

UDC 543.432



中华人民共和国国家标准

GB 2307—86

气相色谱分析法标准格式

Standard layout for
analytical method by gas chromatography

1986-08-13 发布

1987-07-01 实施

国家标准局 批准

气相色谱分析法标准格式

Standard layout for
analytical method by gas chromatography

本标准规定了制订、修订气相色谱分析法标准时编写标准的格式，在技术文件和学术交流中可参考使用。

本标准等效采用国际标准 ISO 2718—1974《气相色谱化学分析法标准格式》。

1 引用标准

GB 4946—85《气相色谱法术语》。

2 气相色谱分析法标准格式

标准格式主要构成部分和编写顺序如下：

- a. 标题；
- b. 适用范围；
- c. 试剂和材料；
- d. 仪器；
- e. 样品；
- f. 操作步骤；
- g. 结果的表示；
- h. 试验报告；
- i. 危险品。

上述构成部分的具体内容既不是详尽无遗，也不是任何气相色谱分析法标准都必需全部包括的，可根据需要而定。

3 使用标准格式的注释

3.1 标题

气相色谱分析法标准的标题应该明确、完整地表达分析方法的性质（即气相色谱分析法）和测定的物质，要求文字简炼，并便于检索。

例 1¹⁾：气相色谱分析法测定……。

例 2：气相色谱分析法测定……中的……。

例 3：……的气相色谱分析法。

例 4：……中的……的气相色谱分析法。

3.2 适用范围

本条应包括标准主题的细节（样品的物理状态，待测组分的浓度和极限，干涉和影响……）和方法的适用范围。并把这些内容写成简短的摘要。

3.3 试剂和材料

采用说明：1) 例 1~4 是为了便于计算机检索增加的。

危险品的叙述参照本标准 3.9。

3.3.1 载气和辅助气体

- a. 名称、纯度；
- b. 杂质含量和净化方法。

3.3.2 配制标准样品和试样预处理时使用的试剂和材料

- a. 名称、纯度；
- b. 杂质含量和净化方法。

3.3.3 制备色谱柱时使用的试剂和材料

- a. 色谱柱和填充物参考 3.4.3 “色谱柱”中的有关内容；
- b. 溶剂。

3.4 仪器

3.4.1 仪器的型号

3.4.1.1 组件（柱箱、温度调节……）的特性，特殊的部件。

3.4.1.2 控制载气和辅助气体压力和流速的部件。

3.4.2 进样器件

3.4.2.1 进样器

- a. 类型；
- b. 材料。

3.4.2.2 特性。

3.4.2.3 各种附件。

3.4.3 色谱柱（及前置柱）

3.4.3.1 色谱柱的类型

- a. 填充柱；
- b. 毛细管柱¹⁾。

3.4.3.2 色谱柱的数量、组合、切换。

3.4.3.3 色谱柱的特征

- a. 材料；
- b. 长度；
- c. 内径；
- d. 形状；
- e. 特殊的预处理。

3.4.3.4 填充物

3.4.3.4.1 载体

- a. 名称、型号、生产厂；
- b. 粒度；
- c. 预处理。

3.4.3.4.2 固定液

- a. 名称及其化学性质；
- b. 液相载荷量；
- c. 涂渍固定液的方法²⁾。

3.4.3.4.3 吸附剂

采用说明：1) 是增加的。

2) 是增加的。

- a. 名称、型号、生产厂；
 - b. 粒度；
 - c. 活化。
- 3.4.3.4.4 其他填充物
- a. 改性吸附剂；
 - b. 化学键合相¹⁾；
 - c. 高分子多孔小球。
- 3.4.3.5 填充方法和填充物的质量。
- 3.4.3.6 色谱柱的老化²⁾。
- 3.4.3.7 柱效能和分离度
- a. 在给定条件下的柱效能；
 - b. 在给定条件下的分离度。
- 3.4.4 分流器。
- 3.4.5 检测器
- a. 类型；
 - b. 器件的特性；
 - c. 直流稳压稳流电源和测量单元的特性。
- 3.4.6 记录器
- a. 型号；
 - b. 满标量程；
 - c. 灵敏度；
 - d. 满标时间。
- 3.4.7 数据处理系统
- a. 积分仪；
 - b. 微处理机。
- 3.4.8 其他附件。
- 3.5 样品
- 3.5.1 样品的性质
- a. 名称；
 - b. 状态；
 - c. 稳定性；
 - d. 推测的组分。
- 3.5.2 采样方法和贮存方法。
- 3.5.3 试样的预处理
- 预处理试样应该说明以下细节：
- a. 改变样品的状态的技术；
 - b. 样品的稀释；
 - c. 样品的化学处理；
 - d. 样品的提取；
 - e. 样品的富集。
- 3.5.4 分析时可能涉及的特殊考虑（挥发性、稳定性、爆炸性、毒性、放射性等）的叙述参照本标

采用说明：1) 是增加的。

2) 是增加的。

准 3.9。

3.6 操作步骤

3.6.1 调整仪器

3.6.1.1 汽化室

温度及其允许的极限。

3.6.1.2 柱箱和色谱柱

3.6.1.2.1 温度

- a. 恒温：温度及其允许的极限。
- b. 程序升温：起始的温度及其恒定时间；升温的程序；最终的温度及其恒定时间。

3.6.1.2.2 载气流速

- a. 恒压：流速；色谱柱进口压力和出口压力。
- b. 程序变流：起始的时间和流速；变流程序。
- c. 反吹。

3.6.1.2.3 补充载气的调节¹⁾。

3.6.1.3 分流器的分流比。

3.6.1.4 检测器

- a. 温度及其允许的极限；
- b. 电压和电流的控制；
- c. 辅助气体的调节。

3.6.1.5 记录器

- a. 衰减；
- b. 纸速。

3.6.1.6 积分仪、微处理机的控制条件。

3.6.2 校准

3.6.2.1 定量分析中一般常用的校准方法

3.6.2.1.1 归一法：见 GB 4946—85《气相色谱法术语》5.13。

3.6.2.1.2 内标法：见 GB 4946—85《气相色谱法术语》5.14。

3.6.2.1.3 外标法：见 GB 4946—85《气相色谱法术语》5.15。

3.6.2.1.4 绝对法：见 GB 4946—85《气相色谱法术语》5.16。

3.6.2.1.5 叠加法：见 GB 4946—85《气相色谱法术语》5.17。

上述五种校准方法使用的条件如下表：

方 法	洗 脱 组 分	检 测 器	进 样 量	色 谱 仪 的 操 作 条 件
归一法	全部组分	线性	不需严格控制	分析时应该稳定
内标法	待测组分	线性	不需严格控制	分析时应该稳定
外标法	待测组分	线性	可重复	至少连续两次组分分析时应该稳定
绝对法	待测组分	线性或非线性	需已知并可重复	分析一系列组分时应该稳定，一日和另一日可重复
叠加法	待测组分	线性	可不重复	至少连续两次组分分析时应该稳定

采用说明：1) 是增加的。

3.6.2.2 标准样品

3.6.2.2.1 使用次数

- a. 用于测定校正因子的标准样品，应该说明仅用一次，还是需要周期性的重复校准（出周期）；
- b. 每次分析时使用标准样品。

3.6.2.2.2 标准样品的制备方法。

3.6.2.2.3 气相色谱法中使用标准样品的条件

- a. 注入已知的或相等的量；
- b. 调节仪器的重复性条件；
- c. 标准样品与试样尽可能依次地或同时地进行分析。

3.6.2.3 校准数据的表示

3.6.2.3.1 用曲线形式

- a. 标度的选择；
- b. 曲线图的绘制方法；
- c. 特殊形式的表示。

3.6.2.3.2 用因子形式

- a. 用标准样品气相色谱的分析结果的计算方法；指出单位；
- b. 用理论数据（气体密度天平、火焰离子化有效碳数法等）的计算方法；
- c. 指定校正因子等于 1 的近似计算方法。

3.6.3 试验

3.6.3.1 试样的制备（内标法与叠加法）

- a. 样品的体积或质量；
- b. 内标物质（内标法）的体积或质量；
- c. 加入待测组分（叠加法）的体积或质量；
- d. 试样与内标物质或待测组分的混合方法。

3.6.3.2 进样

- a. 进样方式^D；
- b. 进样量；
- c. 操作。

3.6.3.3 记录

- a. 衰减和纸速的变化；
- b. 组分（或内标物质）的色谱峰；
- c. 基线漂移。

3.6.4 色谱图的考察

3.6.4.1 标准色谱图

每种方法至少应该有一张典型的标准色谱图，并明确地标明必要的内容。

3.6.4.2 定性分析

- a. 各组分（色谱峰）的洗脱次序；
- b. 保留值；
- c. 可能存在的干扰；
- d. 鉴定的辅助方法。

3.6.4.3 定量分析

- a. 色谱峰的测量；

采用说明：1) 是增加的。

- b. 计算（换算到校准曲线，应用图或公式）；
- c. 特殊方法。

3.7 结果的表示

3.7.1 定性结果

- a. 出现组分的数目；
- b. 被鉴定组分的名称。

3.7.2 定量结果

- a. 含量和含量的表示方法；
- b. 精密度（重复性和再现性）；
- c. 检测限。

3.7.3 未鉴定的组分的保留值及其计算。

3.8 试验报告

试验报告中应该包括下列内容：

- a. 采用方法的参考资料；
- b. 结果和表示方法，尽可能列出计算公式；
- c. 一些特殊的细节以及分析时必须注意的要点；
- d. 未包括在本方法中其他可用的操作或认为是可选择的操作。

3.9 危险品

已知具有危险的物质应该在本标准 3.3 中注明。本条应该把全部危险品、采取预防措施的资料（或相应的参考资料）汇集在一起，并加上适当的小标题，例如：

- a. 有毒危险品；
- b. 爆炸性危险品；
- c. 放射性危险品。

附 录 A
定量分析方法的计算公式
(补充件)

A.1 归一法

$$X_i\% = \frac{f_i \cdot A_i}{\sum (f_i \cdot A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (A1)$$

式中：\$X_i\$——试样中组分 i 的百分含量；

\$f_i\$——组分 i 的校正因子；

\$A_i\$——组分 i 的峰面积，\$cm^2\$。

A.2 内标法

$$X_i\% = \frac{m_s \cdot A_i \cdot f_{s,i}}{m \cdot A_s} \times 100 \dots\dots\dots (A2)$$

式中：\$X_i\$——试样中组分 i 的百分含量；

\$m\$——试样的质量，g；

\$m_s\$——加入内标物质的质量，g；

\$A_i\$——组分 i 的峰面积，\$cm^2\$；

\$A_s\$——内标物质的峰面积，\$cm^2\$；

\$f_{s,i}\$——组分 i 与内标物质相比的校正因子。

A.3 外标法

$$X_i = E_i \times \frac{A_i}{A_E} \dots\dots\dots (A3)$$

式中：\$X_i\$——试样中组分 i 的含量；

\$E_i\$——标准试样中组分 i 的含量；

\$A_i\$——试样中组分 i 的峰面积，\$cm^2\$；

\$A_E\$——标准试样中组分 i 的峰面积，\$cm^2\$。

A.4 绝对法

峰值与量的关系用制成的表格、曲线或图进行计算。

A.5 叠加法*

$$X_i\% = \frac{m_i \cdot A_i A_j'}{m (A_i' A_j - A_i A_j')} \times 100 \dots\dots\dots (A4)$$

式中：\$X_i\$——试样中组分 i 的百分含量；

* 叠加法计算公式原文有误，本标准已作修正。

A_i ——试样中组分 i 的峰面积, cm^2 ;

A'_i —— m 试样加入 m_i 组分 i 后, 组分 i 的峰面积, cm^2 ;

A_j ——试样中组分 i 邻近组分 j 的峰面积, cm^2 ;

A'_j —— m 试样加入 m_i 组分 i 后, 邻近组分 j 的峰面积, cm^2 ;

m ——试样的质量, g ;

m_i ——加入组分 i 的质量, g 。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出, 由化工部标准化研究所归口。

本标准由化工部标准化研究所负责起草。

本标准主要起草人蔡建安。