



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 32205—2015

---

## 气相色谱用热导检测器测试方法

Standard practice for testing thermal conductivity detectors used in  
gas chromatography

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

## 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：上海天美科学仪器有限公司、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、北京东西分析仪器有限公司、重庆川仪分析仪器有限公司、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：丁素君、马雅娟、杨任、李征、赵庆军、孟庆祥、关文顺、娄兴军。

## 气相色谱用热导检测器测试方法

### 1 范围

本标准规定了气相色谱用热导检测器性能的测试方法。

本标准适用于使用细丝(热敏金属丝)或热敏元件的气相色谱用热导检测器。

### 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。

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 符号和缩略语

下列符号和缩略语适用于本文件。

$A$  ——峰面积,  $\text{mV} \cdot \text{min}$ ;

$A_c$  ——计算得到的峰面积(峰高乘以半峰宽),  $\text{mV} \cdot \text{min}$ ;

$A_i$  ——积分得到的峰面积,  $\text{mV} \cdot \text{min}$ ;

$C$  ——被测物在载气中的静态浓度,  $\text{mg/mL}$ ;

$C_d$  ——检测器内的被测物相对于载气的浓度,  $\text{mg/mL}$ ;

$C_t$  ——注入稀释瓶后  $t$  时刻载气中被测物浓度,  $\text{mg/mL}$ ;

$C_0$  ——被测物在稀释瓶中的初始浓度,  $\text{mg/mL}$ ;

$D$  ——最小检测限,  $\text{mg/mL}$ ;

$E$  ——检测信号,  $\text{mV}$ ;

$F_a$  ——柱后或检测器出口的载气流量,  $\text{mL/min}$ ;

$F_c$  ——经过检测器、稀释瓶或渗透管的温度校正过的载气流量,  $\text{mL/min}$ ;

$N$  ——噪声,  $\text{mV}$  或  $\mu\text{V}$ ;

$P_a$  ——大气压,  $\text{Pa}$ ;

$P_d$  ——检测器内载气压力,  $\text{Pa}$ ;

- $P_w$  —— 室温时水的分压, Pa;
- $R_T$  —— 特定温度下渗透管内被测物的渗透率, mg/mL;
- $S$  —— 检测器灵敏度, mV · mL/mg;
- $S_{max}$  —— 在半对数坐标纸上绘制的灵敏度对浓度曲线中灵敏度的最大值, mV · mL/mg;
- $T$  —— 检测器响应时间, s;
- TCD —— 热导检测器(thermal conductivity detector);
- $T_d$  —— 检测器温度, K;
- $T_f$  —— 稀释瓶温度, K;
- $T_0$  —— 室温, K;
- $t$  —— 时间, min;
- $V_e$  —— 检测器有效体积,  $\mu$ L;
- $V_f$  —— 稀释瓶容积, mL;
- $W$  —— 对应于一个色谱峰的载气中被测物质量, mg。

#### 4 一般说明

- 4.1 本标准描述了不包括色谱柱单独检测器的自身性能,当检测器连接到色谱柱和其他色谱系统组件时,也可用它来评价整个系统的性能。
- 4.2 除非热导检测器(TCD)推荐使用方法中有特殊要求,常规气相色谱检测程序都应参照 ASTM E260,气相色谱仪的定义及其相关的术语应参照 ASTM E355。
- 4.3 关于热导检测器的原理,构造和操作说明,见参考文献<sup>[1-4]</sup>。
- 4.4 尽管可在单一或不同条件下观测到热导检测器各项特性的每一项,但是本标准是在相同的操作条件下获得的整个检测器的性能指标。也应注意:规定的检测器的整体性能,应在检测器使用范围内多种设定条件下进行测量。本标准中的术语和试验方法在任何情况下普遍适用。
- 4.5 数据处理系统的线性和响应速度应保证准确反映检测器的性能。有效的数据处理系统的响应速度应足够快,其影响对灵敏度测量可忽略不计(见参考文献<sup>[5,6]</sup>)。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。

#### 5 危险性

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。

气体操作安全:色谱仪使用压缩气体和低温液体的安全操作是每个实验室的责任。压缩气体协会(CGA)是专业和大宗气体供应商的会员组织,颁布了下列标准帮助实验室里的化学工作者建立安全的工作环境。可适用的标准有:CGA P-1,CGA G-5.4,CGA P-9,CGA V-7,CGA P-12 和 HB-3。

#### 6 灵敏度(响应)

##### 6.1 定义

6.1.1 热导检测器的灵敏度是载气中被测物的单位浓度的信号输出,依照下列式(1)(见参考文献<sup>[7]</sup>):

$$S = AF_e/W \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$S$  ——灵敏度,单位为毫伏毫升每毫克( $\text{mV} \cdot \text{mL}/\text{mg}$ );

$A$  ——峰面积,单位为毫伏分( $\text{mV} \cdot \text{min}$ );

$F_c$  ——载气流量(经过检测器温度校正后),单位为毫升每分( $\text{mL}/\text{min}$ );

$W$  ——载气中被测物的质量,单位为毫克( $\text{mg}$ )。

6.1.2 如果载气中被测物浓度与检测器信号的对应关系已知,那么灵敏度可用式(2)表示。

$$S = E/C_d \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$E$  ——峰高,单位为毫伏( $\text{mV}$ );

$C_d$  ——检测器内的被测物相对于载气的浓度,单位为毫克每毫升( $\text{mg}/\text{mL}$ )。

## 6.2 测试条件

6.2.1 优先采用正丁烷作为测试标准样品。

6.2.2 应在检测器的线性范围内进行测量。

6.2.3 在相同条件下,进行测量的信号水平至少应比最小检测限大 100 倍(200 倍以上的噪声水平)。

6.2.4 应给出相同条件下检测器的漂移。

6.2.5 应给出检测器灵敏度的测试物质和条件,包括以下几点,但并不仅限于此:

- a) 检测器类型(例如:铂-钨丝类型);
- b) 检测器的几何结构(例如:流动型,扩散型);
- c) 检测器内部体积;
- d) 载气类型;
- e) 载气流量(经检测器温度校正);
- f) 检测器温度;
- g) 检测电流;
- h) 测量方法;
- i) 供电类型(例如:恒压,恒流);
- j) 对于毛细管检测器,辅助气,载气和参比气的流量应加以说明。

## 6.3 测量方法

6.3.1 灵敏度的测量可用下面三种方法中的任意一种:

- a) 用指数稀释瓶的指数衰减法(见参考文献<sup>[8,9]</sup>)(见 6.4);
- b) 在稳态条件下,用渗透管法(见参考文献<sup>[10]</sup>)(见 6.5);
- c) 在动态条件下,采用 Young 氏装置法(见参考文献<sup>[11]</sup>)(见 6.6)。

6.3.2 不推荐使用实际色谱层析图计算热导检测器的灵敏度,因为在这种情况下,无法准确获得被测物的量与峰之间的对应关系。

## 6.4 指数衰减法

6.4.1 用已知流量的载气吹扫一个固定体积并装有磁力搅拌器的稀释瓶。瓶子的流出气直接进入检测器。在瓶中加入一定数量的被测物质,其在载气中的初始浓度为  $C_0$ ,开始计时。

6.4.2 在任意时刻瓶出口处载气中被测物的浓度可用式(3)计算。

$$C_t = C_0 \exp[-F_c t/V_f] \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$C_t$  ——被测物进入瓶后  $t$  时刻的浓度,单位为毫克每毫升( $\text{mg}/\text{mL}$ );

- $C_0$ ——被测物进入瓶后的初始浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $F_c$ ——用稀释烧瓶温校正过的载气流量,单位为毫升每分(mL/min);
- $t$ ——时间,单位为分(min);
- $V_f$ ——稀释瓶容积,单位为毫升(mL)。

6.4.3 为确定检测器中被测物浓度  $C_d$ ,有必要建立如下温度校正式(4)。

$$C_d = C_t(T_f/T_d) \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $C_d$ ——检测器内的被测物相对于载气的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $T_f$ ——稀释瓶温度,单位为开尔文(K);
- $T_d$ ——检测器温度,单位为开尔文(K)。

6.4.4 任意浓度下检测器的灵敏度,见式(5)。

$$S = E/C_d \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $S$ ——灵敏度,单位为毫伏毫升每毫克(mV·mL/mg);
- $E$ ——检测信号,单位为毫伏(mV);
- $C_d$ ——检测器中被测物浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

注1:此方法在流量和稀释瓶容积测量不准确时会引起较大误差。在测量任一变量时如果有1%的误差,对于20%浓度的样品将会由误差传递产生2%的误差,而对于60%浓度的样品将会由误差传递产生6%的误差,因此,此方法在单次运行时,浓度不能超过20%。

注2:如果稀释瓶和流量测量设备的温差为1℃,又没有得到补偿,将会给流量引入0.33%的误差。

注3:应该特别注意要避免稀释瓶和检测器之间的连接有死体积,不然也会在计算时带来额外的误差。

注4:稀释瓶的最佳容积在100 mL~500 mL之间。应避免使用大于500 mL的稀释瓶,因为这将难以有效地混合,并可能产生温度梯度。

## 6.5 渗透管法

6.5.1 渗透管是由挥发性液体密封在一段塑料管中组成。挥发性液体的蒸汽通过管壁扩散,从而提供低浓度蒸汽。对于一个特定渗透管,其扩散速度仅取决于温度。经过一定时间后,质量损失可被精确地测定,从而扩散率也可被准确地确定。因此,这种装置可被用作初级标准。

6.5.2 想要得到精确的已知浓度,可以在恒温条件下将气体通过已经校准的渗透管。被测物浓度可以根据式(6)得到:

$$C = R_T/F_c \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $C$ ——气体中被测物的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- $R_T$ ——一定温度下渗透管内被测物渗透率,单位为毫克每分(mg/min);
- $F_c$ ——一定温度下通过渗透管的气体流量,单位为毫升每分(mL/min)。

如果测量气体流量时的温度与管路温度不同时,用附录A方法校正。

6.5.3 当使用渗透管方法测试热导检测器时,在恒温条件下,载气先通过已校准含有被测物的渗透管,再迅速进入检测器,保持理想温度。载气中已知浓度的被测物在一定温度下离开渗透管后,在检测器温度下的浓度可以通过6.4.2的校正方法直接计算得到。利用这个值和检测信号,检测器的灵敏度可以根据6.4.4给出的公式获得。

注:渗透管方法只适用于 $1 \times 10^{-6}$ 级的低浓度样品测试。因此,此方法不适用低灵敏度或高噪声水平的检测器,即不符合6.2.3中给出的“至少比噪声水平高200倍的信号”要求。

## 6.6 动态方法

6.6.1 此方法为在流动的气流中注入已知量的被测物质。在进样器和检测器间以长的空管连接,样品

在空管中展宽成高斯谱带的形式。之后用任何适宜的方法对检测信号进行积分。此方法的优点是,对仪器或设备没有特殊的要求,只需传统的色谱仪即可。为了使检测器适应毛细管柱的流量,应采用无涂层,惰性的熔融石英管。

6.6.2 检测器的灵敏度可以根据 6.1.1 中峰面积计算得到。

注 1: 应注意,获得的峰应足够的宽以保证积分精度不被检测器或者数据处理系统的响应时间所限制。

注 2: 对于一个高峰来说用积分方法得到的峰面积( $A_i$ )与采用峰高乘以半峰宽得到的峰面积( $A_c$ )相差 6%,见式(7):

$$A_c = 0.94A_i \quad \dots\dots\dots(7)$$

## 7 最小检测限

### 7.1 定义

最小检测限是给出两倍于噪声的检测信号的载气中被测物的浓度,可通过灵敏度和噪声值按式(8)计算。

$$D = 2N/S \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$D$  ——最小检测限,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$N$  ——噪声水平,单位为毫伏(mV);

$S$  ——检测灵敏度,单位为毫伏毫升每毫克(mV·mL/mg)。

### 7.2 测试条件

根据第 6 章规定的灵敏度测量;根据第 10 章规定的噪声测量。两步测量都应在相同条件下(例如,相同的载气类型和流量、检测器温度和电流)进行,并且最好同时测量。当给出最小检测限时,应指明噪声根据哪种计算方法得到。

## 8 线性范围

### 8.1 定义

8.1.1 热导检测器的线性范围是指,载气中被测物的浓度值对应检测器的灵敏度的线性回归图变化不超过 5%范围,该范围可由 8.2.2 中的线性图得到。

8.1.2 线性范围可用以下三种方式表示:

a) 从线性图上获得的线性的上限与最小检测限之比,两者以相同的样品测定。计算见式(9):

$$LR = (C_d)_{\max}/D \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

$LR$  ——检测器的线性范围;

$(C_d)_{\max}$  ——从线性图上获得的线性上限,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$D$  ——最小检测限,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

如果线性范围通过这种比例形式表示,应给出最小检测限。

b) 给出最小检测限和线性上限(例如, $1 \times 10^{-6}$  mg/mL $\sim 2 \times 10^{-1}$  mg/mL)。

c) 给出线性图,在图中标明最小检测限。

### 8.2 测量方法

8.2.1 要确定热导检测器线性范围,可以使用指数衰减法(6.4)或动态方法(6.6)。除了极端特殊的检

测器,渗透管法(6.5)由于有浓度范围的限制而不常使用。

8.2.2 用上述方法测量各种浓度的被测物对应的灵敏度。以灵敏度对浓度对数作半对数图,如图 1 所示。用平滑曲线连接数据点。线性上限为  $0.95 \times S_{\max}$  线与实测线的交点,式中  $S_{\max}$  表示曲线中灵敏度的最大值点。

注:动态法与指数衰减法相比,在某种程度上给出的线性上限稍大,因为积分信号平均了在检测器非线性范围内的信号增量。

8.2.3 线性范围的表示见 8.1.2。

8.2.4 给出线性图中的线性范围(见图 1),按 6.2.5 规定列出测试条件。

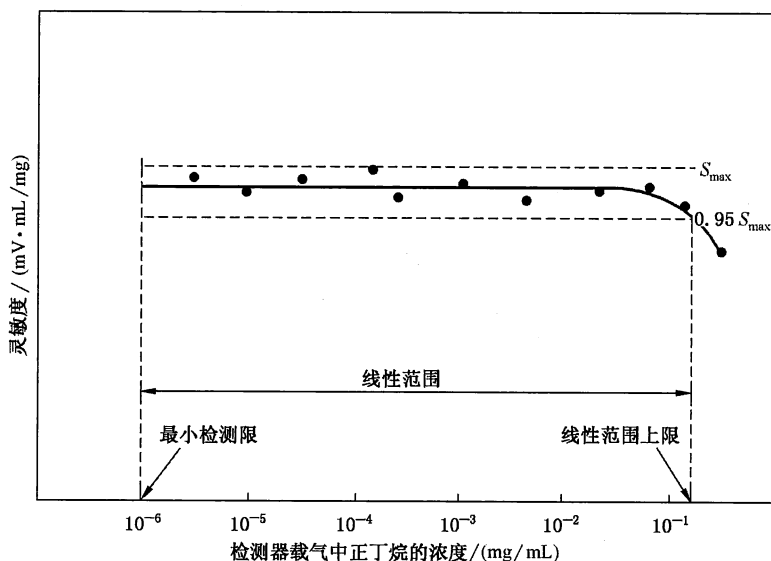


图 1 TCD 线性图示

## 9 动态范围

### 9.1 定义

9.1.1 检测器的动态范围是被测物浓度发生变化使得检测器信号伴随发生变化的浓度范围。下限由最小检测限获得。上限就是当浓度的微小增加会引起检测信号可见增加时的最高浓度。动态范围定义为上限和下限之比,它只可能比线性范围大,不可能比线性范围小。

9.1.2 动态范围可以用三种不同的方式来表达:

- 动态范围上限与最小检测限比值(例如,  $2 \times 10^6$ , 其中最小检测限为  $1 \times 10^{-6}$  mg/mL);
- 最小检测限和动态范围上限(例如,  $1 \times 10^{-6}$  mg/mL ~ 2 mg/mL);
- 给出动态曲线图,在图中标明最小检测限。

### 9.2 测量方法

9.2.1 采用指数衰减法(见 6.4),测量载气中不同浓度( $C_d$ )的被测物的检测器输出信号( $E$ )。以  $E$  对  $C_d$  作直角坐标图,如图 2 所示,将数据点连接成平滑曲线。动态范围上限是斜率为零时的浓度。

9.2.2 动态范围表示见 8.1.2。

9.2.3 在给定动态范围或动态范围曲线时,按 6.2.5 规定列出测试条件。

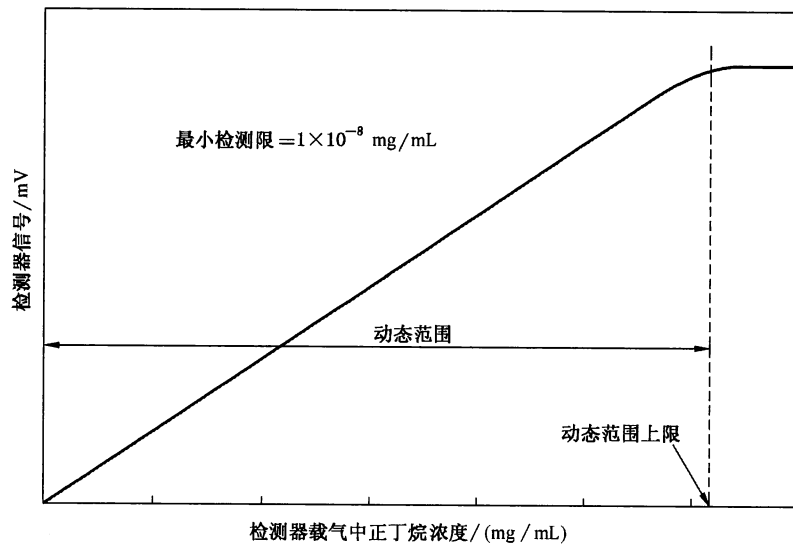


图2 TCD 动态范围曲线图示

## 10 噪声和漂移

### 10.1 定义

10.1.1 噪声:以 mV 表示,基线振幅,指基线上峰-峰包络线的幅度。包括每分钟一个或多个周期的有序的任一频率的检测信号的随机变化(如图 3)。噪声仅指观测到的噪声。由于观察到的噪声是检测器信号的频率、响应速度和测量电路带宽的函数,依据检测器信号采集或监测的方法的不同,系统的实际噪声可能比观察到的更大或更小。

10.1.2 漂移:漂移是测量超过 0.5 h 后,噪声包络线的平均斜率,用 mV/h 表述。

### 10.2 测量方法

10.2.1 将衰减器设置在最大灵敏度(即最小衰减)档,调整检测器的输出至零点在数据处理系统的量程中部记录数据,至少记录 0.5 h 的基线。

10.2.2 绘制两条平行线形成一个封闭区域,包络线包围接近每分钟不少于一个周期。测量两条平行线间垂直于时间轴的距离,就是噪声值,用 mV 表示。

10.2.3 测量超过 0.5 h 下面一根包络线的变化净值(见图 3),将该值乘以 2,就是每小时的漂移值,以 mV/h 为单位。

10.2.4 在性能中给出热导检测器噪声和漂移值,按 6.2.5 规定列出测试条件。

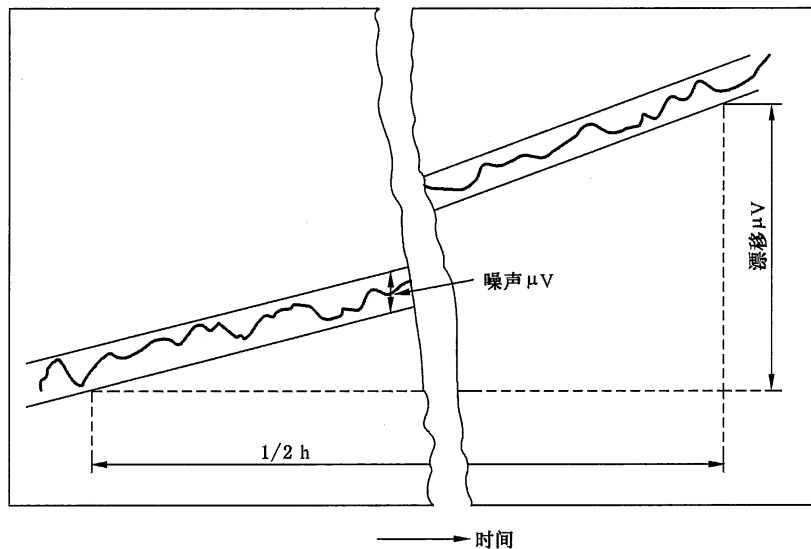


图 3 TCD 噪声和漂移测量图示

## 11 响应时间

### 11.1 定义

11.1.1 给定流量下的检测器的响应时间(响应速度)是气体组分以浓度阶跃的方式进入检测器时,在检测器的线性范围内,检测器输出信号到达重新平衡值的 63.2% 所需的时间。在性能指标中应给出检测器的内部体积和几何结构。响应时间可在不同的流量下测定并标出。

11.1.2 检测器的响应时间由有效体积和感应元件的时间常数综合决定。有效体积决定了样品进入测量区产生组分变化所需的时间;时间常数是电子元件对浓度变化的产生反应所需时间。响应时间这个指标,有时也有可能用有效体积和时间常数来单独表述。

注:对于几何扩散型检测器,组分进入测量区达成平衡所需要的时间主要取决于测量区的体积、长度,直径及扩散路径,也与载气-被测物之间的扩散系数有关。对于流动型检测器,响应时间由测量区的体积和载气流量决定。因此,测量区的内在体积和几何结构以及载气流量有必要完整地说明。

### 11.2 测量方法

11.2.1 以阶跃方式进入检测器中的气体组分的浓度信号被输出和记录。信号到达重新平衡值的 63.2% 时所需的时间,可由图 4 来确定。应在不同流量下进行重复测试试验。

11.2.2 测量所选用的流量选择应依据检测器设计连接色谱柱的类型(直径)。表 1 列出了几种色谱柱类型的典型流量。流量应根据检测器温度进行校正。

11.2.3 组成的阶跃变化可通过快速阀切换获得,从含有被测物的载气切换到纯载气或者切换到含有不同浓度被测物的载气。被测物可以采用文献<sup>[12]</sup>提供的方法,通过一个饱和器使可挥发液体在载气中饱和得到。

注:设备设计应防止两种气体在检测器前逆向混合,逆向混合会导致扩散性组分的变化。

11.2.4 此外,也可使用含有已知量的被测物与载气的混合物。

11.2.5 被测物的浓度应在检测器的线性范围内。

注:注意调整流量,以保证当组成改变时流量不发生变化;否则将因检测器灵敏度的变化引入误差。

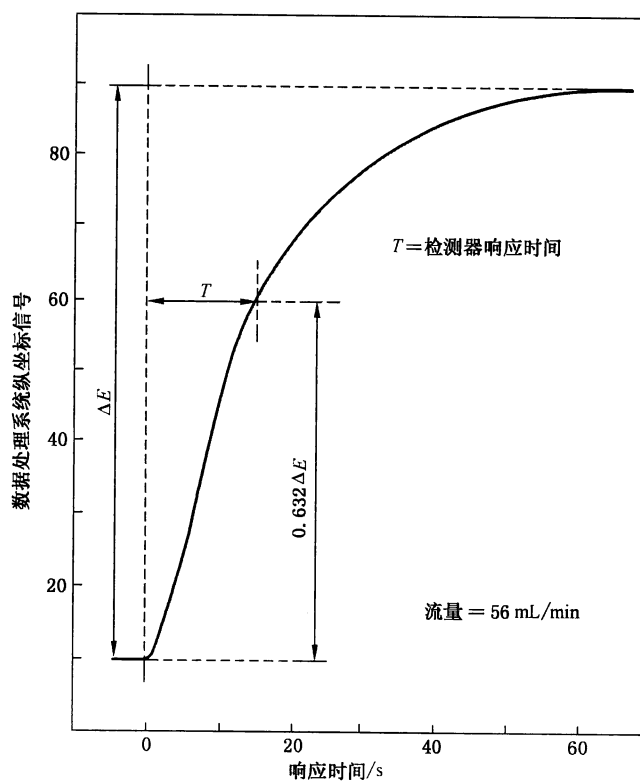


图 4 TCD 响应时间测量图示

### 11.3 计算

#### 11.3.1 热导检测器的响应时间有两种表示方法：

- 时间用类似图 4 的方法绘制得出,单位:s;流量用试验获得,单位:mL/min;
- 以响应时间对载气流量作图(见图 5),时间的单位:s;流量单位:mL/min。

表 1 不同色谱柱类型的典型载气流量

色谱柱外径 mm(in)	色谱柱内径 <sup>a</sup> mm(in)	流量 mL/min
0.5 (0.02)开口柱	0.25~0.32(0.01)	13
0.75 (0.03)开口柱	0.53(0.2)	5~25
1.6 (1/16)	0.25~1.02(0.01~0.04)	1~10
3.2 (1/8)	2.16(0.085)	10~30
6.4 (1/4)	4.57(0.180)	50~100
<sup>a</sup> 典型值。		

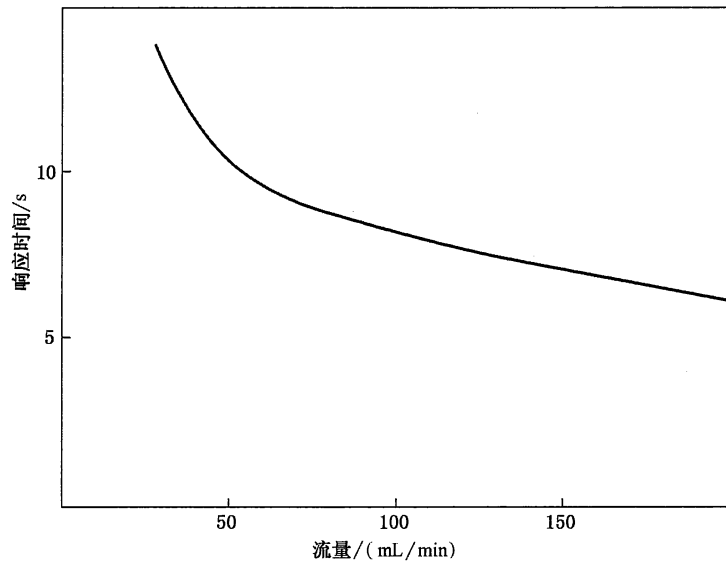


图 5 TCD 响应时间对流量作图图示

注：推荐使用响应时间对载气流量作图，因为它更直观地提供检测器的内部体积和感应元件时间常数对响应时间的影响。

在任何一种情况下，应标出检测器的几何结构（例如，扩散型或直通型）和内部体积（ $\mu\text{L}$ ）。

11.3.2 检测器的有效体积和感应元件的时间常数可采用下述方法得到：

- a) 响应时间(s)对流量倒数( $\text{s/L}$ )作图，经过这些数据点画一条直线，外推至流量的倒数为零（即，无限流量），如图 6 所示。
- b) 热导检测器有效体积就是该直线的斜率，见式(10)：

$$V_c = [\Delta T / \Delta(1/F_c) 60] 10^3 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$V_c$ ——检测器的有效体积，单位为微升( $\mu\text{L}$ )；

$T$ ——检测器的响应时间，单位为秒(s)；

$F_c$ ——检测器温度校正过的载气流量，单位为毫升每分( $\text{mL/min}$ )。

- c) 感应元件的时间常数等于直线的截距，即直线与纵坐标的交点值。

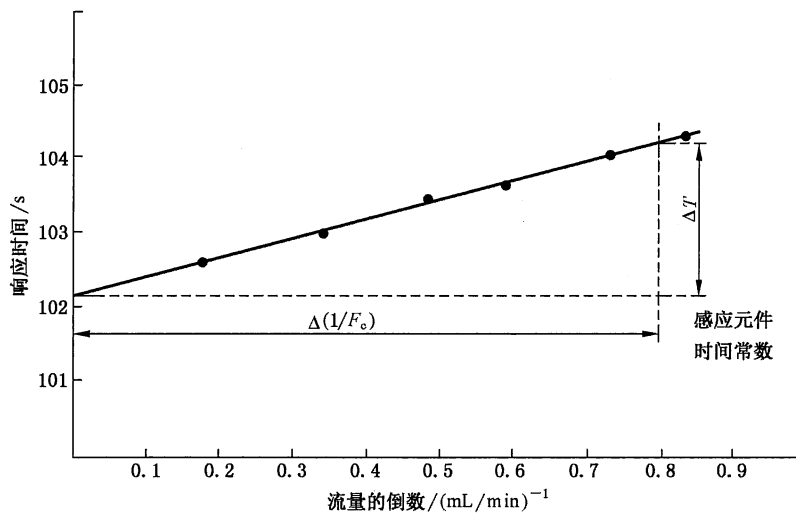


图 6 TCD 有效体积和响应常数测量图示

11.3.3 检测器有效体积和感应元件的时间常数也可以通过 Kieselbach<sup>[13]</sup>法确定,具体方法为:

- 使用高速进样阀向检测器注入一定体积的空气样品。根据记录的峰型确定不同流量下的响应时间。过拐点画切线,响应时间等于两条切线交点坐标到 37% 高度处坐标之间的时间间隔(见图 7)。
- 采用 11.3.2 a) 中的方法作图,根据 11.3.2 b) 和 11.3.2 c) 计算有效体积和时间常数。

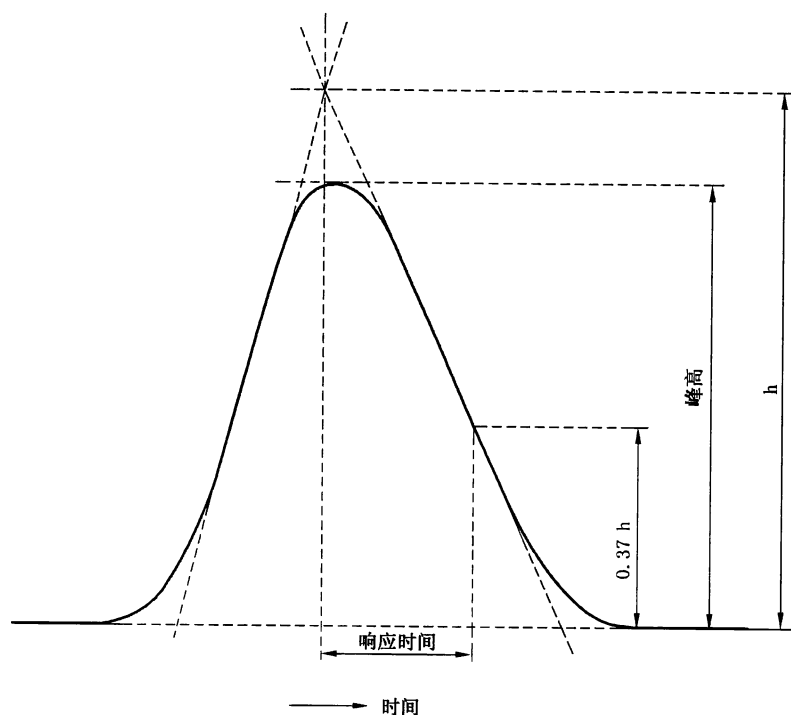


图 7 TCD 用空气峰计算响应时间图示

## 12 标准值

在最佳条件以及制造商推荐的电流条件下测得的检测器特性,通常会落在表 2 列出的典型值范围内,表 2 也给出了这些值的表示方法。所有的数据都以正丁烷为测试物质。

表 2 热导检测器性能特性典型值

性能指标	单位	典型值范围
灵敏度	mV · mL/mg	5 000~15 000
最小检测限	mg/mL	$3 \times 10^{-7} \sim 1 \times 10^{-5}$
线性范围(上限)	mg/mL	0.2~2.0
动态范围	mg/mL	2.1~2.4
噪声	$\mu\text{V}$	5~50
漂移	$\mu\text{V}/\text{h}$	20~250
响应时间	s	0.5~5
有效体积	$\mu\text{L}$	5~500
时间常数	s	0.05~0.5

### 13 数据处理

所有的制造商都提供数据处理系统能够记录电流的微小变化,能够将电信号转变为峰面积,单位“ $\text{mV} \cdot \text{s}$ ”,这些数据可用于计算线性范围。

使用峰高是另一种计算方法。这种方法获得的数据的有效性很大程度上依赖于色谱柱的性能,因此不作推荐。

无论使用何种方法来计算线性范围,峰高是确定最小检测限的唯一方法。

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。

**附录 A**  
**(资料性附录)**  
**载气流量校正**

A.1 载气流量通常在室温下测量,因此应校正到检测器的条件。

A.2 校正式(A.1)为:

$$F_c = F_a(T_d/T_0)[1 - (P_w/P_a)](P_a/P_d) \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

$F_c$  ——校正后的流量,单位为毫升每分(mL/min);

$F_a$  ——在室温时,在柱后或检测器出口测量的载气流速,单位为毫升每分(mL/min);

$T_d$  ——检测器温度,单位为开尔文(K);

$T_0$  ——室温,单位为开尔文(K);

$P_w$  ——室温时水的分压,单位为帕(Pa);

$P_a$  ——大气压,单位为帕(Pa);

$P_d$  ——检测压力,单位为帕(Pa)。

A.3 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。

A.4 如果应校正到除检测器温度之外的其他温度,如指数衰减法(6.4.2)或渗透管法(6.5.2),那么指数稀释瓶的温度或渗透管的温度用来替换公式里的 $T_d$ 。

参 考 文 献

- [1] Lawson, A.E., and Miller, J.M., "Thermal Conductivity Detectors in Gas Chromatography," *Journal of Gas Chromatography*, JCHSB, Vol 4, 1966, pp.273-284.
- [2] Ettre, L.S. and Zlatkis, A., *The Practice of Gas Chromatography*, Interscience Publishers, Div. of John Wiley & Sons, New York, N.Y., 1967.
- [3] Guiochen, G. and Guillemin, C.L., "Quantitative Gas Chromatography," *Journal of Chromatography Library*, Vol 42, Elsevier, New York, NY, 1988.
- [4] Lee, M.L., Yang, F.J., and Bartle, K.D., "Open Tubular Gas Chromatography," Wiley-Interscience, Division of John Wiley and Sons, New York, NY 1984.
- [5] Bonsall, R.B., "The Chromatography Slave—The Recorder," *Journal of Gas Chromatography*, JCHSB, Vol 2, 1964, pp 277-284.
- [6] McWilliam, I. G. and Bolton, H. C., "Instrumental Peak Distortion. Effect of Recorder Response Time," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 41, 1969, pp.1762-1770.
- [7] Dimbat, M., Porter, P.E., and Stross, F.H., "Gas Chromatography. Apparatus Requirements for Quantitative Application of Gas-Liquid Partition Chromatography," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 28, 1956, pp.290-297.
- [8] Lovelock, J.E., "Argon Detectors. Author's Additional Comments," *Gas Chromatography Abstracts*, GCHAA, Butterworths, London, 1960, pp.26-27.
- [9] Lovelock, J. E., "Ionization Methods for the Analysis of Gases and Vapors," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 33, 1961, pp.162-168.
- [10] O'Keefe, A. E., and Ortman, G. C., "Primary Standards for Trace Gas Analysis," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 38, 1966, pp.760-763.
- [11] Young, I.G., "The Sensitivity of Detectors for Gas Chromatography," *Gas Chromatography*, GCISA, Academic Press, New York, N.Y., 1961, pp.75-84.
- [12] Schmauch, L.J., "Response Time and Flow Sensitivity of Detectors for Gas Chromatography," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 31, 1959, pp.225-230.
- [13] Kieselbach, R., "Gas Chromatography of Air Peaks. An Experimental Study," *Analytical Chemistry*, ANCHA, Vol 35, 1963, pp.1342-1345.
-