

ICS 71.060.01
G 10
备案号:37843—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4320—2012

无机化工产品 气相色谱分析方法通用规则

Inorganic chemicals for industrial use—
General rules for gas chromatographic analysis

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：杭州龙山化工有限公司、山东出入境检验检疫局、湖北兴发化工集团股份有限公司、广东省汕头市质量计量监督检测所、天津市化学试剂研究所、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：胡浩德、王骏、赵祖亮、龚礼胜、徐宁、王建国、杨裴、范国强。

无机化工产品 气相色谱分析方法通用规则

1 范围

本标准规定了无机化工产品气相色谱分析方法通用规则的术语和定义、方法原理、试剂和材料、仪器、测定、结果表述、精密度与准确度、仪器实验室的条件和安全。

本标准适用于无机化工产品气相色谱法方法的编写、方法的研究、培训、教学等。

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(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4946 气相色谱法术语

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

JJG 700 气相色谱仪检定规程

3 术语和定义

GB/T 4946 规定的术语适用于本标准。

4 一般规定

本标准所用的试剂和水,除非另有规定外,均应使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水。

5 方法原理

气相色谱法是利用试样中各组分在流动相和固定相间的分配系数不同,当汽化后的试样被载气带入色谱柱中运行时,组分在两相间进行反复多次分配,由于固定相对各组分的吸附或溶解能力不同,因此各组分在色谱柱中的运行速度就不同,经过一定的柱长后,彼此分离,按顺序离开色谱柱进入检测器,产生的离子流信号经放大后,在记录器上描绘出各组分的色谱峰,根据各组分的保留值和色谱峰面积或相应的峰高值分别作为定性和定量的依据。

6 试剂和材料

6.1 标准品

气相色谱法标准品的质量分数应不低于 99.9 %。

6.2 载气

根据所使用的检测器类型选择相应的载气,载气的纯度应不低于 99.99 %,使用前应经过硅胶、分子筛或活性炭等净化处理。

6.3 空气

应不含有腐蚀性杂质及其他妨碍气相色谱分析的气体,进入仪器气路前应进行脱油、脱水处理。

7 仪器

7.1 一般规定

气相色谱仪的性能除非另有说明条款外,应符合 JJG 700 的规定。

7.2 仪器组成

气相色谱仪主要由载气系统、进样系统、分离系统、温控系统、检测系统和数据处理系统组成。

7.3 载气流速稳定性

符合 JJG 700 的要求。

7.4 温度稳定性

符合 JJG 700 的要求。

7.5 检测器

气相色谱仪测定无机化工产品时,采用的检测器主要有热导检测器(TCD)、火焰离子化检测器(FID)、火焰光度检测器(FPD)、电子捕获检测器(ECD)、氮磷检测器(NPD),它们均应符合 JJG 700 的要求。

8 测定

8.1 样品处理

8.1.1 无机元素的测定

气相色谱法可以直接测定的无机元素主要有磷、氯等,应先采用有机溶剂对试样进行萃取,然后将有机相注入气相色谱仪进行测定。

8.1.2 卤化物的测定

对于结构很稳定的卤化物,如四氯化碳、四氯化钛等,可用一般的气相色谱法进行测定。对于一些活性较大的卤化物,包括三氯化磷、四氯化钛、四氯化锡、氯化氢等的痕量测定,要求气相色谱系统的惰性好,并使用电子捕获检测器进行测定。

8.1.3 水的测定

用气相色谱法测定产品中的水可采用热导检测器测定,其测定水分的范围是 0.05 %~1.00 %,可采用下列方法测定:

——将试样用碳化钙处理,把试样中的水转化为乙炔,用火焰离子化检测器测定转化物乙炔。

——将热解吸和气相色谱法结合,采用热导检测器,不锈钢填充柱,可测定无机化合物中的结晶水、无机材料中微量水。

8.1.4 把金属转化为配位化合物进行测定

在金属离子的溶液中,加入配位试剂,它和金属离子生成较稳定的、挥发性的化合物,进行气相色谱测定。

8.1.5 无机阴离子的测定

用气相色谱法测定无机阴离子,需要先将阴离子转化为可挥发的稳定衍生物,此衍生物应有稳定的共价键。气相色谱法测定无机阴离子的前处理可参见附录 A。具体应用实例,气相色谱法测定加碘盐中的无机碘方法可参见附录 B。

8.2 试验条件的选择

8.2.1 检测器

8.2.1.1 选择原则

根据试样和待测组分的特性,选择与其相适应的检测器。

8.2.1.2 热导检测器(TCD)

它是一种通用型的非选择性检测器,对所有物质均有响应,结构简单,性能稳定,线性范围宽,可分析一些其他检测器无法检测的物质。

8.2.1.3 电子捕获检测器(ECD)

它是一种选择性强、高灵敏度的浓度型检测器,对具有电负性的物质(如含有卤素、硫、磷、氮、氧的物质)有响应,电负性越强,灵敏度越高,能检测出微量的电负性物质。

8.2.1.4 火焰离子化检测器(FID)

它是一种质量型检测器,结构简单、灵敏度高、响应快、稳定性好,对几乎所有挥发性有机化合物均有响应,能检测到痕量的物质。

8.2.1.5 火焰光度检测器(FPD)

它是一种质量型检测器,对含有硫、磷的化合物具有高选择性和高灵敏度,也称为硫磷检测器,有利于痕量磷、硫的分析。

8.2.1.6 氮磷检测器(NPD)

它是一种电离型检测器,对氮磷化合物灵敏度高、专一性好,专用于痕量氮、磷化合物的检测。

8.2.2 载气

8.2.2.1 载气种类

根据所使用的检测器种类选择相应的载气。TCD检测器一般采用氢气或氦气作为载气;ECD检测器可采用氮气、氩气+5%甲烷作为载气;FID检测器、FPD检测器和NPD检测器可采用氦气、氮气作为载气。

8.2.2.2 载气流速

载气流速是决定气相色谱分离的重要原因之一。一般流速高,色谱峰窄,反之则较宽,但流速过高或过低对分离都有不利的影响。流速应平稳。通常填充柱的载气流速约为10 mL/min~50 mL/min;细径毛细管柱的载气流速约为1 mL/min~3 mL/min;粗径毛细管柱的载气流速约为3 mL/min~10 mL/min。

8.2.2.3 载气流量

载气流量可采用恒流阀、转子流量计、电子流量控制器设定流量,也可采用皂膜流速计接载气出口处测流量。

使用毛细管柱时,载气流速以平均线速度 $\bar{v}$ 计,数值以厘米每秒表示,按式(1)计算:

$$\bar{v} = \frac{L}{t_M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

L ——色谱柱长度的数值,单位为厘米(cm);

t_M ——惰性物质通过色谱柱所用的时间,单位为秒(s)。

8.2.3 色谱柱

根据不同的产品要求选择相应的色谱柱,包括填充柱或毛细管柱的种类、柱长、柱内径、固定液配比。

8.2.4 柱温

柱温主要影响分配系数、容量因子以及组分在流动相和固定相中的扩散系数,从而影响分离度和分析时间。选择柱温的原则,一般使难分离物质在达到要求的分离度条件下,尽可能采用低温柱。对于宽沸程样品,需采用程序升温法进行分离,即柱温按预先设定的程序随时间呈线性或非线性增加,从而获得最佳的分离效果。具体操作条件的选择应根据产品的实际情况而定。

8.2.5 进样方式和进样量的选择

液体试样应采用进样器(穿过隔膜垫)进样。进样器规格有1 μ L、5 μ L、10 μ L。填充柱一般使用10 μ L进样器,进样量应控制在柱容量允许范围及检测器线性检测范围之内。气体试样应采用气体进样阀进样。一般柱分离进样体积在100 μ L至5 000 μ L。对毛细管柱进样,有分流/不分流进样方式,一般采用分流进样,分流进样应确定分流比。当进行痕量分析时,应采用不分流进样。另外还有顶空进样,分为静态顶空和动态顶空,适用于固体、液体材料中可挥发性物质的分析。

8.2.6 其他条件的选择

汽化室温度应等于或稍高于试样沸点,但不超过试样沸点50 $^{\circ}$ C,高于柱温30 $^{\circ}$ C~50 $^{\circ}$ C。检测室

温度应接近汽化室温度。

9 结果表述

9.1 定性

9.1.1 已知物对照定性

在相同操作条件下,被测组分的保留值与纯物质的保留值相同,即可初步定性。如果可能,应在两根或多根性质显著的色谱柱上进行验证,如在不同的柱上纯物质和未知组分的保留值始终相同,即可确认未知物与纯物质相同。

9.1.2 加入已知物增加峰高法

当样品成分较复杂,组分各峰之间距离太近或操作条件不稳定,保留值不易确定时采用此法。将已知物加入到试样中混合进样,若某组分峰高增加,即可认为该组分与已知物为同一物质。

9.1.3 文献相对保留值定性

相对保留值只受柱温和固定相性质的影响,而柱长、固定相的填充情况(即固定相的紧密情况)和载气的流速均不影响相对保留值。只要保证这两项与文献一致即可。在色谱手册中列有各种物质在不同固定液上的保留数据,可用来进行定性鉴定。

9.1.4 根据保留指数定性

保留指数(I)又称科瓦茨(kovats)指数,它表示物质在固定液上的保留行为,在同一色谱柱上,不同升温条件下,其保留时间不同,但保留指数是一致的。物质在柱上的保留行为用两种紧靠它的作为标准物的正构烷烃来标定。设其中一个碳数为 z ,另一个为 $z+1$, $t'_{R(x)}$ 应处在 $t'_{R(z)}$ 和 $t'_{R(z+1)}$ 之间。将保留指数与文献值对照,实现未知物的定性。

待测组分的保留指数以 I_x 表示,按式(2)计算:

$$I_x = 100 \left(\frac{\lg t'_{R(z)} - \lg t'_{R(z)}}{\lg t'_{R(z+1)} - \lg t'_{R(z)}} + z \right) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$t'_{R(z)}$ ——碳数为 z 的正构烷烃的调整保留时间,单位为秒(s);

$t'_{R(z+1)}$ ——碳数为 $z+1$ 的正构烷烃的调整保留时间,单位为秒(s);

$t'_{R(x)}$ ——待测组分的调整保留时间,单位为秒(s)。

9.1.5 结合其他仪器进行定性

对于成分完全未知或组分较复杂的试样,应结合质谱、光谱、核磁共振等仪器一同定性。

9.2 定量

9.2.1 峰面积的计算

峰高和半峰宽的测量可采用精度为0.02 mm的测量工具进行,先进仪器可采用自动积分和微机处理法。

峰面积以 A 计,数值以 cm^2 表示,对称峰的峰面积按式(3)计算:

$$A = 1.065 h W_{1/2} \dots\dots\dots (3)$$

不对称峰的峰面积按式(4)计算:

$$A = h (W_{0.15} + W_{0.85}) / 2 \dots\dots\dots (4)$$

式中

h ——色谱峰峰高的数值,单位为厘米(cm);

$W_{1/2}$ ——色谱峰半峰宽的数值,单位为厘米(cm);

$W_{0.15}$ ——色谱峰峰高0.15倍时峰宽的数值,单位为厘米(cm);

$W_{0.85}$ ——色谱峰峰高0.85倍时峰宽的数值,单位为厘米(cm)。

9.2.2 校正因子

准确称量多组待测组分和标准物质的质量,混合均匀后在试验条件下进样测定,进样量应在检测器的线性范围之内,测定结果按置信度 95 %取舍,求平均值。

校正因子以 f_i 表示,数值按式(5)计算:

$$f_i = \frac{m_i A_s}{m_s A_i} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_i ——试样中待测组分质量的数值,单位为克(g);
- m_s ——标准物质量的数值,单位为克(g);
- A_i ——试样中组分 i 峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- A_s ——标准物峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$)。

注: 热导检测器的标准物质为苯,火焰离子化检测器的标准物质为正庚烷。

9.2.3 面积百分比法

此方法常用于粗定量,或用于组分简单、结构相似的混合物的分析以及无法找到标准样品时的分析。采用面积百分比法时,应满足下列条件:

- 检测器响应都相同。
- 所有组分都流出,并在检测器上均能产生信号。

面积百分比法测定试样中组分的质量分数以 w_i 计,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum_{i=1}^n A_i} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- A_i ——试样中组分 i 的峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$)。

9.2.4 归一化法

采用归一化法定量时,应满足下列要求:

- 在试验条件下所有组分应全部流出,并在检测器上均能产生信号。
- 进样量应在检测器的线性范围内。

归一化法测定试样中组分的质量分数以 w_i 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_i = \frac{f_i A_i}{\sum_{i=1}^n (f_i A_i)} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- f_i ——试样中组分 i 的校正因子的数值;
- A_i ——试样中组分 i 的峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$)。

9.2.5 内标法

当需测定试样中某几个组分,而且试样中所有组分不能全部出峰时,采用此法。它将一定量的纯物质作为内标物,加入到准确称取的试样中,根据被测物和内标物的质量及其在色谱图上相应的峰面积比,求出某组分的含量。采用内标法定量时,应满足下列条件:

- 内标物应是试样中不存在的纯物质,性质与被测物相近,能完全溶解于试样并且不与试样发生化学反应。
- 内标物的峰应尽量靠近被测组分的峰,或位于几个被测物峰的中间并与这些色谱峰完全分离。
- 内标物的质量应与被测物质的质量接近,能保持色谱峰大小相差不多。
- 进样量应在检测器的线性范围内,待测组分在试验条件下应全部流出。

内标法测定试样中组分的质量分数以 w_i 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_i = \frac{m_s A_i f_i}{m A_s f_s} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- m ——试样质量的数值,单位为克(g);
- m_s ——内标物质量的数值,单位为克(g);
- A_i ——试样中组分 i 峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- A_s ——内标物峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- f_i ——试样中组分 i 的校正因子的数值;
- f_s ——内标物的校正因子的数值。

9.2.6 外标法

9.2.6.1 标准曲线法

外标法用欲测组分的纯物质配成一系列不同质量分数的标准溶液,取固定量标准溶液进样分析,从所得色谱图上测出响应信号(峰面积或峰高),然后以质量分数为横坐标,响应信号为纵坐标绘制标准曲线。在相同的色谱条件下,注入相同量的试样进行色谱分析,测定该试样的响应信号,根据工作曲线查出其质量分数(见图 1)。采用外标法定量时,应满足下列条件:

- 外标溶液采用称量法(精确至 0.000 1 g)配制,其浓度应与待测组分的质量分数相近。
- 进样量应在检测器的线性范围内,待测组分在试验条件下应全部流出。

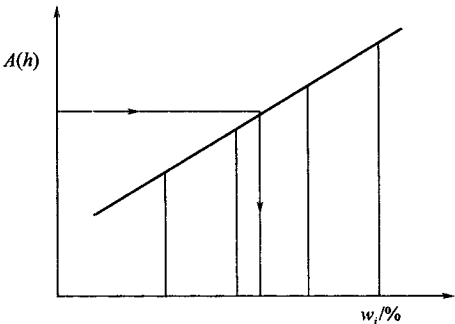


图 1 外标法示意图

9.2.6.2 单点校正法

当被测试样中各组分浓度变化范围不大时,可不必绘制标准曲线,采用单点校正法。配制一个和被测组分含量十分接近的标准溶液,定量进样,由被测组分和外标组分峰面积比或峰高比来求被测组分的质量分数。

单点校正法测定试样中组分的质量分数以 w_i 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{A_s} \times w_s \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- w_s ——外标物中组分 i 的质量分数,以 % 表示;
- A_i ——试样中组分 i 峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$);
- A_s ——外标物中组分 i 的峰面积的数值,单位为平方厘米(cm^2)或为毫伏分($\text{mV} \cdot \text{min}$)。

10 精密度与准确度

10.1 精密度

同一样品测定次数不少于 6 次的情况下,确定方法的精密度。

精密度以相对标准偏差 RSD 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$RSD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (w_i - \bar{w})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{w}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

w_i ——第 i 次测量的质量分数,以 % 表示;

$\bar{w}$ —— n 次进样的质量分数的算术平均值,以 % 表示;

n ——测定次数的数值。

10.2 准确度

准确度以组分 i 的回收率 r 计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$r = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_2 ——试样中加入组分 i 后,测得组分 i 质量的数值,单位为毫克(mg);

m_1 ——试样中测得组分 i 质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——加入组分 i 的质量的数值,单位为毫克(mg)。

11 仪器实验室的条件和安全

11.1 仪器实验室的条件

气相色谱仪的仪器实验室应满足如下条件:

——仪器周围不应安放其他可能产生强磁场、电场、高频率的仪器。

——不应存在振动。

——不存在尘埃和腐蚀性气体。

——仪器不受阳光直射。

——供电电源的波动应尽可能小。

——仪器安装固定时应考虑到抗地震措施。

——做好绝缘和接地,防止电力事故发生。接地时,从任何负载返回总接地母线的地线阻抗必须小于 11Ω 。

——实验室温度应在 $5^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$,相对湿度不大于 85 %,室内不能结露。

11.2 安全

气相色谱仪实验室的安全要求如下:

——装置仪器电源应良好接地。

——采用氢气作载气或燃烧气时,管道应无渗漏,仪器场所不应有明火。

——所有样品气体应排放至通风处。

附 录 A
(资料性附录)

气相色谱法测定无机阴离子的前处理

A.1 硝酸根

用苯作试剂,与硝酸根进行芳烃亲电取代反应,生成硝基苯,进行气相色谱法测定。

A.2 亚硝酸根

A.2.1 用 1,2-芳基二胺作试剂处理

此试剂与亚硝酸根进行缩合反应,生成苯并三唑,进行气相色谱测定。但应注意当亚硒酸根含量较高时,会干扰亚硝酸根的测定。

A.2.2 用五氯苄基溴化物作试剂处理

亚硝酸根与五氯苄基溴化物进行亲核取代反应,生成五氯苄基亚硝基化物,进行气相色谱测定。同条件下,氰根(CN^-)和硫氰酸根(SCN^-)会干扰亚硝酸根的测定。

A.3 氟化物

氟化物可以和试剂三甲基氯硅烷进行亲核取代反应,生成三甲基氟硅烷,进行气相色谱法测定。但硅酸根会干扰氟化物的测定。

A.4 溴化物

溴化物可以和苯乙烯试剂进行溴的加成反应,生成二溴代苯乙烯,进行气相色谱法测定。此法选择性好,干扰物较少。

A.5 氯化物和溴化物

氯化物和溴化物与环氧乙烷试剂进行加成反应,生成氯乙醇和溴乙醇,可进行气相色谱法测定。

A.6 溴化物和碘化物

溴化物和碘化物和 3-戊酮试剂进行碱催化取代反应,生成 α -溴代-3-戊酮和 α -碘代-3-戊酮,进行气相色谱法测定。

A.7 氰化物

氰化物可加入强酸(如一定浓度的硫酸),生成氢氰酸,进行气相色谱法测定。当试样中有一定量的碳酸盐、硫化物时,会干扰测定。

A.8 碘酸盐和碘化物

在酸性条件下,将无机物中的无机碘还原为游离碘,游离碘能与丁酮生成丁酮和碘的衍生物,用电子捕获检测器来测定。

附录 B

(资料性附录)

气相色谱法测定加碘盐中的无机碘

B.1 方法原理

试样中的碘在硫酸条件下与丁酮反应生成丁酮和碘的衍生物,经气相色谱分离,电子捕获检测器检测,外标法定量。

B.2 试剂和材料

B.2.1 丁酮:色谱纯。

B.2.2 正己烷(C_6H_{14}):色谱纯。

B.2.3 无水硫酸钠:优级纯。

B.2.4 硫酸。

B.2.5 亚硫酸钠溶液(Na_2SO_3):4 g/L。

B.2.6 过氧化氢溶液:3.5 %;

吸取 11.7 mL 的过氧化氢(30 %),加水稀释至 100 mL。

B.2.7 碘标准贮备液:1.0 mL 溶液含碘(I^-)1.0 mg;

称取 0.1685 g 的碘酸钾,精确至 0.0001 g,用水溶解,并定容至 100 mL 容量瓶中,5℃±1℃冷藏保存,一个星期有效。

B.2.8 碘标准溶液:1.0 mL 溶液含碘(I^-)0.0001 mg;

吸取 1.0 mL 碘标准贮备液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再吸取 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,现用现配。

B.3 仪器和设备

气相色谱仪:配有电子捕获检测器(ECD)。

B.4 推荐的色谱操作条件

色谱柱:HP-5(柱长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25 μm)或具同等性能的色谱柱。

进样口温度:240℃。

ECD 检测器温度:250℃。

进样量:1.0 μL。

柱温:85℃。

载气:高纯氮。

流速:1.8 mL/min。

尾吹:40 mL/min。

B.5 测定

B.5.1 试样的溶解

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.0002 g,置于 50 mL 的烧杯中,用水溶解,转移至 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

B.5.2 试验溶液的制备

移取 10 mL 上述溶液,置于 20 mL 的比色管中,加入 0.2 mL 浓硫酸、1.0 mL 亚硫酸钠溶液,摇匀,静置 5 min,加 0.15 mL 丁酮、0.5 mL 过氧化氢溶液,混匀,放置 20 min,加入 5.0 mL 正己烷,振荡萃取 1 min,静置,吸取上层有机相,通过无水硫酸钠(经 600℃,烘烤 4 h)过滤后,准确移取该溶液 1.0 mL 至

10 mL 的容量瓶中,加入正己烷稀释至刻度,摇匀,供气相色谱进样,该溶液为试验溶液。

B.5.3 碘标准测定液的制备

分别移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 碘标准溶液置于 20 mL 的比色管中,加水至 5 mL,分别加入 0.2 mL 浓硫酸、1.0 mL 亚硫酸钠溶液,摇匀,静置 5 min,加 0.15 mL 丁酮,0.5 mL 过氧化氢溶液,混匀,放置 20 min,加入 5.0 mL 正己烷,振荡萃取 1 min,静置,吸取上层有机相,通过无水硫酸钠(经 600 ℃,烘烤 4 h)过滤,得到碘标准测定液。

B.5.4 标准工作曲线的绘制

准确移取碘标准测定液 1.0 mL 至 10 mL 的容量瓶中,加入正己烷稀释至刻度摇匀,分别注入气相色谱仪中,以标准测定液的峰面积为纵坐标,以移取的碘标准溶液中碘的质量为横坐标绘制标准工作曲线。

B.5.5 试验溶液的测定

将试验溶液注入气相色谱仪中,得到峰面积,从标准工作曲线中查得试样中碘的含量。

B.6 结果计算

加碘盐中碘的含量以 w_1 表示,数值以 mg/kg 表示,按照式(B.1)计算

$$w_1 = \frac{\rho \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{1\,000} \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

ρ ——从标准工作曲线上查得的试样中碘的含量,单位为微克(μg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

B.7 色谱图

碘标准衍生物气相色谱图见图 B.1。

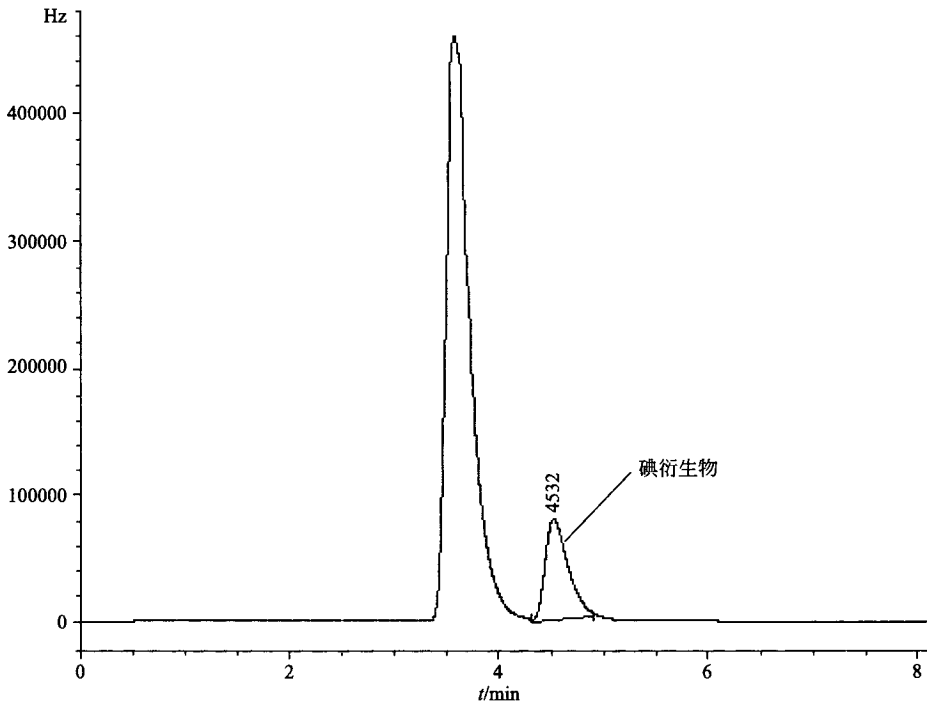


图 B.1 碘标准衍生物气相色谱图