



T/CAIA

# 中国分析测试协会标准

T/CAIA/YQ006-2018

---

## 离子色谱仪性能测试方法

Performance testing method of Ion chromatography

2018-12-28 发布

2019-03-01 实施

---

中国分析测试协会发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国分析测试协会标准化委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：大连依利特分析仪器有限公司

本标准参与起草单位：中国分析测试协会、中国计量科学研究院、中国科学院化学所、北京大学、中国科学院生态环境研究中心、赛默飞世尔科技中国有限公司、上海天美科学仪器有限公司、青岛盛翰色谱技术有限公司、青岛普仁仪器有限公司

本标准主要起草人：孙元社、汪正范、张庆合、刘国詮、刘虎威、牟世芬、李彤、梁立娜、虞雄华、张习志、侯倩慧

# 离子色谱仪性能测试方法

## 1 范围

本标准规定了离子色谱仪主要性能的测试方法。

本标准测试方法分为单元部件和仪器整机两部分。

## 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，仅所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(包括所有的修改版)适用于本文件。

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 25472-2010 色谱数据工作站

GB/T 32267-2015 分析仪器性能测定术语

JJG 823-2014 离子色谱仪检定规程

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 条件要求

### 3.1 仪器工作条件

环境温度：15℃~35℃；

相对湿度：20%~80%；

供电电源：电压 220V±22V，频率 50Hz±0.5Hz，并接地良好；

室内避免易燃、易爆和强腐蚀性气体及强烈震动、电磁干扰，有良好的通风装置。

### 3.2 试验条件

试验用计量仪器、仪表和玻璃器皿等均按有关规定，经计量检定单位检定合格并满足量程和精度的要求；

标准溶液与试剂：标准溶液应使用满足相关标准的有证标准物质，并按照相关要求配制，各种试剂应使用优级纯或分析纯。

## 4 单元部件性能指标的测定

### 4.1 恒流泵

#### 4.1.1 密封性

##### 4.1.1.1 设备与试剂

高压截止阀一个，耐压不小于仪器压力上限 120%；精密压力表一个，量程不小于仪器压

力上限的 120%，0.4 级；三通一个；秒表一块，分度值不大于 0.1s；滤纸若干。

纯水：二次蒸馏水或去离子水，满足《GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法》中一级水要求，以下同。

#### 4.1.1.2 测试方法

通过三通将恒流泵、高压截止阀和精密压力表连接，恒流泵最高压力设定为仪器压力上限 90% 处。以纯水为流动相，待系统排出气体，流量设置为 0.1 mL/min；运行仪器，将高压截止阀处于截流状态，压力将逐渐上升，达到仪器压力上限 90% 时，停止运行；记录此时压力表示值  $p_1$ ，保持 10 min 后，记录压力示值  $p_2$ 。按式(4-1)计算压力降。并用滤纸检测流路各个连接点是否有泄漏现象。

$$\Delta p = p_1 - p_2 \dots\dots\dots (4-1)$$

式中：

$\Delta p$ ——压力下降值，MPa；

$p_1$ ——达到上限值90%时的压力表示值，MPa；

$p_2$ ——停泵10min后压力表示值，MPa。

#### 4.1.2 流量准确度与精密度

##### 4.1.2.1 设备与试剂

秒表一块，分度值不大于 0.1s；带探针数字温度计一支，分度值不大于 0.1℃；分析天平一台，根据流量大小选择合适载荷，测试质量控制在天平载荷的 60% 左右，准确度不低于 II 级，实际分度值不大于 0.1mg；背压装置一个，在设定流量下可提供(8±2)MPa 背压；合适规格的称量瓶三个。

纯水。

##### 4.1.2.2 测试方法

连接恒流泵入口、出口管路，以纯水为流动相(将数字温度计探针插入流动相内，测定此时流动相的温度)，分别设定仪器流量上限的 1%、10% 和 50%，调整背压在(8±2)MPa。待仪器运行稳定后，按照表 1 要求收集流动相，采用秒表计时，记录数据。分别按照式(4-2)、式(4-3)计算流量准确度和精密度。

表1 恒流泵流量测试要求

设定流量值 $q/(\text{mL}/\text{min})$	收集流动相时间 $t/\text{min}$	测量次数
0.1	10	5
1.0	5	7
5.0	2	7

注：流量的设定可根据恒流泵的流量范围而定，此处以流量上限为10mL/min为例。

$$S_s = \frac{q - p_s}{p_s} \times 100\% \dots\dots\dots (4-2)$$

$$S_R = \frac{q_{\max} - q_{\min}}{\bar{q}_m} \times 100\% \dots\dots\dots (4-3)$$

式中：

$S_s$ —流量准确度，%；

$S_R$ —流量精密度，%；

$q_s$ —流量设定值，mL/min；

$q_m - q_m = (m_2 - m_1) / (\rho t)$ ，流量实测值，mL/min；

$m_1$ —称量瓶质量，g；

$m_2$ —称量瓶+收集流动相质量，g；

$\rho$ —试验温度下流动相密度，g/mL；

$t$ —收集流动相时间，min；

$q_{\max}$ —同一组测量中流量最大值，mL/min；

$q_{\min}$ —同一组测量中流量最小值，mL/min。

$\bar{q}_m$ —同一组流量测量的算术平均值，mL/min

注：为方便起见，可采用检定合格的液体流量计(精度小于等于0.01 mL/min)测试流量准确度与精密度亦可。

### 4.1.3 压力脉动

#### 4.1.3.1 设备与试剂

精密压力表一个，量程不小于仪器压力上限的 120%，0.4 级；背压装置一个：在设定 1.0mL/min 流量下，在 0-30MPa 范围内可调；秒表一块，分度值不大于 0.1s。

纯水。

#### 4.1.3.2 测试方法

依次连接恒流泵、精密压力表、背压装置入口与出口管路，以纯水为流动相，设定流量为仪器流量上限的 10%，调整背压为仪器压力上限的 20%左右（如仪器压力上限为 40MPa，则背压调整在(8±2)MPa；如仪器压力上限为 100MPa，则背压调整在(20±2)MPa。待仪器运行稳定后，监测精密压力表示值，记录 10min 内的最大、最小压力值及平均值（每间隔 1min 读数一次，计算平均值）。按照式(4-4)计算压力脉动率  $\delta_p$ 。

$$\delta_p = \frac{P_{\max} - P_{\min}}{\bar{P}} \times 100\% \dots\dots\dots (4-4)$$

式中：

$P_{\max}$ —10 min内最大压力值，MPa；

$P_{\min}$ —10 min内最小压力值，MPa；

$\bar{P}$ —10 min内平均压力值，MPa。

## 4.2 自动进样器

### 4.2.1 进样准确度与精密度

#### 4.2.1.1 设备与试剂

分析天平一台，准确度不低于 II 级，实际分度值不大于 0.1mg；2mL 样品瓶若干。

纯水。

#### 4.2.1.2 测试方法

启动自动进样器，排除管路气泡，清洗进样针，取 2 mL 的进样瓶，加入一定量的纯水，用分析天平称量，记录数据。按表 2 执行取样，每次取样结束后，均对进样瓶进行称量，记录数据。按式(4-5)和式(4-6)进行计算  $S_s$  和  $S_R$ ，作为进样准确度与精密度\*。

表2 自动进样器进样准确度与精密度测试要求

取样量设定值 V/ $\mu$ L	5	10	20	25	50	100
每次取样遍数	20	10	5	4	2	1
重复取样次数	3	3	3	3	3	3

注：测定过程中同时记录环境温度，根据样品环体积设定大、中、小三个取样量。

$$S_s = \frac{(\bar{V}_m - V_0)}{V_0} \times 100\% \dots\dots\dots (4-5)$$

$$S_R = \frac{V_{\max} - V_{\min}}{\bar{V}_m} \times 100\% \dots\dots\dots (4-6)$$

式中：

$S_S$  — 取样量设定值误差，%，即进样准确度；

$S_R$  — 取样量重复性误差，%，即进样精密度；

$\bar{V}_m$  —  $V_m = (m_2 - m_1) / \rho$ , 每次取样体积平均值的平均值， $\mu\text{L}$ ；

$m_1$  — 样品瓶质量，g；

$m_2$  — 样品瓶+收集流动相质量，g；

$\rho$  — 试验温度下流动相密度，g/mL；

$V_{\max}$  — 同一组测量中取样体积测量最大值， $\mu\text{L}$ ；

$V_{\min}$  — 同一组测量中取样体积测量最小值， $\mu\text{L}$ ；

$V_0$  — 取样量设定值， $\mu\text{L}$ ；

## 4.2.2 线性

### 4.2.2.1 设备与试剂

同 4.2.1.1。

### 4.2.2.2 测试方法

同 4.2.1.2, 依次设定进样体积为  $5\mu\text{L}$ ,  $10\mu\text{L}$ ,  $20\mu\text{L}$ ,  $25\mu\text{L}$ ,  $50\mu\text{L}$  (如样品环体积为  $100\mu\text{L}$ )，每个体积连续测量三次，记录数据，取算术平均值  $\bar{V}_m$ ，与对应的取样体积作一元线性拟合校准曲线，得出线性相关系数  $r$ 。

## 4.2.3 残留

### 4.2.3.1 设备与试剂

离子色谱系统一套，阴离子色谱柱一支(满足相关标准要求，以下同)，以及推荐的洗脱溶剂作为流动相。

### 4.2.3.2 测试方法

将自动进样器连入测试用离子色谱系统中，采用阴离子色谱柱连接自动进样器出口与检测器入口，启动仪器，以阴离子色谱柱推荐的洗脱溶剂为流动相，流量设定为  $1.0 \text{ mL/min}$ ，平衡

系统。启动进样器，排除管路气泡，清洗进样针，取 2 mL 的进样瓶，加入一定量的 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$   $\text{Cl}^-$  水溶液，放入自动进样器托盘指定位置。设置自动进样器参数，进样前后各清洗 1 次(清洗体积为系统体积的 3-5 倍)，依次注入 20 $\mu\text{L}$  的 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$   $\text{Cl}^-$  水溶液和流动相空白溶液。重复测量三次，记录色谱峰面积，取算术平均值，按式(4-7)计算残留量。

$$C_m = \frac{\bar{A}_{\text{空白}}}{\bar{A}_{\text{样品}}} \times 100\% \dots\dots\dots (4-7)$$

式中：

$C_m$ —残留量，%；

$\bar{A}_{\text{空白}}$ —3次流动相空白溶液峰面积的平均值；

$\bar{A}_{\text{样品}}$ —3次 $\text{Cl}^-$ 水溶液峰面积的平均值。

#### 4.2.4 最小进样时间

在色谱数据工作站上设定分析方法，编辑序列，进样量设为 20 $\mu\text{L}$ ，选择不洗针模式，点击运行序列，同时用秒表计时，至完成进样，色谱工作站开始采集数据为止，记录此过程的时间为最小进样时间。

### 4.3 色谱柱恒温箱

#### 4.3.1 温度准确度与精密度

##### 4.3.1.1 设备与试剂

校准过的带探针数字温度计一台，分度值不大于 0.1 $^{\circ}\text{C}$ ；空色谱柱管一支。

##### 4.3.1.2 测试方法

将数字温度计探针放置在一支空色谱柱的中心，将空色谱柱固定在色谱柱温箱内放置色谱柱处，选择 4 $^{\circ}\text{C}$ (制冷<sup>1</sup>)、室温+10 $^{\circ}\text{C}$ ，40 $^{\circ}\text{C}$ ，温度上限的 90% 进行测量。按温度从低到高顺序升温，开机加热或制冷 60 min 后，每隔 5 min 记录一次数字温度计显示温度<sup>2</sup>，测试五次计算平均值。按照公式(4-8) 和(4-9)计算温度准确度与精密度。

$$t_s = \bar{t} - t_0 \dots\dots\dots (4-8)$$

$$t_c = t_{\text{max}} - t_{\text{min}} \dots\dots\dots (4-9)$$

式中：



$t_s$  —温度设定值误差，作为温度准确度，℃；

$\bar{t}$  —5次测量的平均值，℃；

$t_0$  —温度设定值，℃；

$t_c$  —控温稳定性，作为温度精密度，℃；

$t_{\max}$  —5次测量最大值，℃；

$t_{\min}$  —5次测量最小值，℃

注1：如色谱柱恒温箱具有制冷功能时，才需测试；

注2：亦可通过计算机软件实时检测温度变化曲线，待仪器稳定后，记录温度曲线，计算温度准确度与精密度。

## 4.4 检测器

### 4.4.1 通用性能指标

#### 4.4.1.1 静态基线噪声与漂移

##### (1) 设备与试剂

色谱数据工作站一套，纯水。

##### (2) 测试方法

按照表3要求，设定仪器参数，连接测试系统。开机预热60 min后，记录基线60 min；取60 min内平行包络线的中心线的起点与终点的差值作为检测器的基线漂移(如图1所示)；选取所记录基线中噪声较大的5 min作为计算噪声的基线，以1 min为界画平行包络线(如图2所示)，按式(4-10)计算短期基线噪声。5个包络线宽度的平均值，作为检测器基线噪声。

表3 不同类型液相色谱检测器基线噪声与漂移测试要求

序号	检测器类型	仪器参数设置	测试条件与要求	单位
1	电导检测器	特定参数(标准灵敏档)	纯水，池温 45℃	μS
2	安培检测器	特定参数	-	mV
3	紫外-可见检测器	检测波长：254nm 时间常数：1s	空池	AU

$$N_d = \sum_{i=1}^5 y_i / n \dots\dots\dots (4-10)$$

式中：

$N_d$  —短期基线噪声，单位见表3；

$y_i$  —第*i*个平行包络线基线宽度，单位见表3；

$n$  —平行包络线个数（此处*n*=5）。

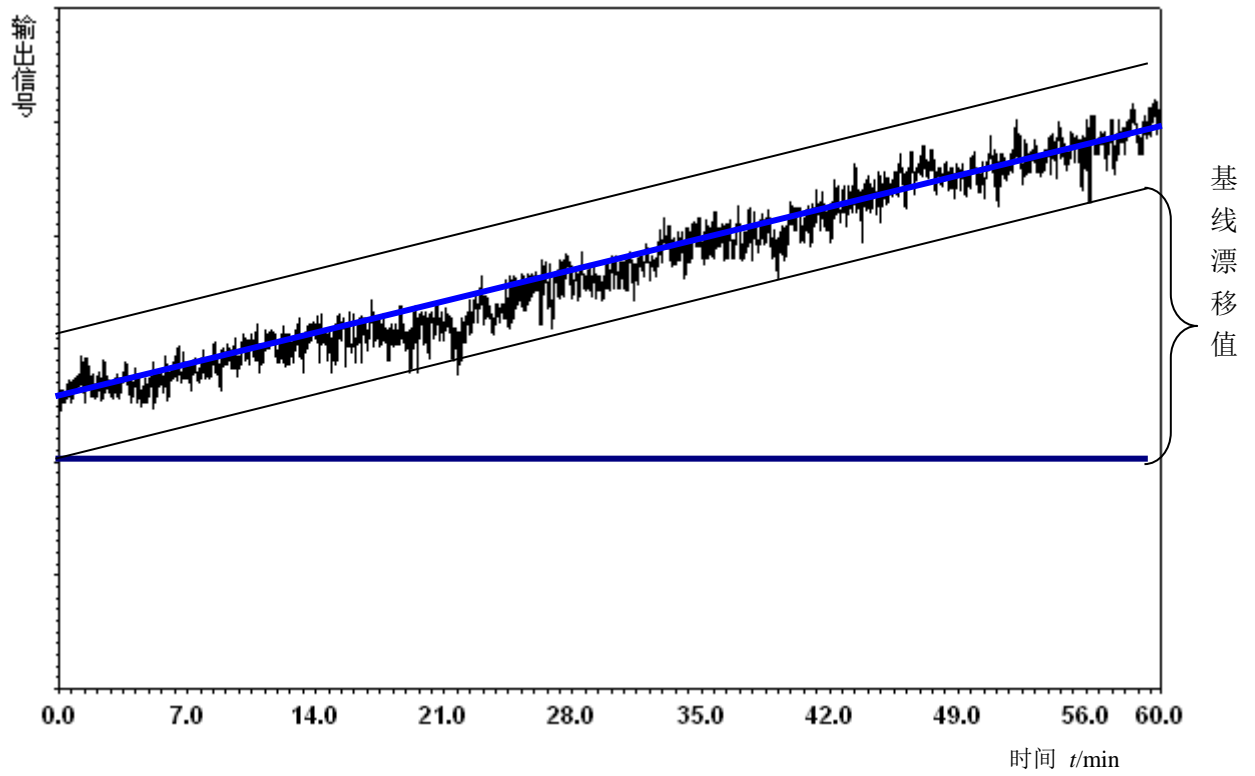


图1 基线漂移计算示意图

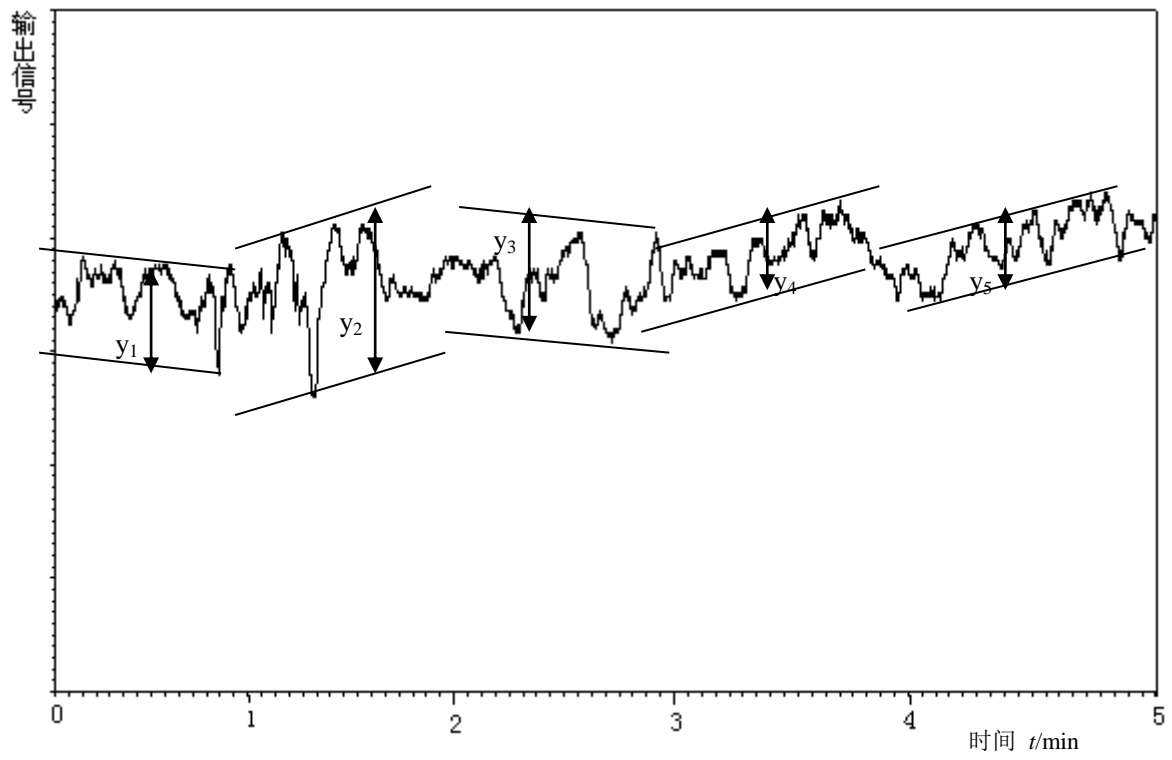


图2 基线噪声计算示意图

#### 4.4.1.2 信噪比

##### (1) 设备与试剂

色谱数据工作站一套；二元梯度系统一套(梯度误差不大于±1%误差)或1mL注射器一支；试剂：按照表4配制标准样品。

##### (2) 测试方法

将检测器与二元梯度系统，以及色谱数据工作站连接好，按照表3设置仪器参数。开机预热后，以甲溶液为流动相A注入，1.0 mL/min的流量平衡系统，冲洗流通池至示值稳定后归零。然后以乙溶液为流动相B注入流通池，检测器示值稳定后记录响应信号值，重复测试三次，取算术平均值。然后按式（4-11）计算信噪比(S/N)，噪声计算方法参照4.4.1.1。

$$S/N = \frac{H}{N} \dots\dots\dots (4-11)$$

式中：

S/N—检测器信噪比；

H—检测器信号响应值；

N—基线噪声。

表4 不同类型检测器信噪比、线性范围与灵敏度测试要求

序号	检测器类型	甲溶液	乙溶液(S/N 值测定)	丙溶液(C <sub>H</sub> 值测定)
1	电导检测器	纯水	0.05 μg/mL Cl <sup>-1</sup> 或 0.5 μg/mL Na <sup>+</sup>	0.5、1.0、1.5、……、5.0 μg/mL Cl <sup>-1</sup> 或 5、10、15、……、50 μg/mL Na <sup>+</sup>
2	安培检测器	纯水	0.05 μg/mL I <sup>-1</sup>	0.5、1.0、1.5、……、5.0 μg/mL I <sup>-1</sup>
3	紫外-可见检测器	纯水	0.1 μg/mL NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1、2、3、……、10 μg/mL NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>

注1：仍未达到线性拐点，则需加大或减小试样浓度后继续进行测试。

#### 4.4.1.3 线性

##### (1) 设备与试剂

色谱数据工作站一套；1mL 注射器一支；试样：按照表 4 配制 1 个空白甲溶液，配制 10 个系列浓度丙溶液。

##### (2) 测试方法

将检测器和色谱数据工作站连接好，按照表3设置仪器参数。开机预热后，用注射器直接向检测池内注入甲溶液，冲洗检测池至示值稳定后将检测器回零。然后向检测池内依次注入丙溶液，充满检测池并使示值稳定，记录各浓度下的响应信号值，每个浓度重复测试三次，取算

术平均值。以前五个浓度点和对应响应信号值作标准曲线，计算出后五点的理论响应值，与对应含量的响应信号值比较，响应信号值刚好大于计算值5%时，认为曲线弯曲，此点浓度作为线性上限 $C_H$ 。

$C_L$ 值测定(信噪比推算法)：以4.4.1.2测得结果线性推算信噪比为3时对应的浓度，即作为线性下限 $C_L$ 。

最后，由 $C_H/C_L$ 算出检测器线性范围， $C_H$ 值测定时标准曲线斜率作为检测器灵敏度。

根据上述前五个浓度点和对应响应值作标准曲线线性回归，按照式(4-12)计算其相关系数 $r$ 。

$$r = \frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})(H_i - \bar{H})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2 \cdot \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}} \dots\dots\dots (4-12)$$

式中：

$C_i$ —第  $i$  种溶液的浓度；

$\bar{C}$ —某个离子的算数平均浓度；

$H_i$ —第  $i$  种溶液响应值；

$\bar{H}$ —某个离子浓度的算数平均响应值；

$n$ —某个离子浓度的个数。

#### 4.4.2 电导检测器响应值准确度

##### 4.4.2.1 设备与试剂

色谱数据工作站一套；1 mL注射器一支或恒流泵一台；纯水，1 mmol/L KCL水溶液(标准电导率147  $\mu$ S)。

##### 4.4.2.2 测试方法

开机预热1h，用注射器或恒流泵将纯水注入电导池中冲洗，将电导检测器归零，然后注入1mmol/L KCL水溶液，记录电导值，重复测定三次，取算术平均值，然后计算与标准电导率的偏差作为响应值的准确度。

#### 4.4.3 紫外-可见检测器波长准确度与精密度

##### 4.4.3.1 设备与试剂

色谱数据工作站一套，1mL注射器一支，氧化钽滤光片或0.4%氧化钽的10%高氯酸溶液：特征波长为242nm、361nm、536nm。另外，亦可采用0.0601 mg/mL重铬酸钾的0.05mol/L硫酸溶液(紫外吸收波长标准溶液，特征波长为235nm、257nm、313nm和350nm)测试。

#### 4.4.3.2 测试方法

将检测器和色谱数据工作站连接好，开机预热稳定后，将氧化钽滤光片放置在流通池处或将0.4%氧化钽的10%高氯酸溶液注入流通池进行光谱扫描，重复测试三次，记录并保存，计算谱线波峰的波长示值与特征波长值之差。按照此法依次检验各个特征波长的示值误差，取其中最大值作为检测器波长准确度。计算重复三次中最大值与最小值之差作为检测器波长精密度。

### 4.5 抑制器

#### 4.5.1抑制容量

##### 4.5.1.1设备与试剂

色谱数据工作站一套，恒流泵一台，流动相为抑制容量浓度( $\mu\text{mol/mL}$ )的 $\text{NaHCO}_3$ 或 $\text{KOH}$ 水溶液。

##### 4.5.1.2 测试方法

阴离子抑制器：按要求连接好仪器各单元部件，使用抑制容量浓度( $\mu\text{mol/mL}$ )的 $\text{NaHCO}_3$ 或 $\text{KOH}$ 流动相，流量设为1.0 mL/min(微流量仪器可适当减小)，启动仪器至基线稳定后计时，保持1 h基线不上扬，且进样(一定浓度的样品)后，基线仍能回到基础背景电导值的位置为合格。

阳离子抑制器：方法同阴离子抑制器，将淋洗液流动相换成抑制器可耐受的酸。

#### 4.5.2 死体积

注射法：用注射器吸取纯水，排除气泡，测量注入抑制器入口到出口的体积。

#### 4.5.3 密封性

将抑制器的入口直接与恒流泵出口连接，排除系统气泡，在抑制器的出口堵上堵头，输液泵以0.1mL/min流量输送淋洗液，至压力达到抑制器的标定耐受压力时停泵，保持5 min，用滤纸查看抑制器密封处应无湿迹(必要时需拆开抑制器外壳)。

## 5. 仪器整机性能指标的测定

### 5.1 动态基线噪声与漂移

#### 5.1.1 设备与试剂

色谱数据工作站一套，阴离子色谱柱一支，纯水。

### 5.1.2 测试方法

依次连接恒流泵、阴离子色谱柱、抑制器和电导检测器，按照要求设定仪器参数，检测器设置为标准灵敏挡，抑制器调整为仪器推荐抑制电流。启动系统，以纯水，流量为1.0 mL/min，平衡稳定1 h后，记录基线1 h。然后按照4.4.1.1方法，计算动态基线噪声与漂移。

## 5.2 梯度准确度与精密度

### 5.2.1 设备与试剂

色谱数据工作站一套，电导检测器一台，两通一个，背压装置(10±2)MPa 一套，。

KCl(分析纯)，纯水；流动相：A，纯水；流动相 B，1 mmol/L KCl 水溶液。

### 5.2.2 测试方法

通过两通和背压装置将梯度系统与检测器相连，电导检测器设置为标准灵敏档；色谱数据工作站与梯度系统、检测器信号输出端连接，按图 3 设置梯度参数。恒流泵总流量设为 1.0 mL/min，待仪器稳定后，开始采集数据，得到梯度曲线。测量各种溶液配比时的输出信号值，用公式(5-1)计算各种溶液配比时的梯度误差，取其中最大者为梯度准确度，重复三次，按照公式(5-2)计算梯度精密度。对于四元梯度系统采用同样的方法分别测定 AB，AC，CD，BC，BD 五组台阶梯度，每组重复三次。

$$T_{Ci} = L_{ii} - \frac{V_i - V_A}{V_B - V_A} \times 100\% \dots\dots\dots (5-1)$$

式中：

$T_{Ci}$ —第i 段梯度误差，%，i=1，2，3，4；

$L_{ii}$ —第i 段设定梯度值，%，i=1，2，3，4；

$V_A$ —流动相A 100%时输出信号值；

$V_B$ —流动相B 100%时输出信号值；

$V_i$ —第i 段梯度输出信号值，%，i=1，2，3，4。

$$T_{Ri} = \frac{L_{ii\max} - L_{ii\min}}{L_{ii}} \dots\dots\dots (5-2)$$

式中：

$T_{Ri}$ —第*i* 段梯度精密密度，%，*i*=1，2，3，4；

$L_{i\max}$ —第*i* 段梯度最大值，%，*i*=1，2，3，4；

$L_{i\min}$ —第*i* 段梯度最小值，%，*i*=1，2，3，4；

$\bar{L}_i$ —第*i* 段梯度平均值，%，*i*=1，2，3，4；

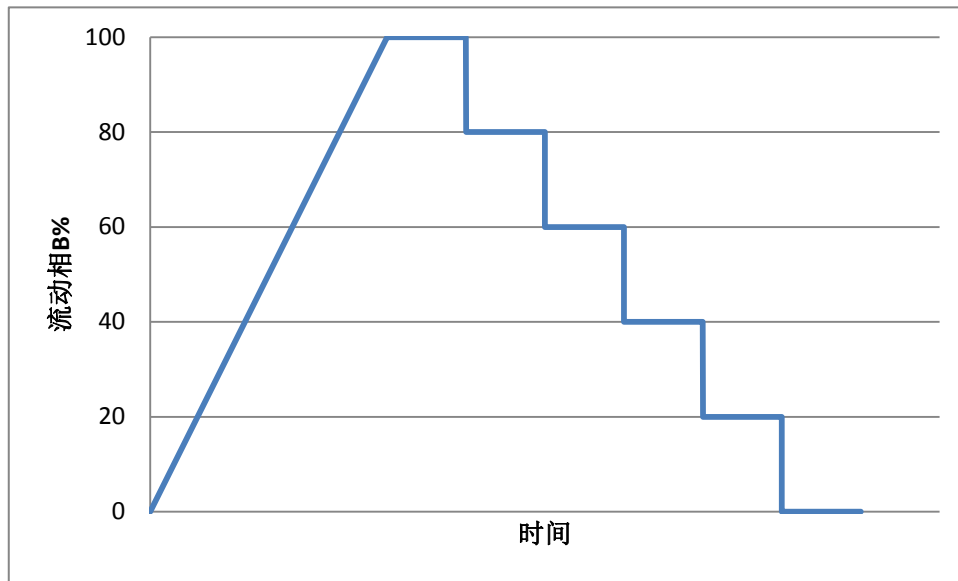


图3 梯度程序示意图

### 5.3 系统延迟体积

设备与试剂同5.2.1。

测试方法参照5.2.2，先以100%流动相A，0.2mL/min平衡系统,基线稳定后，按照表5设置梯度程序，启动程序采集检测器信号，记录谱图并保存。然后在谱图上读取基线上扬拐点(50%响应信号处)对应的时间*t*，按照公式(5-3)计算梯度系统延迟体积。

表5 系统延迟体积梯度设置表

时间 <i>t</i> /min	流动相 A /%	流动相 B /%	流量 <i>q</i> /(mL/min)
0	0	100	0.2
10	100	0	0.2

$$V_0 = q \cdot t \dots\dots\dots (5-3)$$

式中：

$V_0$ —系统延迟体积， mL；

$q$ —流量， mL/min， 此处为0.2 mL/min；

$t$ —基线上扬拐点(中间点)对应的时间, min。

## 5.4 密封性

将系统的恒流泵、进样阀、色谱柱、抑制器、检测器等各单元部件连接好,以纯水作为流动相,启动仪器,在允许的压力范围内,待压力平衡后10 min,用滤纸检查管路各接头处是否泄漏。

## 5.5 重复性

### 5.5.1 设备与试剂

色谱数据工作站一套,带20数据样品环的手动进样阀一个(配自动进样器则不需要),合适规格的注射器一支(配自动进样器则不需要),阴离子色谱柱或阻尼管;试样参见表6,纯水。

### 5.5.2 测试方法

仪器整机系统(包括恒流泵、检测器、阴离子色谱柱、进样系统、色谱工作站等)连接好,按照仪器系统配置的检测器类型选择流动相等测试条件和参数,见表3和表6。选择相应合适的流动相和离子色谱柱。系统平衡后,连续进样7次,分别将保留时间、峰面积测试数据代入式(5-4)计算定性、定量重复性RSD值。

$$RSD = \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)} \times \frac{1}{\bar{X}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5-4)$$

式中:

RSD—定性、定量重复性;

$X_i$ —第*i*次测得的保留时间或峰面积;

$\bar{X}$ —第*n*次测量结果的算术平均值;

*i*—测量序号;

*n*—测量次数(*n*=7次)。

表6 配置不同检测器时试样的选择

序号	检测器类型	离子浓度
1	电导检测器	0.5 μg/mL Cl <sup>-</sup> 或 5 μg/mL Na <sup>+</sup>
2	安培检测器	0.5 μg/mL I <sup>-</sup>
3	紫外-可见检测器	1.0 μg/mL NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>

## 5.6 检出限与定量限

设备与试剂同5.5.1,试样参照表6选择,要求获得信噪比*S/N*在3~20范围内。



测试方法参照5.5.2，基线稳定后注入相应的试样，采集谱图，记录色谱图中试样的峰高和基线噪声，重复三次取平均值。然后按式(5-5)、(5-6)计算，作为仪器整机的检测限(S/N=3)与定量限(S/N=10)。

$$c_{LOD} = \frac{3N_i c V}{20H} \dots\dots\dots (5-5)$$

$$c_{LOQ} = \frac{10N_i c V}{20H} \dots\dots\dots (5-6)$$

式中：

$c_{LOD}$ —检出限， $\mu\text{g/mL}$ (以最小检出浓度计)；

$c_{LOQ}$ —定量限， $\mu\text{g/mL}$ (以最小定量浓度计)；

$N_i$ —动态基线噪声，AU(或V)；

$c$ —样品浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$H$ —样品峰高， $\mu\text{S}$ (或V)；

$V$ —进样体积， $\mu\text{L}$ ；

注：式中的数字“20”为标准的进样体积， $\mu\text{L}$ 。

## 5.7 线性

设备与试剂同5.5.1，试样参照表6选择，选择在两个数量级范围内，均匀分布的10个浓度的系列标准溶液。

测试方法参照5.5.2，基线稳定后，由低到高，依次注入10个不同浓度相应的试样，采集谱图，每个浓度重复测试三次，取算术平均值。以前五个浓度点和对应峰面积作标准曲线，计算出后五点的理论峰面积，与对应含量的峰面积比较，峰面积刚好大于计算值5%时，认为曲线弯曲，此点浓度作为线性上限 $C_H$ 。

以5.6测得的检出限作为线性下限 $C_L$ 。最后，由 $C_H/C_L$ 算出检测器线性范围。

根据上述前五个浓度点和对应峰面积作标准曲线线性回归，按照式(4-12)计算其相关系数( $r$ )。

注：仍未达到线性拐点，则需加大或减小试样浓度后继续进行测试。