

赛里安 456C-FID 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 FID 检测器的要求，对 FID 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；FID；性能指标

1. 引言

气相色谱仪是一种多组分混合物分离、分析工具，它是以气体为流动相，由载气将分析物质带入色谱柱，通过对欲检测混合物中组分有不同保留性能的色谱柱，使各组分分离，依次导入检测器，经检测后转换为电信号送至数据处理工作站，从而完成对被测物质定性定量分析，在食品安全、环境保护、生物化学、石油化工、中西药物都有广泛应用。

氢火焰离子化检测器（FID）利用有机物在氢火焰的作用下化学电离形成离子流，借测定离子流强度进行检测。该检测器灵敏度高、线性范围宽、操作条件不苛刻、噪声小、死体积小，是有机化合物检测常用的检测器。

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 FID 检测器的要求，对赛里安 456C-FID 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 FID 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:	$\leq 1 \times 10^{-12}$ A
		基线漂移:	$\leq 1 \times 10^{-11}$ A/30 min
色谱柱	BR-1 15m×0.25mm×0.25μm	载气	N ₂
柱温/℃	160	载气流速 (mL/min)	1.8
助燃气及流速 (mL/min)	300	燃气及流速 (mL/min)	30
气化室温度/℃	230	检测室温度/℃	230

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 FID 标准测试样品（正十六烷-异辛烷溶液），标品浓度为 100 ng/μL 或 1000 ng/μL，进样量 1 μL，重复进样 7 次，记录正十六烷的峰面积和保留时间，并由色谱图峰高及基线噪声，按下式计算检测限 D_{FID} ：

计算公式： $D_{FID}=2Nd \cdot W/A$

其中： D_{FID} ——FID 检测限（g/s）； N_d ——基线噪声（A）；

W——正十六烷的进样量 (g) ; A——正十六烷的峰面积的算术平均值 (A*s)

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: $\leq (1-1.5) \times 10^{-12} \text{g/s}$ (C16) 定量重复性: $\leq 3\%$ 定性重复性: $\leq 1\%$			
色谱柱	BR-1 15m \times 0.25mm \times 0.25 μm	正十六烷的进样量 (g)	1.00E-7
载气	N ₂	载气流速 (mL/min)	1.8
柱温	起始 80℃, 保持 1min, 20℃/min 升温至 250℃		
助燃气及流速 (mL/min)	300	燃气及流速 (mL/min)	30
气化室温度/℃	230	检测室温度/℃	230

3. 结果与讨论

3.1 FID 检测器噪声、漂移测试结果

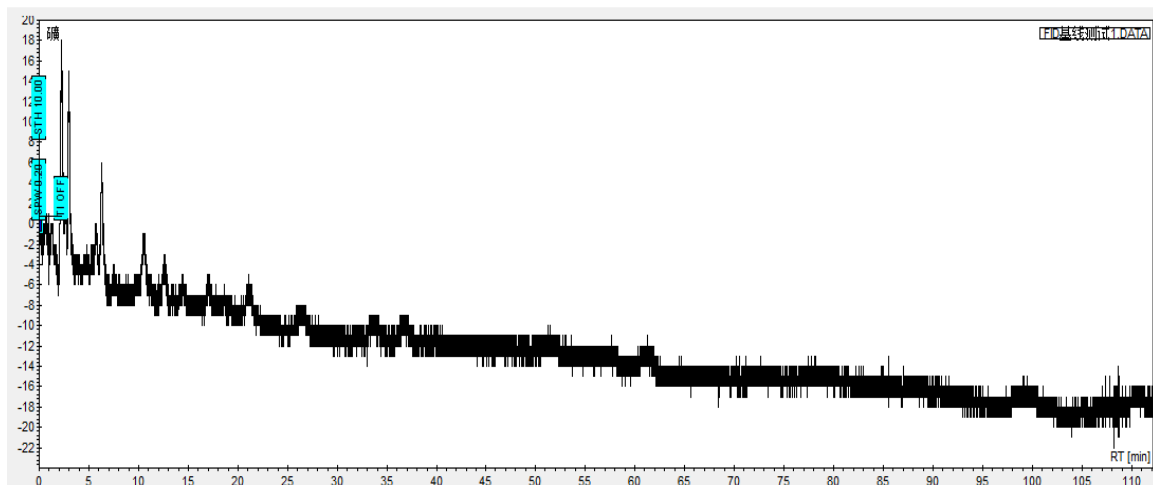


图 1 FID 基线噪声、漂移色谱图

表 3 噪声、漂移测试测试数值结果

实测噪声 (mV)	0.01	实测漂移 (mV/30min)	0.03
高阻 (Ω)	100M		
基线噪声 (A)	1.0E-13	基线漂移 (A/30min)	3.0E-13
结论	合格		

3.2 检测限及重复性测试结果

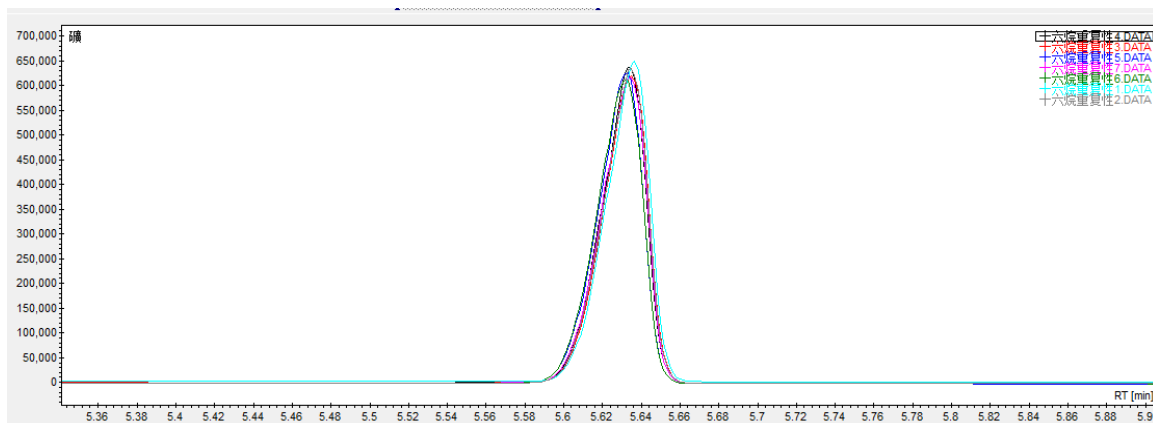


图 2 正十六烷重复性测试谱图

表 4 检测限及重复性测试数值结果

正十六烷峰峰面积算术平均值 (A.s)		1.139E-8			检测限 (g/s)			9.6E-13
实验次数		1	2	3	4	5	6	7
峰面积 uv·min	A	34912.9	34944.8	34628.1	34862.0	34862.0	34309.5	34655.3
	RSD/%	0.646						
保留时间	T	5.59	5.61	5.61	5.61	5.61	5.61	5.61
	RSD/%	0.13						
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 FID 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。