

赛里安 456C-FPD 性能指标测试

摘要

本文参考 JJG 700-2016 气相色谱仪计量检定规程、GB/T30431-2013 实验室气相色谱仪及气相色谱型式评价大纲中对 FPD 检测器的要求，对 FPD 检测器的噪声、漂移、检测限及重复性等性能指标进行了测试。结果表明该仪器的各项性能指标都优于参考标准，具有较高的灵敏度和较好的稳定性，能够满足日常分析的需要。

关键词：气相色谱仪；FPD；性能指标

1. 引言

气相色谱仪是指将分析样品在进样口中气化后，由载气带入色谱柱，通过色谱柱对欲检测混合物中组分有不同的暴力性能，从而使各组分分离，再依次导入检测器，得到各组分检测信号的仪器，其在石油化工、生物化学、医药卫生等方面有广泛的应用。赛里安 456C 配备的火焰光度检测器（FPD）是间歇性燃烧样品聚集，能够节省气源，时间分辨及光学分辨选择性更强，并能达到更高的灵敏度。

本文参考 JJG 700-2016 气相色谱仪计量检定规程、GB/T30431-2013 实验室气相色谱仪及气相色谱型式评价大纲中对 FPD 检测器的要求，对赛里安 456C-FPD 检测器的噪声、漂移、检测限及重复性等性能指标进行了测试。

2. 实验部分

2.1 噪声、漂移测试方法

连接上毛细管色谱柱，打开主机电源，设置相应仪器条件，先程序升温老化几次色谱柱，待仪器基线稳定后，采集 30 分钟内的基线噪声和漂移数据，按下述公式计算 FPD 检测器的噪声和漂移数据。

计算公式：基线噪声用峰-峰高对应的记录仪标度值（A）表示

基线漂移用 30 min 内基线偏离原点的值表示（A/30min）表示

表 1 噪声、漂移测试条件及参考标准

基线噪声及基线漂移接受标准					基线噪声：	≤1×10 ⁻¹⁰ A	
					基线漂移：	≤1×10 ⁻¹⁰ A/30 min	
色谱柱	TM-1701 30m×0.32mm×0.25μm		载气		N ₂		
柱温/℃	160		载气流速 (ml/min)	磷	硫		
				2	2		
空气流量（硫， ml/min）	空气 1	空气 2	氢气流量 (ml/min)	14			
	17	10					
空气流量（磷， ml/min）	空气 1	空气 2	氢气流量 (ml/min)	13			
	17	10					
气化室温度/℃	230		检测室温度/℃	硫	磷		
				230	300		

2.2 检测限及重复性测试方法

连接上毛细管色谱柱，打开主机电源，设置相应仪器条件，待仪器基线稳定后，进 FPD 标准测试样品（甲基对硫磷-丙酮溶液），标品浓度为 100 ng/μL，进样量 1 μL，重复进样 7 次，记录硫和磷模式下甲基对硫磷的峰面积和保留时间，并按下式计算检测限 D_{FPD} ：

$$\text{硫：} \quad D_{\text{FPD}} = \sqrt{\frac{2N(Wn_s)^2}{h(W_{1/4})^2}}$$

$$\text{磷：} \quad D_{\text{FPD}} = \frac{2NWn_p}{A}$$

式中： D_{FPD} ——FPD 对硫磷或磷的检测限(g/s)；

N ——基线噪声(mV)

A ——磷峰面积的算术平均值(mV•s)

W ——甲基对硫磷的进样量(g)

h ——硫的峰高(mV)

$W_{1/4}$ ——硫的峰高 1/4 处的峰宽(s)

$$n_s = \frac{\text{甲基对硫磷分子的硫原子个数} \times \text{硫的原子量}}{\text{甲基对硫磷的摩尔质量}} = \frac{32.07}{263.2} = 0.1218$$

$$n_p = \frac{\text{甲基对硫磷分子的磷原子个数} \times \text{磷的原子量}}{\text{甲基对硫磷的摩尔质量}} = \frac{31.97}{263.2} = 0.1177$$

表 2 检测限及重复性测试条件及参考标准

检测限及重复性接受标准 检测限: S ≤1×10 ⁻¹² g/s ; P ≤1×10 ⁻¹³ g/s 重复性: 定量重复性≤ 3% ; 定性重复性≤ 1%					
色谱柱	TM-1701 30m×0.32mm×0.25μm		载气	N ₂	
柱温/℃	起始 90℃, 20℃/min 升温 至 230℃, 保持 4min		载气流速 (ml/min)	磷	硫
				2	2
空气流量 (硫, ml/min)	空气 1	空气 2	氢气流量 (ml/min)	14	
	17	10			
空气流量 (磷, ml/min)	空气 1	空气 2	氢气流量 (ml/min)	13	
	17	10			
气化室温度/℃	230		检测室温度/℃	硫	磷
				230	300
进样方式	手动进样		甲基对硫磷进样量 (g)	1.00E-8	

3. 结果与讨论

3.1 FPD 检测器噪声、漂移测试结果

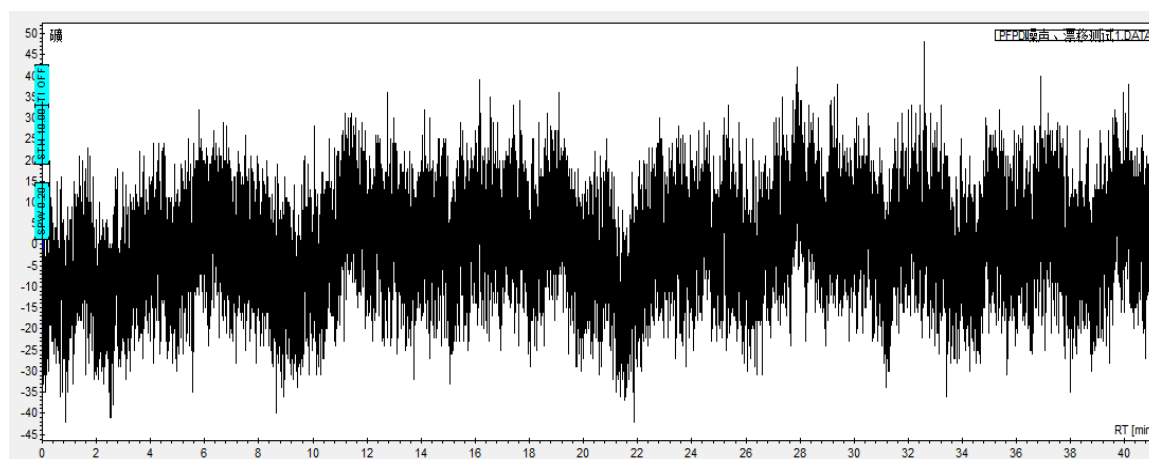


图 1 FPD-S 模式基线噪声、漂移色谱图

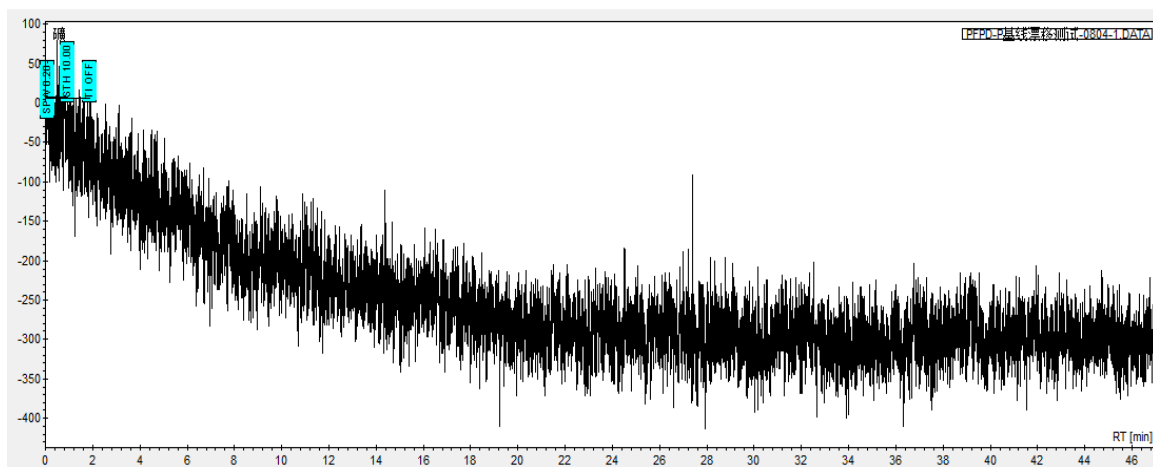


图 2 FPD-P 模式基线噪声、漂移色谱图

表 3 噪声、漂移测试测试数值结果

实测噪声（mV）	硫	磷	实测漂移 （mV/30min）	硫	磷
	0.042	0.327		0.09	0.056
高阻（Ω）	2.00E7				
基线噪声（A）	硫	磷	基线漂移 （A/30min）	硫	磷
	2.1E-12	1.64E-11		4.5E-12	2.8E-12
结论	合格				

3.2 检测限及重复性测试结果

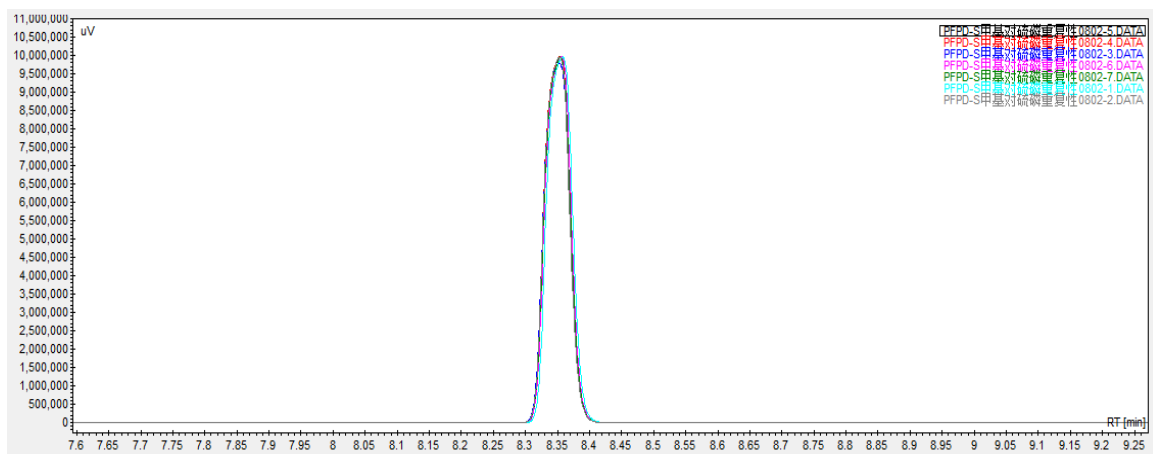


图 3 PFPD-S 模式重复性测试谱图

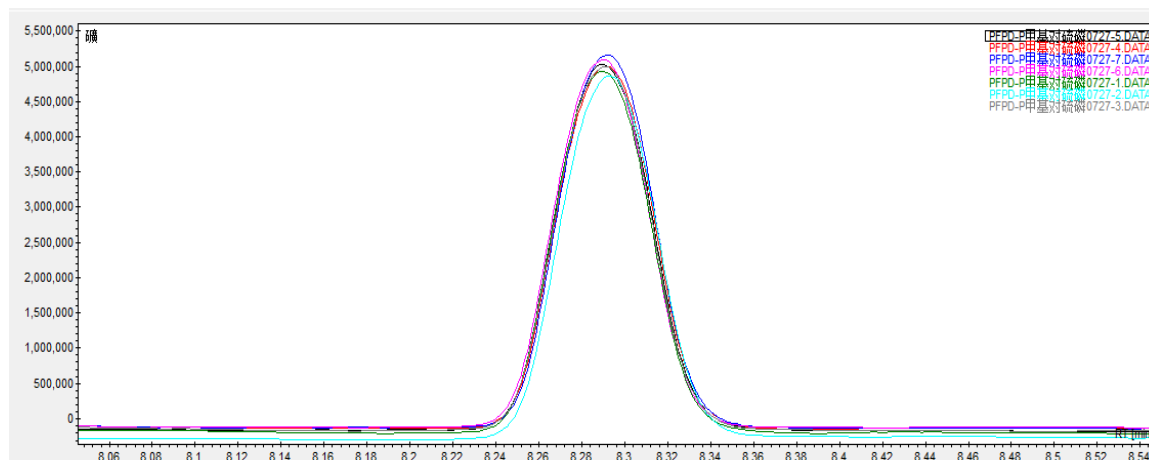


图 3 PFPD-P 模式重复性测试谱图

表 4 检测限及重复性测试数值结果

检测限 S (g/s)		9.83E-13			检测限 P (g/s)		4.78E-14	
实验次数		1	2	3	4	5	6	7
峰高(S)	H	10001476.6	9796076.4	9796076.4	9796076.4	9796076.4	9796076.4	9796076.4
	平均	9954677.1						
	RSD	0.67%						
硫 1/4 峰宽 min	W	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06
	平均	0.06						
	RSD	0.00%						
峰面积 (P)	A	269395.3	269289.1	272688.6	268252.8	268489.3	268515.6	268292.4
		269274.7						
	RSD	0.54%						
保留时 间(S)	T	8.35	8.35	8.36	8.35	8.36	8.36	8.35
	平均	8.36						
	RSD	0.03%						
保留时 间(P)	T	8.29	8.29	8.29	8.29	8.29	8.29	8.29
	平均	8.29						
	RSD	0.00%						
结论		合格						

4. 结论

综合上述实验结果可知，赛里安 456C 气相色谱仪配置的 FPD 检测器在基线噪声、基线漂移、检测限及重复性等各项性能指标都能够达到并且优于参考标准规定的数值，证明该仪器具有较高的灵敏度和稳定性，能够对日常样品进行很好的分析测试。