



中华人民共和国国家标准

GB/T 34672—2017

化学试剂 离子色谱法测定通则

Chemical reagent—General rules for the ion chromatography

2017-11-01 发布

2018-05-01 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。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位：国药集团化学试剂有限公司、北京化学试剂研究所、泰州市产品质量监督检验中心、上海市计量测试技术研究院。

本标准主要起草人：陈浩云、韩宝英、方诚、黄银波、郑琦、李春华。



化学试剂

离子色谱法测定通则

1 范围

本标准规定了化学试剂离子色谱法对仪器的要求和测定方法。

本标准适用于化学试剂中无机离子、有机酸、相对分子质量低的胺、有机化合物中卤素及硫杂质的定量分析。

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。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 9008 液相色谱法术语 柱色谱法和平面色谱法

GB/T 14666 分析化学术语

GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法

JJG 823 离子色谱仪

3 术语和定义

GB/T 9008、GB/T 14666 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

离子色谱仪 ion chromatograph

对阳离子和阴离子混合物进行分离和检测的色谱仪。

3.2

洗脱(淋洗)剂 eluent

在分离柱中保持分离样品中的离子成分并能使其溶出的溶剂。

3.3

梯度洗脱法 gradient elution method

连续地改变洗脱剂的组成或洗脱剂流量,使样品中离子种类得到展开,按一定次序洗脱的方法。

3.4

前置柱 pre-column

用于待测样品离子种类成分的浓缩、预分离及除去异物等,置于进样阀前的柱子。

3.5

分离柱 separation column

具有以待测样品离子种类成分进行分离为目的的柱子。

3.6

洗出液 eluate

由流动相(洗脱剂)展开时从分离柱中流出的液体。

3.7

抑制装置 suppressor

使用电导检测器情况下,在不影响测定离子种类成分检出前提下降低背景电导率的装置。

3.8

抑制法 suppressor method

使用抑制装置的测定方法。

3.9

非抑制法 non-suppressor method

不使用抑制装置,通过使用低电导率的洗脱剂分离离子种类成分,并用电导检测器测定的方法。

3.10

再生剂 regenerant

为了再生抑制功能或继续维持使用的液体。

3.11

电导检测器 conductivity detector

测定洗出液中被测组分电导率的检测器。

3.12

固定相 stationary phase

色谱柱内不移动的,起分离作用的物质。

3.13

流动相 mobile phase

经过色谱柱洗脱样品成分的液体。

4 离子色谱法概述

离子色谱法是通过洗脱剂将溶于流动相中的样品导入色谱柱中,利用各种离子性化合物与固定相表面离子性功能基团之间的电荷相互作用(离子交换)的差异来分离,并用检测器测定离子种类成分的方法。

5 试剂和材料

本标准除另有规定外,所用标准溶液应使用标准物质或按 GB/T 602 规定制备,实验室用水应符合 GB/T 33087 的规定。洗脱剂配制用水在使用前应进行脱气处理。

6 仪器

6.1 仪器组成

离子色谱仪由洗脱剂储液器、输液系统、样品导入系统、色谱柱系统、检测系统、数据处理系统(数据处理机和记录仪)和废液收集器组成。还可配置梯度洗脱、脱气等辅助装置。离子色谱仪的基本配置见图 1。

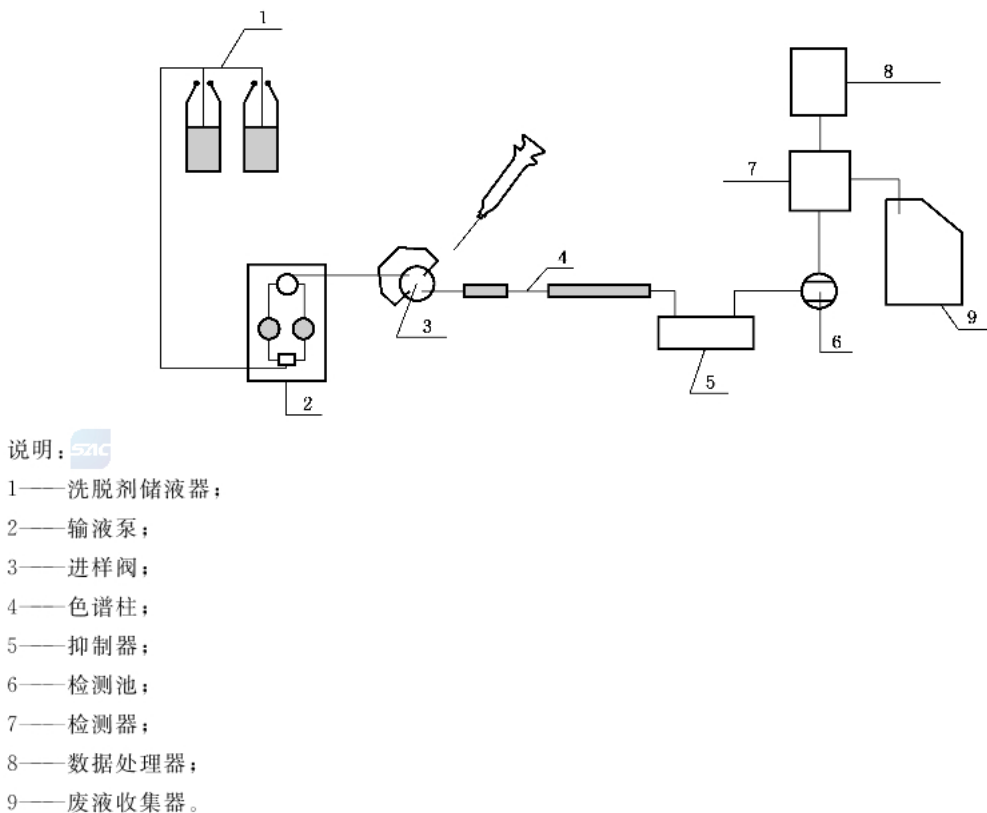


图 1 离子色谱仪基本配置

6.2 洗脱剂储液器

应使用不被洗脱剂侵蚀和污染的材质制成。

6.3 输液

6.3.1 脱气装置

可连续清除溶解在洗脱剂中的气体,提供稳定的流量及基线。在脱机状态下使用经脱气的水制备的洗脱剂,可以不使用脱气装置。

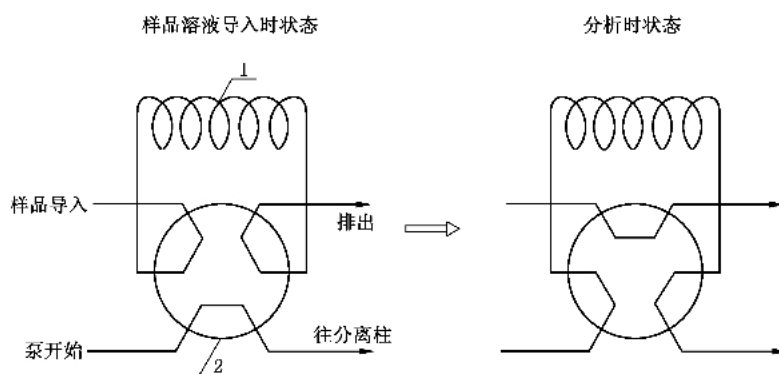
6.3.2 输液泵

为了稳定洗脱剂的流量,要求输液泵流速均匀且精度高,除具有一定输液压力、脉动流速小外,还可调节流量。接触液体部分的连接部件应不被洗脱剂腐蚀和污染,易于更换洗脱剂。在梯度洗脱情况下,应使用具有梯度功能的输液泵。在输液泵前面配有带混合器部件的低压梯度装置或在输液泵后面配有高压梯度装置,所用装置应能设定范围较宽的混合比。

6.4 样品导入

6.4.1 定量环导入

在环管中注入待测样品溶液后(可采用自动进样器将多个待测样品溶液自动导入),使用六通阀等进行洗脱剂流路的切换,将待测样品溶液导入分离柱流路中,分为满量导入法和部分量导入法。图 2 为定量环导入示例。



说明:

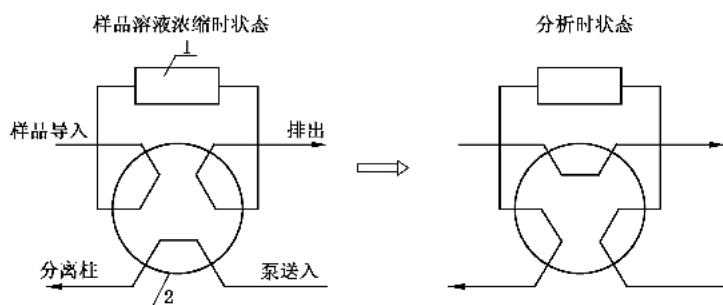
1——进样环管;

2——阀。

图2 定量环导入示例

6.4.2 浓缩柱导入

将一定量待测样品溶液导入浓缩柱后(可采用自动进样器将多个待测样品溶液自动导入),使用六通阀等进行洗脱剂流路的切换,将此浓缩柱内的离子种类成分导入分离柱的流路中。图3为浓缩柱导入示例。



说明:

1——浓缩柱;

2——阀。

图3 浓缩柱导入示例

6.5 色谱柱

6.5.1 柱子

包括前置柱及分离柱。前置柱可对样品进行前处理,在需要情况下使用。分离柱由惰性合成树脂或不锈钢等材质制成,柱内装有填充剂。分离柱内径:0.2 mm~9 mm;柱长:10 mm~500 mm。

6.5.2 柱槽

柱槽应具有可容纳管柱的容积及温度控制设备,可保持一定温度。

6.5.3 填充剂

离子种类成分的分离方法主要有离子交换、离子排斥及离子对三种,它们通过单独作用或复合作用

进行离子分离。用于离子交换及离子排斥的分离柱填充剂是在聚苯乙烯、聚甲基丙烯酸酯、聚乙烯醇等有机高分子及硅氧基等材料中导入离子交换基物质。用于离子对的填充剂是使用疏水性物质〔如十八烷基甲硅烷基修饰的硅氧基(ODS)〕。在同时分离阴离子和阳离子的情况下,使用由离子排斥法在色谱柱中进行阴离子分离,同时,使用由阳离子交换法在色谱柱中进行阳离子分离。填充剂的基材、官能团、孔径等对离子分离有影响,可根据待测样品特性,参考表 1 进行分离方法及相应的填充剂色谱柱的选用。

表 1 主要分离方法及主要测定的离子种类成分

分离方法	填充剂官能团	测定离子种类
阳离子交换	—SO ₃ [−]	Li ⁺ 、Na ⁺ 、K ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、Rb ⁺ 、Cs ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、Sr ²⁺ 、Ba ²⁺ 、低级胺类、过渡金属类
	—COO [−]	Li ⁺ 、Na ⁺ 、K ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、Rb ⁺ 、Cs ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、Sr ²⁺ 、Ba ²⁺ 、低级胺类
阴离子交换	—N ⁺ R ₃	F [−] 、Cl [−] 、NO ₂ [−] 、Br [−] 、NO ₃ [−] 、SO ₄ ^{2−} 、PO ₄ ^{3−} 、I [−] 、S ₂ O ₃ ^{2−} 、SCN [−] 、CO ₃ ^{2−} 、BrO ₃ [−] 、ClO ₄ [−] 、ClO ₃ [−] 、ClO ₂ [−] 、有机酸类、糖类、氨基酸类
离子排斥	—SO ₃ H	有机酸类、CN [−] 、NO ₂ [−] 、PO ₄ ^{3−} 、硅酸、亚砷酸、砷酸、碳酸
	—COOH	有机酸类、F [−] 、Cl [−] 、NO ₃ [−] 、NO ₂ [−] 、SO ₄ ^{2−} 、PO ₄ ^{3−} 、I [−] 、硅酸、碳酸、硫化物、硼酸
离子排斥 离子交换	—COOH (—COO [−])	有机酸类、F [−] 、Cl [−] 、NO ₃ [−] 、SO ₄ ^{2−} 、I [−] 、NO ₂ [−] 、PO ₄ ^{3−} 、硅酸、碳酸、硫化物、硼酸, Li ⁺ 、Na ⁺ 、K ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺
离子对	ODS 等	I [−] 、SCN [−] 、有机酸类、H ⁺ 、OH [−] 、HCO ₃ [−] 、F [−] 、Cl [−] 、NO ₂ [−] 、Br [−] 、NO ₃ [−] 、SO ₄ ^{2−} 、 ClO ₄ [−] 、Na ⁺ 、K ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、Ba ²⁺
注:过渡金属由 PAR〔4-(2-吡啶偶氮)间苯二酚〕通过前柱进行衍生化,制成具有发色基团衍生物,以便在可见光区域由分光光度法检出。		

6.6 检测

6.6.1 检测器

由不被洗脱剂及待测样品成分侵蚀的材质制成。根据待测离子种类成分可选用电导检测器、安培检测器、紫外-可见光检测器、荧光检测器等。

6.6.2 抑制装置

在使用电导检测器情况下,为提高检测器对待测离子种类成分检测的灵敏度或选择性,可在检测器前设置抑制装置对洗出液进行前处理。当连续使用抑制装置后,需使用再生剂对其进行再生处理。再生方法可使用酸性水溶液(阴离子测定)或碱性水溶液(阳离子测定)的化学再生方式及水解或电解分解检测器排出液供给 H⁺ 或 OH[−] 的电再生方式。

6.6.3 衍生化装置

能将洗出液与衍生化试剂、pH 调整液等进行混合,必要时进行加热处理,使待测离子种类成分发生化学变化,再通过检测器检测待测物质的一种装置。

6.7 数据处理

将检测器检测出的信号进行处理并记录色谱图、保留时间、峰面积、峰高、定量值等的设备。

6.8 洗脱剂

6.8.1 一般规定

根据待测离子种类成分选用的分离柱及分离方法、检测器、柱分离后处理方法等不同,选择合适的洗脱剂。为避免细菌或藻类繁殖,洗脱剂配制后应贮存在阴凉避光处。

6.8.2 要求

应满足下列条件:

- a) 不会破坏柱填料;
- b) 适合于待测离子的分离;
- c) 需满足使用抑制装置及衍生化装置时的功能;
- d) 不含待测离子成分;
- e) 可保持长时间的化学稳定。

6.8.3 种类选择

按下列方式进行洗脱剂种类选择:

- a) 用抑制法分析无机阴离子时,通常使用碳酸盐缓冲液、氢氧化钾、硼酸盐缓冲液等碱性溶液;
- b) 用非抑制法分析无机阴离子时,使用摩尔电导率较低的邻苯二甲酸、4-羟基安息香酸等溶液;
- c) 分析碱金属、铵及碱土类金属离子时,通常使用无机强酸(硝酸、硫酸等)、有机酸(甲磺酸、柠檬酸、草酸等);
- d) 用离子排斥法分析有机酸时,亦使用可抑制有机酸分解且不影响检测的磷酸、高氯酸、硫酸等。

7 样品的制备及预处理

7.1 一般规定

在制备和保存样品过程中需考虑待测离子不应受测试环境污染,制备后的溶液不应发生化学反应。对收集的样品不能直接进入离子色谱分析的情况下,需在样品进入离子色谱分析前进行预处理,并根据分析目的选择相应的处理方法。

7.2 样品预处理

7.2.1 样品溶液的稀释或浓缩

将样品溶液稀释或浓缩(溶剂萃取或固相萃取等)至合适的浓度范围内,再配制成测定用样品溶液后进行测定。测定用样品溶液应能溶于洗脱剂中。

7.2.2 样品杂质成分和目标成分的分离

7.2.2.1 过滤膜法

当样品溶液中有浮游物或悬浊时,需使用 $0.45\ \mu\text{m}$ 以下的滤膜对样品溶液进行过滤处理。对于使用 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤困难时,可先使用较大孔径滤膜过滤一次,或者通过离心分离等处理后再用 $0.45\ \mu\text{m}$ 滤膜过滤。

7.2.2.2 树脂法

使用填充无机物及树脂的小柱子(微孔)可去除特定的离子种类及疏水性物质(见表 2),也可使用具有保持离子交换基的机能膜或透析膜代替柱分离(超滤)。

表 2 使用树脂等前处理方法

填充无机物及树脂种类	去除特定的离子种类
Ag ⁺ 型	卤素化合物离子
H ⁺ 型	碱金属离子、碱土金属离子等的去除、碱性样品溶液中和
OH ⁻ 型	强酸性离子去除、酸性样品溶液的中和
Ba ²⁺ 型	硫酸根离子
疏水性树脂	疏水性物质
疏水性官能团结合形	色素
螯合树脂	过渡金属离子

7.2.2.3 液-液萃取法

使用己烷、乙酸乙酯、乙醚、三氯甲烷、二氯甲烷等有机溶剂将待测样品中影响测定的有机溶剂转移到萃取相中,得到不含有有机溶剂的分析溶液。此方法可用于水溶液中含有主成分疏水性不溶物的测定,以及与水及洗脱剂不相溶的样品溶液中离子的测定。

7.2.3 有机化合物的燃烧预处理

通过氧瓶燃烧法、氧弹燃烧法或石英管燃烧法将有机化合物进行燃烧分解,将燃烧后产生的气体用水、稀过氧化氢水溶液、稀水合肼水溶液及稀碱溶液等吸收后进行离子色谱定量分析。对溴及碘测定,必要时添加还原剂;对硫测定,必要时添加氧化剂。此方法适用于有机物中含氟、氯、溴、碘及硫元素的测定。

8 测定

8.1 分析条件的选择

根据产品中待测离子的特性及规格要求,按下述的内容选择最佳条件:

- a) 色谱柱种类、内径、长度;
- b) 流动相的种类、流速、柱入口压力;
- c) 色谱柱的温度;
- d) 检测器类型及设定条件;
- e) 使用梯度洗脱时,梯度洗脱条件;
- f) 样品进样量、进样方式;
- g) 采用抑制法时,抑制方法及条件;
- h) 采用柱后衍生化等技术时,反应液及衍生化试剂种类、流动相、反应液的混合比及反应条件;
- i) 定量方法。

8.2 基线及噪声的稳定性

在 8.1 规定的条件下运行时,按 JJG 823 测定基线及噪声值。

8.3 进样

用微量注射器或自动进样器注入标准溶液、样品溶液,由样品导入部分导入色谱柱中。

9 定性分析

在相同条件下将测定得到的标准溶液和样品溶液中的未知物色谱图保留时间进行比较。

10 定量分析

10.1 峰面积测量

计算从峰开始至峰结束的信号值和基线信号值之差的积分值,或峰高(h)与半峰宽($W_{0.5h}$)的乘积。当采用数据处理机给出峰面积数值时,应按色谱峰型合理设定数据处理机的条件。

10.2 峰高测量

计算从峰顶点的信号值与峰顶点保留时间相同的基线信号值的差值,或从峰顶点朝记录纸的横坐标作图与基线垂直相交,测量从顶点至交点的距离。

10.3 半峰宽测量

测量从峰高(h)的中点($h/2$)向峰底作平行线和峰相交部分长度为半峰宽($W_{0.5h}$),见图 4 所示。该方法不适用于基线严重不稳,或明显前伸或拖尾的峰。

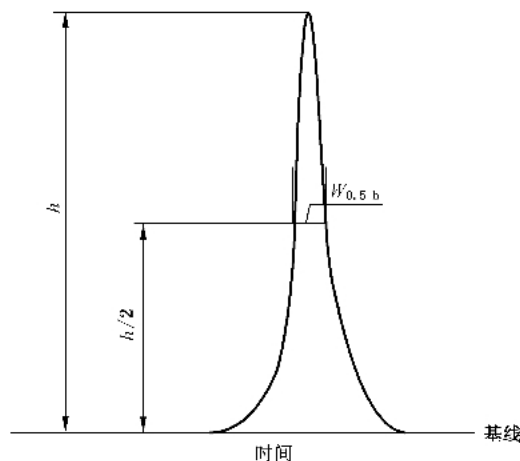


图 4 半峰宽法测量峰面积

10.4 重叠峰面积分割方法

10.4.1 垂直法

按图 5 所示,当两个峰的面积相近时,从峰谷朝基线垂直画线将基线上的峰分割成两部分,从而得到各自的峰面积。

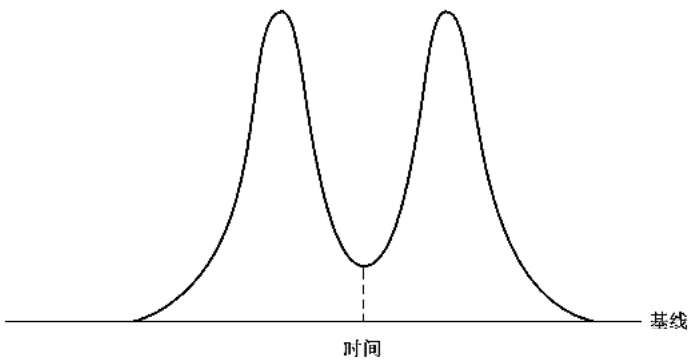


图 5 垂直法峰面积分割

10.4.2 峰谷-峰谷法

按图 6 所示,根据相邻峰谷与峰谷线性分布,得到相应峰面积,该方法适用于背景重叠的峰。

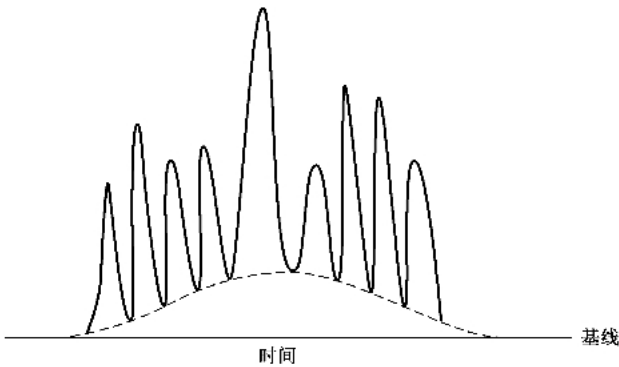


图 6 峰谷-峰谷法峰面积分割

10.4.3 切线法

按图 7 所示,当小峰重叠在大峰的峰尾上时,从峰谷至大峰峰脚划切线,切线以上部分作为小峰的面积,也可由指数函数曲线法代替切线法进行峰分割。

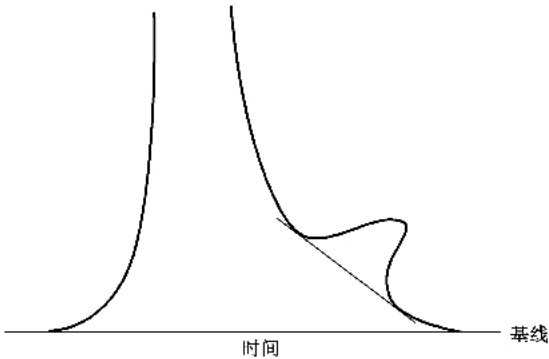


图 7 切线法峰面积分割

10.5 定量方法

10.5.1 工作曲线法

制备三个以上质量浓度成比例的待测离子标准溶液,取一定体积进样,通过色谱图记录相应峰面积。以待测离子标准溶液质量浓度为横坐标,以相应峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线(见图 8)。

按产品标准的规定制备样品溶液,在与上述相同仪器条件下进样品溶液,记录色谱图峰面积,通过绘制的标准工作曲线由峰面积查出样品溶液中待测离子质量浓度。待测离子质量浓度应在标准工作曲线范围内。

此方法适用于主体无干扰情况下的测定。

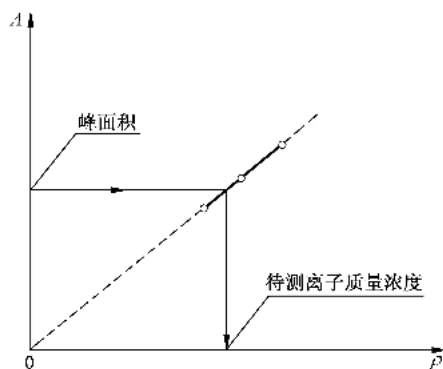


图 8 标准工作曲线

10.5.2 内标法

10.5.2.1 内标离子的选择

内标离子与待测离子的化学性质应类似,且不干扰待测离子的测定。添加的内标离子不能与待测离子产生化学变化。

10.5.2.2 测定

按产品标准的规定,制备三个以上不同质量浓度的待测离子标准溶液,分别加入一定质量浓度的内标离子,混匀。取一定体积进样,通过色谱图记录相应峰面积。以待测离子量(M_x)和内标离子量(M_s)之比(M_x/M_s)为横坐标,待测离子峰面积(A_x)和内标离子峰面积(A_s)之比(A_x/A_s)为纵坐标,绘制标准工作曲线(见图 9)。

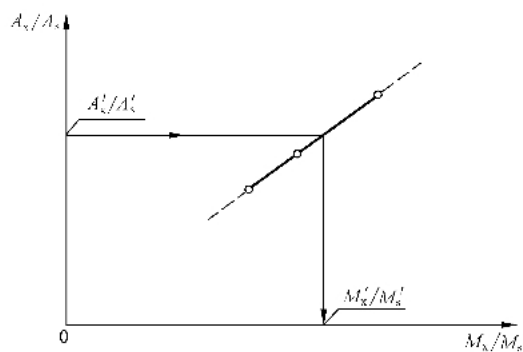


图 9 内标法的标准工作曲线

在样品溶液中添加与待测离子质量浓度相同的内标离子,在上述相同的仪器条件下进样,记录色谱图峰面积,计算待测离子峰面积(A'_x)和内标离子峰面积(A'_s)之比(A'_x/A'_s),通过绘制的标准工作曲线查出待测离子量与内标离子量之比(M'_x/M'_s),由添加内标离子量计算出待测离子的量。待测离子的量应在标准工作曲线范围内。

10.5.3 标准加入法

按产品标准的规定制备样品溶液。取相同体积的样品溶液,共四份。一份不加待测离子标准溶液,其余三份分别加入质量浓度成比例的待测离子标准溶液,直接使用这些溶液或者将其分别稀释成一定体积。在规定的仪器条件下,取一定体积进样,通过色谱图记录相应峰面积。以待测离子标准溶液质量浓度为横坐标,以相应峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。将曲线反向延长与横轴相交,交点即为待测离子的质量浓度(见图 10)。

所测离子的质量浓度应在标准工作曲线范围内。

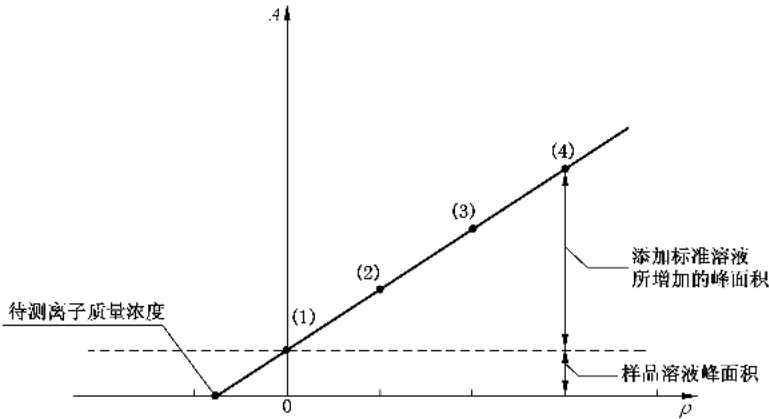


图 10 标准加入法标准工作曲线

10.6 测定结果的表示

记录测定对象的离子名称及浓度,浓度测定值用 mg/mL、mg/L、μg/L、mol/L 等单位表示。

11 数据质量保证

11.1 分析方法验证

为了保证数据质量,验证新开发的分析方法(包括分析条件的改变)的可行性,可选择合适的色谱柱、洗脱剂等。验证项目包括准确度、精密度、标准工作曲线线性范围、检出限、定量限、系统适用性和耐用性试验等,并保留验证记录。

11.2 数据质量的控制

本标准使用包含因子 $k=2$ 的扩展不确定度。

数据质量应通过制备质量控制样品(QC 样品)并定期分析来监控。质量控制样品可选用有证标准物质或实验室确定的工作标准样品。

日常分析样品时,20 个样品应包含一个质量控制样品和一个空白样品。

11.3 定期设备性能检查

11.3.1 一般规定

除按 8.2 规定进行基线稳定性及噪声稳定性确认外,还应在一定周期内以规定频率进行一定浓度的混合标准溶液分离度的确认,按仪器制造商提供手册检查仪器每个部件并保存检查记录。

11.3.2 基线稳定性

设备稳定后,记录基线,从基线漂移情况判断基线状态。

11.3.3 噪声稳定性

确认测定设备在检出限的噪声稳定程度。

11.3.4 分离度

见图 11。分离度 R 按式(1)计算:

$$R = \frac{2 \times (t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

t_{R2} ——第二组分峰的相对保留时间,单位为秒(s);

t_{R1} ——第一组分峰的相对保留时间,单位为秒(s);

W_1 ——第一组分峰宽,单位为秒(s);

W_2 ——第二组分峰宽,单位为秒(s)。

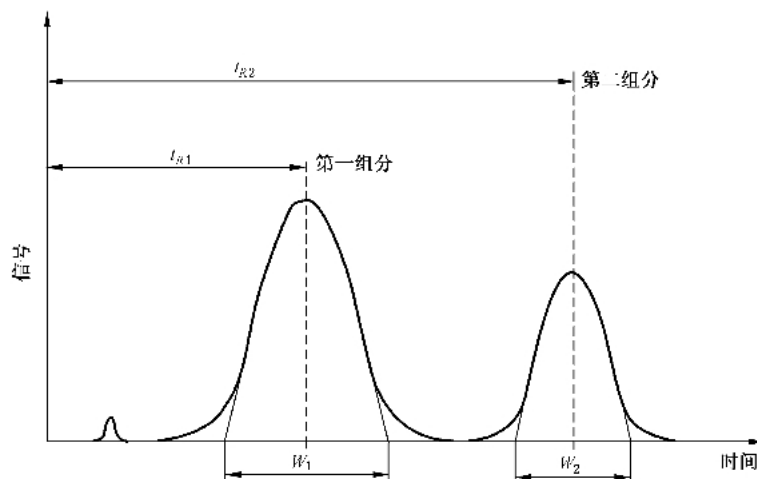


图 11 色谱分离图

11.4 空白试验溶液

使用未加入分析物且与分析物平行处理得到的空白溶液时,可区分样品基质的影响和整个分析操作的影响。当纯溶剂作为空白溶液时,可将溶剂空白与设备的影响及进样时的污染、交叉污染等分离开。

11.5 准确度

准确度用回收率表示。按表 3 确认样品中待测成分含量对应回收率可接收范围。

取相同量的两份样品,其中一份加入一定量的标准物质,同时进行测定(标准物质的加入量与样品中待测成分含量之和应在标准工作曲线线性范围内),计算回收率。

回收率 r 按式(2)计算:

$$r = \frac{m_b - m_a}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:
 m_b ——加标样品溶液测定的质量,单位为微克(μg);
 m_a ——样品溶液测定的质量,单位为微克(μg);
 m ——加入标准溶液的质量,单位为微克(μg)。

表 3 样品中待测成分含量对应回收率可接收范围

待测成分含量/%	回收率可接收范围/%
≥ 10	95~102
10~1	92~105
1~0.1	90~108
0.1~0.01	85~110
0.01~0.001	80~115
0.001~0.000 1	75~120
$\leq 0.000 1$	70~125

11.6 精密度

精密度用相对标准偏差表示。按表 4 确认样品中待测成分含量对应精密度可接收范围。

取同一样品平行测定至少 6 次,计算相对标准偏差。

相对标准偏差(R_{SD})按式(3)计算:

$$R_{SD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \times \frac{1}{\bar{X}} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 X_i ——第 i 次测定的值;
 $\bar{X}$ —— n 次测定的平均值;
 n ——测定次数;
 i ——进样序号的数值($i = 1, 2 \cdots, n$)。
 n 次测定的平均值($\bar{X}$),按式(4)计算:

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^n \frac{X_i}{n} \dots\dots\dots (4)$$

表 4 样品待测成分含量对应精密度(R_{SD})可接收范围

待测成分含量/%	重复性/%	再现性/%
≥ 10	≤ 1.5	≤ 4
10~1	≤ 2	≤ 5
1~0.1	≤ 3	≤ 6
0.1~0.01	≤ 4	≤ 8
0.01~0.001	≤ 6	≤ 11
0.001~0.000 1	≤ 8	≤ 16
$\leq 0.000 1$	≤ 15	≤ 32

11.7 线性

至少制备 5 份不同浓度的标准溶液进行测定,浓度范围尽可能覆盖一个数量级,以测得的响应值对被测物的浓度作图,可用最小二乘法进行线性回归计算,方法验证的相关系数不应低于 0.99,并给出回归方程、相关系数和线性图,样品溶液中待测成分浓度应在标准工作曲线的线性范围内。

11.8 检出限

将信号(S)与噪声(N)的比值为 3 时,此信号对应的浓度为待测物浓度的检出限。

取标准工作曲线中待测离子的最低浓度点(非零点)进行测定,记录色谱图,由色谱峰高和基线噪声计算检出限。

检出限(LOD)按式(5)计算:

$$LOD = \frac{3H_N \times c}{H_S} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

H_N ——基线噪声峰峰高,单位为微秒(μs);

c ——待测离子标准溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu g/mL$);

H_S ——待测离子标准溶液的色谱峰高,单位为微秒(μs)。

11.9 定量限

将信号(S)与噪声(N)的比值为 10 时,此信号对应的浓度为待测物浓度的定量限。

取标准工作曲线中待测离子的最低浓度点(非零点)进行测定,记录色谱图,由色谱峰高和基线噪声计算定量限。

定量限(LOQ)按式(6)计算:

$$LOQ = \frac{10H_N \times c}{H_S} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

H_N ——基线噪声峰峰高,单位为微秒(μs);

c ——待测离子标准溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu g/mL$);

H_S ——待测离子标准溶液的色谱峰高,单位为微秒(μs)。

12 环境要求和安全事项

12.1 环境要求

环境应符合以下要求：

- a) 温度、湿度及气压应在仪器规定的允许范围内,且不会产生剧烈变化;
- b) 没有震动和阳光直射;
- c) 从空调等机器出来的风不直接吹向设备;
- d) 远离火源;
- e) 无腐蚀性气体及灰尘,通风良好;
- f) 不应接近发生强磁场的设备(电焊机、高频感应电炉、变压器等);
- g) 应注意仪器产生电磁波的干扰,或其他仪器设备产生的电磁波对仪器的干扰。

12.2 安全事项

分析使用的样品和化学试剂在处理时应注意其爆炸性、易燃性、毒性和有害性。废液应按国家相关环保规定,进行安全和无害化处理。危险物质和剧毒、有毒和有害物质应按国家相关法律法规进行处理。处理时,应穿戴相应的防护用具(护目镜、橡胶手套、防毒面具等)。
