

团 体 标 准

T/WHAEPI 00X—2022

实验室 VOC 专用气相色谱仪

VOC Gas Chromatorgraphy for laboratory

（征求意见稿）

2022-xx-xx 发布

2022-xx-xx 实施

武汉环境保护产业协会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 2

 4.1 仪器工作环境条件 2

 4.2 外观要求 2

 4.3 安全要求 2

 4.4 一般技术要求 2

 4.5 计量性能要求 3

 4.6 环境适应性要求 3

5 试验方法 4

 5.1 环境条件 4

 5.2 试验设备及试剂材料 4

 5.3 外观检查 5

 5.4 安全试验 5

 5.5 一般技术要求检查 5

 5.6 计量性能 7

 5.7 环境适应性 9

6 检验规则 10

 6.1 检验分类 10

 6.2 出厂检验 10

 6.3 型式检验 10

 6.4 检验项目及判定规则 10

7 标志、包装、贮存与运输 11

 7.1 标志 11

 7.2 包装 11

 7.3 贮存 11

 7.4 运输 12

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由湖北大秦维康检验检测认证有限公司提出。

本文件由武汉环境保护产业协会归口。

本文件起草单位：湖北大秦维康检验检测认证有限公司、湖北方圆环保科技有限公司

本文件主要起草人：秦鸣东、董琪、李晓琦、朱秀彬、陈荷香、孙林、胡红燕、杨业鑫

实验室 VOC 专用气相色谱仪

1 范围

本文件规定了实验室 VOC 专用气相色谱仪（以下简称仪器）的术语和定义、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存与运输。

本文件适用于实验室用于测试 VOC 的气相色谱仪。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)

GB/T 4946—2008 气相色谱术语

GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13306—2011 标牌

GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件

GB/T 34065—2017 分析仪器的安全要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氢火焰离子化检测器（FID） flame ionization detector

有机物在氢火焰中燃烧时生成的离子，在电场作用下产生电信号的器件。

[来源:GB/T 4946—2008, 3.6.4.2]

3.2

气相色谱仪 gas chromatograph

气相色谱法用的装置。主要由气路系统、进样系统、柱系统、检测系统、数据处理系统、控制系统组成。

[来源:GB/T 4946—2008, 3.1]

3.3

挥发性有机化合物 volatile organic compounds (VOC)

是指常温下饱和蒸汽压大于 70 Pa、常压下沸点在 260 °C 以下的有机化合物。

4 要求

4.1 仪器工作环境条件

仪器在下列环境条件下应能正常工作：

- a) 环境温度：5 °C~35 °C；
- b) 相对湿度：20 %~80 %；
- c) 周围无强电磁场干扰，无腐蚀性气体和无强烈震动；
- d) 供电电源：交流电压 220 V±22 V，电源频率 50 Hz±1 Hz；
- e) 接地要求：仪器可靠接地（接地电阻≤4 Ω）；
- f) 通风良好，无强烈对流。

4.2 外观要求

外观应满足如下要求：

- a) 外观整齐、清洁，表面无明显剥落、擦伤、露底及污垢；
- b) 所有铭牌及标志应耐久和清楚，内容符合相关法规、标准的要求；
- c) 所有紧固件不得松动、各调节键灵活，功能正常；
- d) 零件表面不得锈蚀；
- e) 仪器可拆部分应能无障碍地拆装。

4.3 安全要求

4.3.1 接触电流

在正常工作条件下，仪器接触电流应不大于 0.5 mA（有效值）或 0.7 mA（峰-峰值）。

在单一故障条件下，仪器接触电流应不大于 3.5 mA（有效值）或 5 mA（峰-峰值）。

4.3.2 介电强度

电源相、中连线与机壳间承受 1500 V、50 Hz 交流电压，历时 1 min 应无击穿和飞弧现象。

4.3.3 保护接地

保护接地电阻应不大于 0.1 Ω。

4.4 一般技术要求

4.4.1 气路系统密封性

在室温条件下，载气、燃气及助燃气的气路系统在 0.3 MPa 下，30 min 压降应不大于 0.01 MPa。

4.4.2 柱箱温度控制系统

- 4.4.2.1 温度控制范围：最低可控温度不应高于室温以上 20℃，最高工作温度不应低于 350℃。
- 4.4.2.2 柱箱温度稳定性：应不大于 0.5 %。
- 4.4.2.3 设定温度的最小调节量：应不大于 1℃。
- 4.4.2.4 温度均匀度：应不大于 2.5 %。
- 4.4.2.5 设定温度与实际温度之间的偏差：应不超过±3 %。
- 4.4.2.6 程序升温：程序升温阶数应不低于 3 阶，程序升温重复性应不大于 1 %。

4.5 计量性能要求

4.5.1 检测器系统

检测器应符合下列要求：

- 检测限应小于或等于 5×10^{-11} g/s。
- 基线噪声小于或等于 1×10^{-12} A。
- 基线漂移小于或等于 1×10^{-11} A。
- 线性范围应大于或等于 10^6 。

4.5.2 毛细管系统

毛细管进样系统分流比范围：5:1~100:1。

4.5.3 启动时间

仪器启动时间应不大于 2 h。

4.5.4 定性重复性

仪器的定性重复性应不大于 1 %。

4.5.5 定量重复性

仪器的定量重复性应不大于 3 %。

4.6 环境适应性要求

4.6.1 高低温环境适应性

在低温、高温环境下，仪器的基线噪声、基线漂移应满足 4.5.1 的要求。

4.6.2 电源电压适应性

在电源电压变化条件下，仪器的基线噪声、基线漂移、定性重复性和定量重复性应满足 4.5.1、4.5.4 和 4.5.5 的要求。

4.6.3 运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下，包括低温贮存、高温贮存、跌落、交变湿热，按 GB/T 11606—2007 表 1 中运输、运输贮存的要求进行试验。其中：高温 55℃、低温-20℃、交变湿热相对湿度 95 %、温度 55℃；倾斜跌落高度 250 mm。试验后，包装箱不应有较大变形和损伤，受试仪器不应有变形松脱、涂覆层剥

落等机械损伤；将仪器置于正常工作条件下进行检验，应符合 4.2~4.5 的要求。

4.6.4 成套性

- 全套仪器至少应包括以下部分：
- 带 FID 检测器气相色谱仪主机一台；
 - 必需的附件和备件一套。

5 试验方法

5.1 环境条件

满足 4.1 的要求。

5.2 试验设备及试剂材料

5.2.1 实验设备

仪器试验使用设备及工具要求应符合表 1 的规定。

表 1 试验设备及工具要求

序号	设备及工具	要求
1	接触/泄漏电流测试仪	准确度优于 5 级
2	数字万用表	----
3	耐电压测试仪	交流电压 0 V~1500 V，频率为 50 Hz，准确度优于 5 级
4	接地电阻测试仪	准确度优于 5 级
5	压力表	0 MPa~0.4 Mpa，最小分度不大于 0.002 MPa 的弹性元件式压力表，或者满足技术要求的其他类型压力仪表
6	铂电阻温度计	Pt100[R(0) = 100 Ω；系数 W = 0.00385，耐温不低于 400 ℃，最大允许误差(MPE)：±0.3 ℃]
7	秒表	分度值 0.01 s
8	色谱数据工作站	----
9	色谱柱	符合 GB/T 30430 的要求
10	微量注射器	量程 1 μL 或 10 μL,相对扩展不确定度 $U_{rel} \leq 2\%$ (k=2)
11	流量计	测量范围 0 mL/min~100 mL/min，准确度不低于 1.0 级
12	巡检仪	MPE：±0.3 ℃
13	空盒气压表	测量范围 800 hPa~1060 hPa，MPE：±2.0 hPa
14	温度试验箱	温度：5 ℃~40 ℃，容积：大于仪器体积的 3 倍，MPE：±2 ℃
15	调压变压器	测量范围 0 V~250 V，功率大于仪器额定功率的 1.2 倍

5.2.2 试剂材料

- 试验用试剂材料如下：
- a) 载气：氮气，纯度不低于 99.995%；

- b) 燃气：氢气，纯度不低于 99.99%；
- c) 助燃气：空气，不得含有影响仪器正常工作的灰尘、烃类、水分及腐蚀性物质；
- d) 标准物质：正十六烷-异辛烷溶液。

5.3 外观检查

按 4.2 的要求进行外观检查。

5.4 安全试验

5.4.1 接触电流

按 GB/T 34065—2017 中 6.2.2 规定方法进行。

5.4.2 介电强度

按 GB/T 34065—2017 中 6.3.2 规定方法进行。

5.4.3 保护接地

按 GB/T 34065—2017 中 6.4.2 规定方法进行。

5.5 一般技术要求检查

5.5.1 气路系统密封性

5.5.1.1 载气气路系统密封性

堵住出口，将压力表连接在系统当中，按分析程序通入载气，用调节阀使系统压强为 0.3 MPa，关断气源，使系统稳定 5 min，观察 30 min 后的压降。

5.5.1.2 燃气气路系统密封性

在燃气入口通入氢气，堵住其出口，将压力表连接在系统当中，用调节阀使系统压强达到 0.3 MPa，关断气源，稳定 5 min，观察 30 min 后的压降。

5.5.1.3 助燃气气路系统密封性

在助燃气入口通入空气，堵住其出口，将压力表连接在系统当中，用调节阀使系统压强达到 0.3 MPa，关断气源，稳定 5 min，观察 30 min 后的压降。

5.5.2 柱箱温度控制系统

5.5.2.1 温度控制范围及稳定性

在柱箱有效空间内，固定好温度计或巡检仪。按照仪器最低可控温度和最高工作温度的 90 %两个温度点分别进行试验。观察 10 min，每分钟记录一次，按式（1）计算温度稳定性，取两个温度点的测量结果的较大值为柱箱温度稳定性。

$$\delta_T = [(T_{\max} - T_{\min}) / \overline{T}] \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

δ_T —— 温度稳定性；

$T_{\max}$ —— 10 min 内温度测量最大值，单位为摄氏度（℃）；

$T_{\min}$ —— 10 min 内温度测量最小值，单位为摄氏度（℃）；

$\bar{T}$ —— 10 min 内温度测量平均值，单位为摄氏度（℃）。

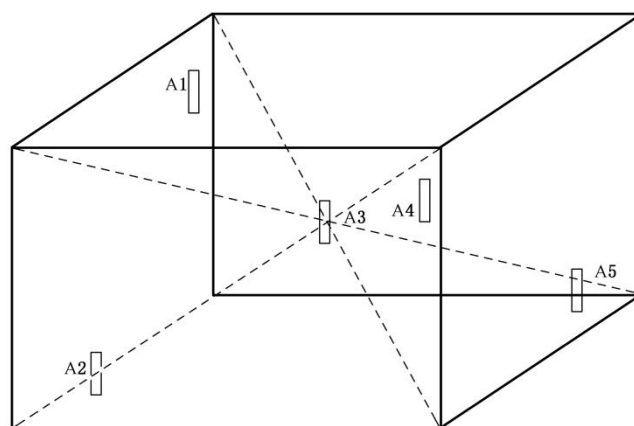
按照上述方法测试，温度稳定性满足 4.4.2.1 要求的最低可控温度和最高工作温度为温度控制范围上下限。

5.5.2.2 设定温度的最小调节量

手动和目视检查。

5.5.2.3 温度均匀度

在柱箱的有效工作空间内，按图 1 所示 A1、A2、A3、A4、A5 选择测试点。测量位置见图 1。



说明：

A1 —— 距离柱箱内箱有效空间的后面、左面、顶面 30 mm 的空间点；

A2 —— 距离柱箱内箱有效空间的左面、底面、前面 30 mm 的空间点；

A3 —— 柱箱内箱有效空间的四角交点的空间位置；

A4 —— 距离柱箱内箱有效空间的前面、顶面、右面 30 mm 的空间点；

A5 —— 距离柱箱内箱有效空间的后面、底面、右面 30 mm 的空间点。

图 1 铂电阻空间位置图

固定标准铂电阻或巡检仪。选最低可控温度和最高工作温度的 90 % 两个点，分别进行试验。待温度稳定后，用数字万用表分别测量每个铂电阻的电阻值，查表得相应的温度，或直接读取温度值，按式（2）计算温度均匀度，取两个温度点的测量结果的较大值为柱箱温度均匀度。

$$\Delta T' = \left[(T'_{\max} - T'_{\min}) / \bar{T}' \right] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\Delta T'$ —— 温度均匀度；

$T'_{\max}$ —— 柱箱温度最大值，单位为摄氏度（℃）；

$T'_{\min}$ —— 柱箱温度最小值，单位为摄氏度（℃）；

$\overline{T'}$ —— 柱箱温度的算术平均值，单位为摄氏度（℃）。

5.5.2.4 设定温度与实际温度之间的偏差

见 5.5.2.3 的测试方法，按式（3）计算不同空间点设定温度与实际温度之间的偏差，取其绝对值较大的偏差为柱箱的设定温度与实际温度之间的偏差。

$$\Delta T = \left[(T_{\text{实际}} - T_{\text{设定}}) / T_{\text{设定}} \right] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ΔT —— 温度偏差；

$T_{\text{实际}}$ —— 柱箱温度的实际测量值，单位为摄氏度（℃）；

$T_{\text{设定}}$ —— 柱箱温度的设定值，单位为摄氏度（℃）。

5.5.2.5 程序升温的重复性

在柱箱的有效工作空间内任选一点，固定一个标准铂电阻温度计或巡检仪，选定初温 60℃，终温为 250℃，升温速率 10℃/min 左右。待初温稳定后，开始程序升温，每分钟记录数据一次，直至终温稳定。重复测量 3 次，按式（4）计算相应点的最大相对偏差，取其最大值为程序升温的重复性。

$$S = \left[(T''_{\max} - T''_{\min}) / \overline{T''} \right] \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

S —— 相对偏差；

$T''_{\max}$ —— 相应点的最大温度值，单位为摄氏度（℃）；

$T''_{\min}$ —— 相应点的最小温度值，单位为摄氏度（℃）；

$\overline{T''}$ —— 相应点的平均温度值，单位为摄氏度（℃）。

5.6 计量性能

5.6.1 检测器系统

5.6.1.1 检测器系统实验条件

色谱柱：SE-30，50 m×0.32 mm×1.0 μm 或其它等效色谱柱。

温度设置：柱箱温度 200℃；进样器温度 220℃；检测器温度 220℃。

5.6.1.2 基线噪声和基线漂移

按 5.6.1.1 的条件，仪器稳定后，记录基线 30 min。选取基线中噪声最大峰-峰高对应的信号值为仪器的基线噪声；基线偏离起始点最大的响应信号值为仪器的基线漂移。

5.6.1.3 检测限

试样为浓度 100 ng/μL 正十六烷-异辛烷溶液。

设置色谱数据工作站相关参数，仪器工作稳定后，进样 1 μL ，连续进样 7 次，用色谱数据工作站算出正十六烷的峰面积，计算 7 次峰面积的算术平均值，按式（5）计算检测限。

$$D_{\text{FID}} = 2NW/A \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

D_{FID} —— FID 检测限，单位为克每秒（g/s）；

N —— 基线噪声，单位为毫伏（mV）或安培（A）；

W —— 正十六烷进样量，单位为克（g）；

A —— 正十六烷峰面积的算术平均值，单位为毫伏秒（mV·s）或安培秒（A·s）。

5.6.1.4 线性范围

试样为正十六烷-异辛烷溶液，在线性范围内均匀选择不少于五个点的浓度，仪器工作稳定后，进样 1 μL ，每种浓度溶液各进样 3 次，取正十六烷的峰面积算术平均值，做进样量和峰面积关系曲线，线性 $\gamma = 0.999$ 时，最大进样量和最小进样量之比即为该检测器系统的线性范围。

5.6.2 毛细管系统

仪器在上述工作条件下稳定后，进样 5 次，并用秒表测量甲烷的保留时间，算出 5 次进样保留时间的算术平均值，按式（6）计算柱的平均线速度。

$$\bar{U} = L/t_0 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$\bar{U}$ —— 平均线速度，单位为厘米每秒（cm/s）；

L —— 柱长，单位为厘米（cm）；

t_0 —— 甲烷的保留时间，单位为秒（s）。

按式（7）计算毛细管柱的流量。

$$F = 60\pi d^2 \times \bar{U} / 4 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

F —— 毛细管柱的流量，单位为毫升每分（mL/min）；

d —— 毛细管柱的内径，单位为厘米（cm）。

按式（8）计算分流比。

$$f = (F + F_C) / F \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

f —— 分流比；

F_C —— 在分流阀出口测得的校正后的分流流量，单位为毫升每分（mL/min）。

在保证毛细管柱线速度为 10 cm/s~15 cm/s 的条件下，调节分流阀，使其分流比分别为 10:1、50:1、100:1 三点，并观察分流比的可调性。

5.6.3 启动时间

仪器在灵敏度或检测限合格条件下关机 4 h 以上, 重新启动使其基线噪声和基线漂移满足 4.4.1 技术指标的要求所需的时间。

5.6.4 定性重复性

仪器的定性重复性以连续测量 7 次溶质保留时间的相对标准偏差 $RSD_{\text{定性}}$ 表示, 计算见式 (9)。

$$RSD_{\text{定性}} = \sqrt{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2 / (n-1)} \times 1/\bar{t} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$RSD_{\text{定性}}$ —— 相对标准偏差;

n —— 测量次数;

t_i —— 第 i 次测量的保留时间, 单位为分 (min);

$\bar{t}$ —— n 次进样的保留时间的算术平均值, 单位为分 (min);

i —— 进样序号。

5.6.5 定量重复性

仪器的定量重复性以连续测量 7 次溶质峰面积测量的相对标准偏差 $RSD_{\text{定量}}$ 表示, 计算见式 (10)。

$$RSD_{\text{定量}} = \sqrt{\sum_{i=1}^n (A_i - \bar{A})^2 / (n-1)} \times 1/\bar{A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$RSD_{\text{定量}}$ —— 相对标准偏差;

n —— 测量次数;

A_i —— 第 i 次测量的峰面积, 单位为毫伏秒 (mV·s) 或安培秒 (A·s);

$\bar{A}$ —— n 次进样的峰面积算术平均值, 单位为毫伏秒 (mV·s) 或安培秒 (A·s);

i —— 进样序号。

5.7 环境适应性

5.7.1 高低温环境适应性试验

按 GB/T 11606—2007 中第 4 章和第 5 章进行, 其中低温 $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 高温 $35\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。按 5.6.1.2 试验过程, 对仪器进行基线噪声、基线漂移试验。

5.7.2 电源电压适应性试验

按 GB/T 11606—2007 中第 3 章进行, 先将电压从 220 V 调至 198 V, 按 5.6.1.2 试验过程, 对仪器进行基线噪声、基线漂移、定性重复性和定量重复性试验; 电源电压再调至 242 V, 重复上述试验。

5.7.3 运输、运输贮存试验

仪器在运输包装状态下, 按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章、第 16 章和第 17 章的方法进行。

5.7.4 仪器成套性

目视检查。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品分为型式检验和出厂检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 每台仪器需经制造厂做出厂检验合格，并附有合格证。

6.2.2 仪器出厂检验项目应按表 2 的要求进行。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时，需要进行型式检验：

- a) 新产品和老产品转厂生产的试制定型；
- b) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变可能影响产品性能时；
- c) 正常生产的产品应每三年进行一次；
- d) 产品长期停产后，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- f) 国家质量监督部门提出进行型式检验的要求时。

6.3.2 型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

6.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行，采用一次抽样，装置的检验项目，不合格质量水平(RQL)，判别水平(DL)按表 2 规定进行。批质量以每百单位产品的不合格数表示。

6.3.4 若型式检验不合格，应分析原因找出问题并落实措施，对装置产品改进后，重新进行型式检验。若再次型式检验不合格，则应停产整顿，装置停止出厂，待问题解决，型式检验合格后方可恢复出厂检验。

6.3.5 型式检验合格，经出厂检验合格方可作为合格品出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

6.4 检验项目及判定规则

型式检验和出厂检验项目及判定规则按照表 2 进行。

表2 检验项目及判定规则

序号	不合格分类	检验项目及对应章条			不合格质量水平(RQL)	判别水平(DL)	抽样方案		检验分类	
		项目	要求	试验方法			样品量(n)	判定数组(Ac, Rc)	出厂检验	型式检验
1	A	安全要求	4.3	5.4	30	1	3	(0,1)	●	●
2	B	气路系统密封性	4.4.1	5.5.1	65			(1,2)	●	●

3		温度稳定性	4.4.2	5.5.2.1					●	●
4		温度控制范围	4.4.2	5.5.2.1					—	●
5		最小温度调节量	4.4.2	5.5.2.2					—	●
6		温度均匀度	4.4.2	5.5.2.3					—	●
7		温度偏差	4.4.2	5.5.2.4					—	●
8		程序升温重复性	4.4.2	5.5.2.5					●	●
9		基线噪声及漂移	4.5.1	5.6.1.2					●	●
10		检测器检测限	4.5.1	5.6.1.3					●	●
11		线性范围	4.5.1	5.6.1.4					—	●
12		毛细管系统	4.5.2	5.6.2					—	●
13		启动时间	4.5.3	5.6.3					—	●
14		定性重复性*	4.5.4	5.6.4					●	●
15		定量重复性	4.5.5	5.6.5					●	●
16		高低温环境适应性	4.6.1	5.7.1					—	●
17		电源电压适应性	4.6.2	5.7.2					—	●
18		运输、运输贮存	4.6.3	5.7.3					—	●
19	C	外观	4.2	5.3	100			(2,3)	●	●
20		成套性	4.6.4	5.7.4					●	●

注 1: ●表示应进行检验的项目; —表示不进行检验的项目; RQL 表示不合格质量水平; * 表示只适用于自动进样。

注 2: DL 表示判别水平; n 表示样本数量; Ac 表示合格判定数; Re 表示不合格判定数。

7 标志、包装、贮存与运输

7.1 标志

产品标志应符合 GB/T 191—2008 的规定, 产品包装上应有下列标志:

- 产品名称;
- 产品型号及注册商标;
- 执行标准号;
- 生产企业名称及地址;
- 装箱数量。

仪器外部适当位置应有铭牌, 铭牌应符合 GB/T 13306—2011 的规定, 包括: 制造厂家、仪器名称、型号、商标、编号和出厂日期。

7.2 包装

仪器包装应执行 GB/T 13384—2008。产品包装前, 应对外露零件等进行适当处理。包装文件包括合格证、说明书、装箱单。为了保障在运输和贮存条件下不影响该仪器的技术性能, 同一规格型号的产品采用相同规格的包装箱。

7.3 贮存

产品应贮存在干燥、通风的地方，无酸碱等有害气体，其包装可承受的贮存期至少为 6 个月，制造厂商应保证在此期间内，开启包装箱仪器能正常使用。

7.4 运输

仪器在完整包装条件下，允许以汽车、火车、轮船或飞机等任何方式运输。运输时应避免日晒雨淋，搬运时应小心轻放，避免碰撞。
