端子。

4.3 气路系统密封性

4.3.1 载气气路密封性

将色谱柱接到检测器上，堵住出口，按分析程序通入载气（氢气），用调节阀使阀后压强为0.2MPa，关断气源，使系统稳定5min，观察0.5h后的压降。

4.3.2 燃气气路密封性

在燃气入口通入氢气，堵住其出口，用调节阀使系统压强达到0.2MPa，关断气源，稳定5min，观察0.5h后的压降。

4.3.3 助燃气气路密封性

在燃气入口通入空气，堵住其出口，用调节阀使系统压强达到0.2MPa，关断气源，稳定5min，观察0.5h后的压降。

4.4 温度控制系统

4.4.1 试验设备

标准铂电阻十只、精度为0.01Ω的电阻箱四个、数字万用表或凯尔文电桥一台、有量程分档的双笔记录仪一台（最小量程1mV，行程时间1s）、秒表一块、计时器一个、1.5V甲电池两个、标准电阻四只（0.5W）。

4.4.2 柱恒温箱试验及计算方法

4.4.2.1 温度控制精度及温度稳定性

在柱箱有效工作空间内，固定两只标准铂电阻。其中一只作温度稳定性测量，而另一只作温度控制精度测量，其测量电路按图2连接。

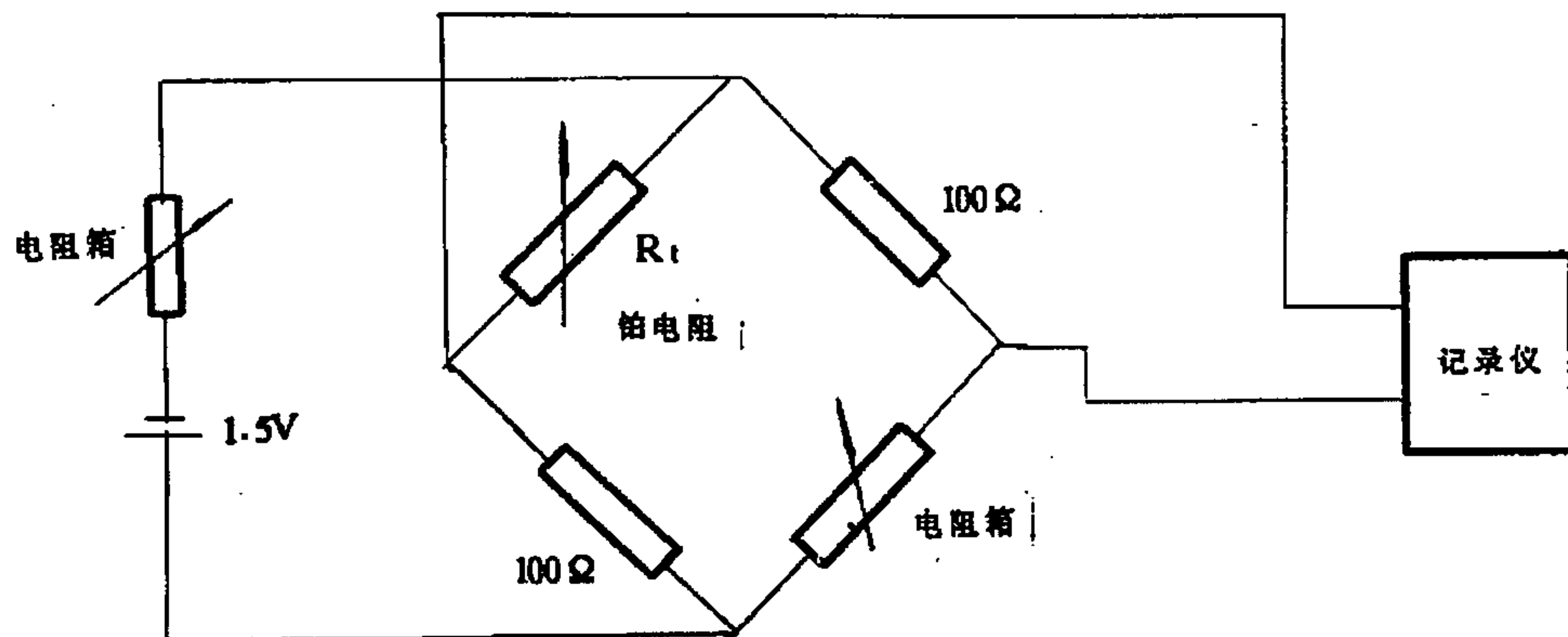


图2 温度测量电路

按使用说明书，正确操作加热升温，选取仪器的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。当温度稳定后，调整测量桥路，使其灵敏度足以反应控制精度、稳定性的变化，开始记录结果。

从记录的基线中，选取一段具有典型噪声的区段。典型噪声值应能代表75%以上的基线状况。

选取1min基线，沿其噪声的最大振幅（尖峰脉冲除外）画两条平行线，包络噪声的峰——峰值。

注：有效工作空间是指离开箱壁30mm的箱空间。

4.4.2.2 温度梯度

在柱箱的有效工作空间内的垂直方向（选上、中、下三点）水平方向（选前、中、后三点），固定标准铂电阻温度计，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，用数字万用表或凯尔文电桥分别测量每个铂电阻的电阻值。查表得相应的温度，按公式（1）计算温度梯度。

$$\Delta T = \frac{T_{\max} - T_{\min}}{T} \times 100\% \quad (1)$$

式中：ΔT——温度梯度，%；

T_{\max} ——柱箱温度最大值，℃；

T_{\min} ——柱箱温度最小值, °C;

\bar{T} ——柱箱温度的算术平均值, °C。

4.4.2.3 设定温度、指示温度与实际温度之间的偏差

在作温度梯度的同时, 观察设定温度、指示温度和柱箱平均温度之间的偏差。

注: 柱箱有效工作空间温度的算术平均值 (\bar{T}) 在此则为柱箱的实际温度。

4.4.2.4 程序升温的重复性

在柱箱的有效工作空间内任选取一点, 固定一个标准铂电阻温度计, 选定中等升温速度, 初温 70°C, 终温为 250°C, 用记录仪记录升温曲线, 重复三次, 比较三次升温曲线的重合性, 并测出三次升温曲线上出现的瞬间最大差值, 初始恒温时间, 终温时间及降温时间的测定用计时器记录。

4.4.3 检测器恒温箱

选取最低可控温度和仪器最高工作温度的 90% 两个温度点分别进行试验, 待温度稳定后, 观察其工作范围并计算设定温度和指示温度之间的偏差。

4.4.4 汽化室恒温箱

试验方法同 4.4.3 条

4.5 热导检测器系统

4.5.1 试验条件

a. 色谱柱:

固定液: 5%OV-101;

载体: 上试 101 (硅烷化), 80~100 目;

柱长: 0.5~1m 不锈钢柱。

b. 载气: 氢气 (纯度不低于 99.99%), 选取最佳流量, 用皂膜流量计和秒表测量其流量。

c. 温度:

柱温: $150 \pm 10^\circ\text{C}$;

检测器: $150 \pm 10^\circ\text{C}$;

汽化室: 250°C 。

d. 桥路电流 (或丝温): 选取最佳值;

e. 记录仪纸速: 选取在色谱峰半高峰宽不小于 5mm 的速度档上;

f. 试样: 正十四烷、正十五烷和正十六烷的异辛烷溶液, 浓度为 $3.00 \mu\text{g}/\mu\text{l}$ 。

4.5.2 灵敏度及检测限

用校准的准确度为 $0.01 \mu\text{l}$ 的微量注射器进样, 进样量不得小于 $0.5 \mu\text{l}$, 连续进样 5 次, 用峰高乘以半高峰宽计算出正十六烷的峰面积, 求其 5 次的算术平均值, 按公式 (2) 求出灵敏度。

$$S = 1.065A \cdot C_1 \cdot C_2 \cdot F_c \cdot K / W \quad (2)$$

式中: S ——灵敏度, $\text{mV} \cdot \text{ml}/\text{mg}$;

A ——正十六烷的峰面积的算术平均值, cm^2 ;

C_1 ——记录仪的灵敏度, mV/cm ;

C_2 ——记录仪走纸速度的倒数, min/cm ;

F_c ——校正后的载气流量 [见附录 A (补充件)], ml/min ;

W ——进样量, mg ;

K ——以走基线时为 1 到记录色谱峰时的输出衰减倍数。

按公式 (3) 计算检测限

$$D_g = 2N / S \quad (3)$$

式中: D_g ——热导检测器的检测限, mg/ml ;

N ——实测噪声, mV 。

4.5.3 稳定性试验

仪器在灵敏度和检测限合格条件下, 置记录仪纸速在适当分档上, 待仪器稳定后, 连续运行2h, 任取其中1h内的基线漂移, 并改变电源电压, 从220V到242V和从220V到198V各进行0.5h的试验。

4.5.4 线性范围

4.5.4.1 试验条件:

a. 色谱柱:

固定液: 15%OV-101;

载体: 上试101(硅烷化), 80~100目;

柱长: 0.5~1m不锈钢柱。

b. 试样: 正十六烷的异辛烷溶液, 其浓度为: 0.05、0.5、50、500mg/ml;

其他试验条件同4.5.1条。

4.5.4.2 试验方法

仪器工作稳定后, 用校准的准确度为0.01ml的微量注射器进样, 进样量1 μ l, 每种溶液各进样5次, 分别取正十六烷峰面积, 并算出5次的算术平均值, 在双对数坐标纸上作出进样量和峰面积的关系曲线, 并求出保持线性响应所允许的正十六烷最大进样量, 即线性范围的上限。上限进样量和最小检测量的比值即线性范围。

4.6 火焰离子化检测器系统

4.6.1 试验条件

a. 色谱柱:

固定液: 5%OV-101;

载体: 上试101(硅烷化), 80~100目;

柱长: 0.5~1m不锈钢柱。

b. 载气: 氮气(纯度不低于99.99%), 流量选择适当值;

c. 燃气: 氢气(纯度不低于99.99%), 流量选择适当值;

d. 助燃气: 空气, 不得含有影响仪器正常工作的灰尘、烃类、水份及腐蚀性物质等, 流量选择适当值;

e. 温度:

柱温: 150 \pm 10 $^{\circ}$ C;

检测器: 150 \pm 10 $^{\circ}$ C;

汽化室: 250 $^{\circ}$ C。

f. 试样, 正十四烷、正十五烷和正十六烷的异辛烷溶液, 浓度各为300ng/ μ l。

4.6.2 检测限试验

将记录仪纸速选择在正十六烷半峰宽不小于5mm的速度档上, 用校准的精确度为0.01 μ l的微量注射器进样, 进样量不小于0.5ml。连续进样5次, 用峰高乘以半高峰宽计算正十六烷的峰面积, 求出5次峰面积的算术平均值, 按公式(4)计算检测限。

$$D_i = \frac{2NW}{60 \times 1.065A \cdot C_1 \cdot C_2 \cdot K} \dots\dots\dots (4)$$

式中: D_i ——检测限, g/s。

4.6.3 稳定性试验

在检测限合格条件下, 置记录仪纸速为适当分档, 待仪器稳定后, 连续运行2h, 任取其中1h的基线漂移, 并改变电源电压从220V到242V和220V到198V, 各进行0.5h的试验。

4.6.4 线性范围

4.6.4.1 试验条件

试样：正十六烷的异辛烷溶液，其浓度分别为：0.5、5、 5×10 、 5×10^2 、 5×10^3 、 5×10^4 、 5×10^5 ng/ μ l；

其余条件同4.6.1条。

4.6.4.2 试验方法

仪器工作稳定后，用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l，每种溶液各进样5次，分别取正十六烷的峰面积算术平均值，在双对数坐标纸上作进样量和峰面积的关系曲线，求出保持线性响应所允许的正十六烷最大进样量，即线性范围的上限。上限进样量和最小检测量的比值即线性范围。

4.6.5 程序升温试验条件

柱箱初温温度为100℃，升温速率选取仪器的中等速率，柱箱终温为200℃，检测器和汽化室温度和柱箱终温相等或稍高；

其余条件同4.6.1条。

4.6.6 程序升温检测限

在200℃处将记录仪纸速选择在色谱半高峰宽不小于5mm的速度档上，用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l，连续进样5次，取正十六烷的峰面积的算术平均值，按公式(4)计算检测限。

4.6.7 程序升温稳定性

在检测限合格条件下，置记录仪纸速为适当分档，待初温稳定后开始升温，观察基线变化。

4.7 电子捕获检测器系统

4.7.1 试验条件

a. 色谱柱：

固定液：5%OV-101；

载体：上试101（硅烷化），80~100目；

柱长：0.5~1m不锈钢柱。

b. 载气：氮气（纯度不低于99.999%），流量选择最佳值；

c. 温度：

柱温：200~220℃；

检测器和汽化室：200~240℃。

d. 基流：不小于规定值；

e. 试样：r-666的正己烷溶液，其浓度为1ng/ μ l。

4.7.2 检测限试验

将记录仪纸速选择在半高峰宽不小于5mm的速度分档上，用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l，连续进样5次，取r-666峰面积的算术平均值，按公式(5)计算检测限。

$$D_f = \frac{2NW}{1.065A \cdot C_1 \cdot C_2 \cdot F_c \cdot K} \quad (5)$$

式中： D_f ——检测限，g/ml；

W——r-666的进样量，g。

4.7.3 稳定性试验

在检测限合格条件下，置记录仪纸速为适当分档，待仪器稳定后，连续运行2h，任取1h的基线漂移，并改变电源电压从220V到242V和从220V到198V，各进行0.5h的试验。

4.7.4 线性范围试验

4.7.4.1 试样：r-666的正己烷溶液，浓度分别为：0.1、1、5、10、20、50、100ng/ μ l；

其余条件同4.7.1条。

4.7.4.2 试验方法

仪器稳定后，用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l，每种溶液各进样5次，分别取r-666峰面

积的算术平均值, 在双对数坐标纸上作r-666峰面积与进样量的关系曲线, 求出保持线性响应所允许的r-666的最大进样量, 即线性范围的上限。上限进样量和最小检测量的比值即线性范围。

4.8 火焰光度检测器系统

4.8.1 试验条件

4.8.1.1 硫型试验条件

- a. 色谱柱: 同4.7.1条;
- b. 温度:
柱温: 75~85℃;
检测器和汽化室不低于200℃。
- c. 载气: 氮气(纯度不低于99.99%), 流量选择最佳值;
- d. 燃烧气: 氢气(纯度不低于99.99%), 流量选择最佳值;
- e. 助燃气: 空气, 应没有影响仪器正常工作的灰尘、油、水份和硫磷化合物, 流量选择最佳值;
- f. 试样: 噻吩的丙酮溶液, 浓度为5ng/μl。

4.8.1.2 磷型试验条件

- a. 温度:
柱温: 220℃;
检测器和汽化室在240±10℃。
- b. 试样: 乙基对硫磷(已基-1605)的无水乙醇溶液, 浓度为20ng/μl;
其他条件同4.8.1.1条。

4.8.2 检测限

4.8.2.1 硫型检测限试验

将记录仪纸速选在半高峰宽不小于5mm的分档上, 用校准的准确度为0.01μl的微量注射器进样1μl, 连续进样5次, 取峰高和峰高1/4处峰宽的算术平均值, 按公式(6)计算检测限。

$$D_t(s) = \frac{W_{n_s}}{W_{h/4}} \cdot \sqrt{\frac{2N}{h}} \quad (6)$$

式中: $D_t(s)$ ——检测限, g/s;

$W_{h/4}$ ——试样峰高1/4处的峰宽, s;

h ——试样峰高, mV;

n_s ——硫原子在试样中所占百分比。

$$n_s = \frac{\text{硫原子数} \times \text{硫原子量}}{\text{分子量(试样)}}$$

4.8.2.2 磷型检测限试验

将记录仪纸速选在半高峰宽不小于5mm的分档上, 用校准的准确度为0.01μl的微量注射器进样1μl, 连续进样5次, 取试样峰高和半高峰宽的算术平均值, 按公式(7)计算检测限。

$$D_t(p) = \frac{2NW_{n_p}}{W_{h/2}} \quad (7)$$

式中: $D_t(p)$ ——检测限, g/s;

$W_{h/2}$ ——试样峰高1/2处的峰宽, s;

n_p ——磷原子在试样中所占百分比。

$$n_p = \frac{\text{磷原子数} \times \text{磷原子量}}{\text{分子量(试样)}}$$

4.8.3 稳定性试验

在检测限合格条件下, 置记录仪纸速为适当分档, 分别在硫、磷试验条件下, 待仪器稳定后, 各连续运行2h, 任取1h内基线漂移, 并改变电源电压从220V到242V和从220V到198V, 各进行0.5h的试验。

4.8.4 线性范围试验

4.8.4.1 试验条件

a. 硫型试验条件

试样: 噻吩的丙酮溶液, 浓度为0.5、5、25、50ng/ μ l。

其余条件同4.8.1.1条。

b. 磷型试验条件

试样: 乙基对硫磷的无水乙醇溶液, 浓度为1、10、20、50、100、500、1000ng/ μ l。

其余条件同4.8.1.2条。

4.8.4.2 试验方法

a. 硫型

仪器稳定后, 用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l, 每种溶液各进样5次, 分别取噻吩的峰面积的算术平均值, 在双对数坐标纸上作噻吩峰面积与进样量的关系曲线, 求出保持线性响应所允许的噻吩最大进样量, 即线性范围的上限。上限进样量和最小检测量的比值即线性范围。

b. 磷型

仪器稳定后, 用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样1 μ l, 每种溶液各进样5次, 分别取乙基对硫磷的峰面积的算术平均值, 在双对数坐标纸上作乙基对硫磷峰面积与进量的关系曲线, 求出保持线性响应所允许的乙基对硫磷的最大进样量, 即线性范围的上限。上限进样量和最小检测量的比值即线性范围。

4.9 毛细管系统

4.9.1 分流比的测定试验

4.9.1.1 试验条件

a. 色谱柱:

固定液: OV-101;

柱长: 12m;

柱内径: 0.25mm

b. 载气: 氮气(纯度不低于99.99%), 线速度在10~15cm/s;

c. 尾吹气: 氮气(纯度不低于99.99%), 流量选择最佳值;

d. 燃气: 氢气(纯度不低于99.99%), 流量选择最佳值;

e. 助燃气: 空气, 不得含有影响仪器正常工作的烃类, 水及腐蚀性物质等, 流量选择最佳值;

f. 温度:

柱温: $150 \pm 10^\circ\text{C}$;

检测器: $200 \pm 10^\circ\text{C}$;

汽化室: 250°C 。

g. 试样: 甲烷。

4.9.1.2 试验方法

仪器在上述工作条件下稳定后, 用微量注射器进样5次, 并用1%的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(8)求得柱的平均线速度。

$$\bar{U} = L/t_0 \quad \dots\dots\dots (8)$$

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(9)求得毛细管柱的流量。

$$F = \frac{60 \pi d^2}{4} \cdot \bar{U} \quad (9)$$

式中: F ——毛细管柱的流量, ml/min;

d ——毛细管柱的内径, cm。

然后用公式(10)计算分流比

$$f = \frac{F + F_c}{F} \quad (10)$$

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为10~15cm/s的条件下, 调节分流阀, 使其分流比分别为1:10、1:250、1:450三点, 并观察分流比的可调性。

4.9.2 毛细管系统火焰离子化检测器检测限试验

4.9.2.1 试验条件

试样: 正十四烷、正十五烷、正十六烷的异辛烷溶液, 浓度各为300ng/ μ l;

其余条件同4.9.1.1条

4.9.2.2 试验方法

仪器在上述工作条件下稳定后, 用分流阀调节适当分流比, 将记录仪纸速选择在正十六烷的半高峰宽不小于5mm的速度档上, 用校准的准确度为0.01 μ l的微量注射器进样, 进样量不得小于0.5 μ l, 进样5次, 取正十六烷的峰高和半高峰宽的算术平均值, 按公式(4)计算检测限。

注: 进样量按分流比算出。

4.9.3 稳定性试验

4.9.3.1 试验条件

条件同4.9.1.1条

4.9.3.2 试验方法

仪器在检测限合格条件下, 置记录仪纸速在适当分档上, 待仪器稳定后, 连续运行2h, 任取其中1h内的基线漂移, 并改变电源电压从220V到242V和从220V到198V, 各进行0.5h的试验。

4.10 启动时间

用时钟计时。仪器在达到检测限合格的条件下, 从仪器启动达到稳定性指标所需要的时间。

4.11 运输、运输贮存试验

按ZBY002进行。

4.12 仪器的成套性

目视检查。

5 检验规则

5.1 每台仪器须经检验合格后方能出厂, 并附有合格证书。

5.2 仪器检验分出厂检验和型式检验

5.2.1 出厂检验

按本标准第3.2、3.3.1a、3.3.2、3.4、3.6.1.2、3.6.1.3、3.6.1.4、3.6.1.5、3.6.2.1、3.6.2.2、3.6.2.4、3.6.2.5、3.6.3.1、3.6.3.2、3.6.4.1、3.6.4.2和3.7.1、3.7.2、3.7.3各条进行检验。

5.2.2 型式检验

5.2.2.1 在下列情况之一时进行型式检验。

- a. 试制的新产品；
- b. 产品在设计、工艺或使用材料作重大改进时；
- c. 不经常生产的产品再次生产时；
- d. 成批生产的产品每三年进行一次；
- e. 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f. 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时；

5.2.2.2 仪器型式检验项目：第3.2~3.9条。

5.2.2.3 型式检验的仪器应从出厂检验合格的一批产品中随机抽取2台其中3.2、3.4、3.5.2条不合格为C类不合格，3.3条不合格为A类不合格，其余条款不合格为B类不合格。

5.2.2.4 判定规则

- a. 有一个A类或B类不合格或三个C类不合格或两个相同的C类不合格则本次型式检验判为不合格。
- b. 仪器型式检验判为不合格时，应对整批产品进行分析，采取措施并进行整顿。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 每台仪器应标出以下内容：

- a. 仪器型号和名称；
- b. 制造厂名称、商标；
- c. 仪器制造日期及编号；

6.2 仪器包装按ZBY003中防潮、防震规定进行。

6.3 仪器包装木箱外面的两面应有用不易冲洗掉的物质写上下列标志：

- a. 仪器名称及型号；
- b. 制造厂名称；
- c. 体积：长×宽×高，mm；毛重和净重，kg；
- d. 小心轻放，请勿受潮，不可倒置等字样和图样；
- e. 箱号和出厂日期。

6.4 随同仪器的技术文件包括：

- a. 装箱单；
- b. 使用说明书；
- c. 合格证；
- d. 附件、备件清单。

6.5 仪器存放在仓库内，应原箱存放保管，仓库环境温度为0~40℃，相对湿度不大于85%，同时不应有引起仪器腐蚀及电气绝缘性能降低的有害物质存在。

7 保证期

在用户遵守保管和使用规则的条件下，从制造厂发货给用户之日起14个月内，产品因制造质量不良而发生损坏或不能正常工作时，制造厂应无偿地为用户修理产品或更换零件。

附 录 A
流 量 校 正
(补 充 件)

A1 把检测器出口的流量校正到检测器温度下的流量按公式 (A1) 计算:

$$F_c = F_o \frac{T_D}{T_s} \left(1 - \frac{P_w}{P_s} \right) \left(\frac{P_D}{P_s} \right) \dots\dots\dots (A1)$$

式中: F_c ——校正后的载气体积流量, ml/min;
 F_o ——检测器出口处的体积流量, ml/min;
 T_D ——检测器温度, K;
 T_s ——室温, K;
 P_w ——室温下饱和水蒸汽的分压强, MPa;
 P_s ——大气压强, MPa;
 P_D ——检测器压强, MPa。

附加说明:

本标准由北京分析仪器研究所提出并归口。

本标准由北京分析仪器厂负责起草。

本标准主要起草人: 杨建和。