



中华人民共和国国家计量检定规程

JJG 823-XXXX

离子色谱仪

Ion Chromatographs

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

离子色谱仪检定规程

JJG 823-XXXX

代替 JJG 823-2014

Verification Regulation of

Ion Chromatographs

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引 言	II
1 范围	1
2 概述	1
3 计量性能要求	1
3.1 输液系统	1
3.2 柱温箱	2
3.3 检测器	2
3.4 整机性能	2
4 通用技术要求	2
4.1 仪器外观	2
4.2 仪器电路	3
5 计量器具控制	3
5.1 检定条件	3
5.2 检定项目和检定方法	4
5.3 检定结果的处理	9
5.4 检定周期	9
附录 A 检定记录格式（参考）	10
附录 B 检定证书/检定结果通知书（内页）格式	12

引 言

以JJF 1001-2011《通用计量术语及定义》、JJF 1002-2010《国家计量检定规程编写规则》和JJF 1059.1-2019《测量不确定度评定与表示》为基础和依据，对JJG 823-2014《离子色谱仪》进行修订。

与JJG 823-2014《离子色谱仪》相比，除编辑性修改外，主要技术内容有如下变化：

—变更了流量设定值误差和流量稳定性中流速 $>1.0\text{ mL/min}$ 时的收集时间，见3.1表1

—增加了离子色谱仪电化学检测器的分类类型及其主要性能指标要求，见3.3表2

—变更了电导检测器基线噪声和基线漂移的技术指标，见3.3表2

—变更了检测器主要技术指标中各检测器的最小检测浓度指标，见3.3表2

—变更了整机性能中的定性重复性和定量重复性技术指标，见3.4

—变更了检定所用数字温度计的测量范围要求，见5.1.3.2

—增加了泵检定用电子液体流量计，见5.1.3.4

—增加了配置脉冲电化学检测器的离子色谱仪检定用标准物质葡萄糖纯度标准物质，见5.1.4表3

—变更了柱箱温度设定值误差和控温稳定性的要求，见5.2.2.3

JJG 823的历次版本发布情况为：

—JJG 823-1993；

—JJG 823-2014；

离子色谱仪检定规程

1 范围

本规程适用于配有电导检测器、紫外可见检测器和电化学检测器的离子色谱仪的首次检定、后续检定和使用中检查。

2 概述

离子色谱仪（以下简称仪器）是由输液系统、进样系统、分离系统、检测系统和数据处理系统等部分组成的分析仪器，图 1 是其组成的示意图。由于样品中各组分离子在色谱柱固定相和流动相间分配或吸附特性的差异，不同离子被流动相先后洗脱分离进入检测器，并按先后次序得到各待测离子的信号强度。根据各组分的保留时间和响应值（峰面积或峰高）进行定性和定量分析。

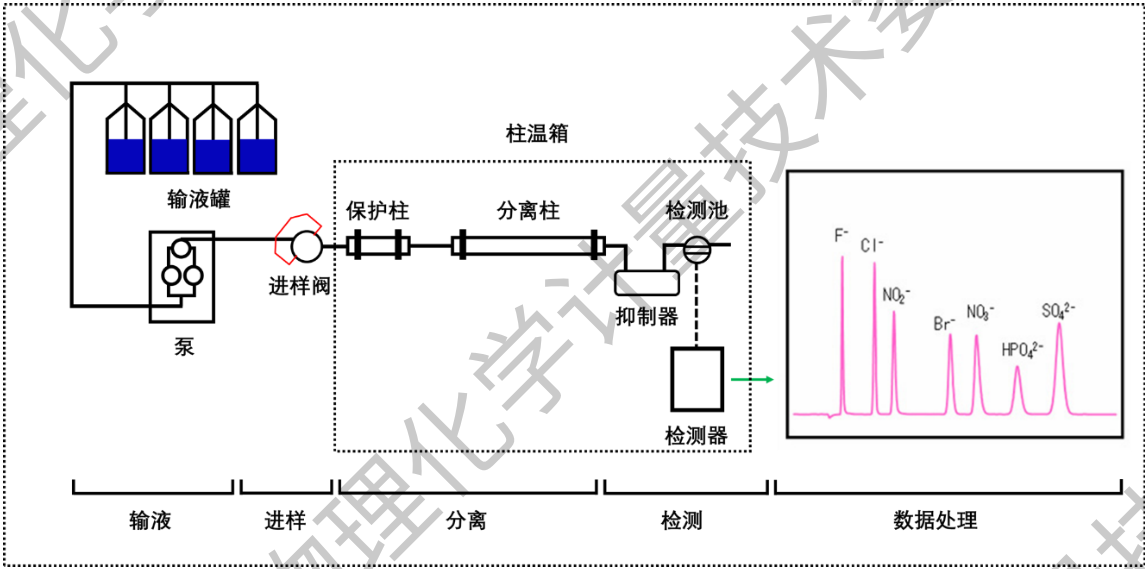


图 1 离子色谱仪组成示意图

3 计量性能要求

3.1 输液系统

3.1.1 输液管路及接口紧密牢固，在规定的允许压力范围内无泄漏。

3.1.2 流量设定值误差（ S_S ）和流量稳定性（ S_R ）应符合表 1 的要求。

表 1 流量设定值误差 S_S 和稳定性 S_R 要求

泵流量设定值/(mL/min)	[0.2~0.5]	(0.5~1.0]	>1.0
测量次数/ n	3	3	3
流动相收集时间/ min	[20~10]	[10~5]	[5~3]

流量设定值最大允许误差 S_s	$\pm 5\%$	$\pm 3\%$	$\pm 2\%$
流量稳定性 S_R	3%	2%	2%
注：①最大流量的设定值可根据用户使用情况而定。 ②对特殊的、流量小的仪器，流量的设定可根据用户使用情况选大、中、小三个流量，流动相的收集时间则根据情况适当缩短或延长。 ③泵流量检定可以使用电子流量计。			

3.2 柱温箱

3.2.1 柱温箱温度设定值允许误差： $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

3.2.2 柱温箱温度稳定性：不大于 $1\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ 。

3.3 检测器

仪器检测器的主要技术指标见表 2。

表 2 离子色谱仪检测器的主要技术指标

项目 \ 检测器	电导检测器	紫外可见检测器	电化学检测器①	
			直流	脉冲
基线噪声	≤0.02 μS/cm 或≤2 %FS	≤0.5 mAU	≤0.2 nA	≤0.2 nC
基线漂移	≤0.10 μS/cm/30 min 或 ≤10 %FS/30 min	≤5 mAU/30 min	≤2 nA/30 min	≤2 nC/30 min
最小检测浓度	≤0.01 μg/mL	≤0.01 μg/mL	≤0.01 μg/mL	≤0.01 μg/mL
线性相关系数	≥0.995	≥0.995	≥0.995	≥0.995
波长示值最大允许误差	/	±2 nm	/	
波长重复性	/	<2 nm	/	
注：①对于同时配备直流和脉冲检测器的仪器，仅检定脉冲检测器即可。				

3.4 整机性能

仪器的整机性能用定性重复性、定量重复性来表示。

3.4.1 定性重复性：不大于 1.0 %。

3.4.2 定量重复性：不大于 2.0 %。

4 通用技术要求

4.1 仪器外观

4.1.1 仪器上应有仪器名称、型号、制造厂商、产品序列号、出厂日期等内容的铭牌。

4.1.2 仪器应标明所使用的电源、电压和频率，且各功能部件均能正常工作。

4.2 仪器电路

仪器电源线、信号线等插接紧密，各开关、旋钮、按键等功能正常，指示灯灵敏，显示器清晰。

5 计量器具控制

计量器具控制包括：首次检定、后续检定和使用中检查。

5.1 检定条件

5.1.1 环境条件

5.1.1.1 仪器使用环境应清洁无尘，通风良好，温度保持在（15~35）℃，检定过程中室内温度变化不超过 2℃，室内相对湿度应在 5%~85% RH 范围内。

5.1.1.2 检定仪器应平稳地放在工作台上，周围无强烈机械振动和电磁干扰源。

5.1.2 电源要求

5.1.2.1 电源电压：（220±22）V。

5.1.2.2 电源频率：（50±0.5）Hz。

5.1.3 检定设备

5.1.3.1 分析天平：最大称量不小于 100 g，最小分度值不大于 1 mg。

5.1.3.2 数字温度计：测量范围为（0~100）℃，最小分度值不大于 0.1℃，最大允许误差为±0.3 ℃。

5.1.3.3 秒表：最小分度值不大于 0.1 s。

5.1.3.4 电子液体流量计：测量范围优于（0~5）mL/min，在[0.2~0.5] mL/min 的流量测量点示值误差不超过±2.0%，在（0.5~1.0] mL/min 的流量测量点示值误差不超过 1.5%，在>1.0 的流量测量点示值误差不超过±1.0%。所有流量测量点的重复性不大于 0.7%。

5.1.3.5 移液管：A 级。

5.1.3.6 容量瓶：A 级。

5.1.4 有证标准物质（见表 3）

表 3 有证标准物质

检定用标准物质	浓度/（μg/mL）	扩展不确定度（k=2）
氯离子溶液标准物质	0.50~1000	≤2%
锂离子溶液标准物质	0.200~1000	
亚硝酸根溶液标准物质	1.00~1000	
碘离子溶液标准物质	0.50~1000	

葡萄糖纯度标准物质	0.50~1000	
-----------	-----------	--

5.1.5 其他要求

检定用试剂：流动相所用试剂，纯水（满足 GB/T33087-2016 仪器分析用高纯水规格和试验方法）等。

波长检定溶液：紫外分光光度计溶液标准物质。

注：电子天平与液体流量计选择其中一种或者两种均可以。

5.2 检定项目和检定方法

5.2.1 检定项目（见表 4）

表 4 检定项目

序号	/	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检查
1	泵	泵耐压	+	- ^①	-
		泵流量设定值误差 S_s	+	-	-
		泵流量稳定性 S_R	+	-	-
2	柱温箱	温度设定值允许误差 ΔT_s	+	-	-
		温度稳定性 T_C	+	-	-
3	检测器	基线噪声	+	+	+
		基线漂移	+	+	+
		最小检测浓度	+	+	+
		线性相关系数	+	-	-
		波长示值最大允许误差和重复性 ^②	+	-	-
4	整机	定性、定量重复性	+	+	+

注：①“+”表示应检定项目，“-”表示可不检定项目。
② 紫外检测器检定项目，其他检测器不检定此项目。

5.2.2 检定方法

5.2.2.1 通用技术要求的检查

按第 4.1、4.2 条的要求，目视、手动检查。

5.2.2.2 输液系统的检定

a) 泵耐压

将仪器各部分连接好，以水为流动相，流量为 1 mL/min，按说明书启动仪器，压力平稳后保持 10 min，用滤纸检查各管路接口处是否有泄漏。卸下色谱柱，在压力传感器以下连接一个与系统最大耐压值相匹配的背压管，调节流速，使压力达到仪器说明书最大允许值的 90%，保持 5 min 无泄漏。

b) 泵流量设定值误差 S_S 、流量稳定性 S_R

启动仪器，压力稳定后，按表 1 的要求设定流量，在分离柱出口处用称重过的容量瓶收集流动相，同时用秒表计时，收集表 1 规定时间流出的流动相，在天平上称重，按公式 (3) 计算流量实测值 F_m （如果使用电子流量计检定，则直接读取流量实测值 F_m ），按公式 (1)、公式 (2) 计算 S_S 和 S_R 。每一设定流量，重复测量 3 次。

$$S_S = (\bar{F}_m - F_S) / F_S \times 100\% \quad (1)$$

$$S_R = (F_{\max} - F_{\min}) / \bar{F}_m \times 100\% \quad (2)$$

$$F_m = (W_2 - W_1) / (\rho_t \cdot t) \quad (3)$$

式中： F_m —流量实测值，mL/min；

W_2 —容量瓶+流动相的质量，g；

W_1 —容量瓶的质量，g；

ρ_t —实验温度下流动相的密度，g/cm³；

t —收集流动相的时间，min；

$\bar{F}_m$ —同一组流量设定值下 3 次测量值的算术平均值，mL/min；

F_S —流量设定值，mL/min；

$F_{\max}$ —同一组流量设定值下 3 次测量值的最大值，mL/min；

$F_{\min}$ —同一组流量设定值下 3 次测量值的最小值，mL/min。

5.2.2.3 柱箱温度设定值误差 ΔT_S 和控温稳定性 T_c

将数字温度计探头固定在柱温箱内或恒温块的温度探测器附近，选择 30℃和 50℃（也可根据用户使用温度设定）进行检定。按仪器说明书操作，通电升温，待温度稳定后，记下温度计读数并开始计时，以后每隔 10 min 记录一次读数，共计 7 次，求出算术平均值。平均值与设定值之差为柱温箱温度设定值误差 ΔT_S ，7 次读数中最大值与最小值之差为控温稳定性 T_c ，按式 (4)、式 (5) 计算。

$$\Delta T_S = \bar{T} - T_S \quad (4)$$

$$T_c = T_{\max} - T_{\min} \quad (5)$$

式中： $\bar{T}$ —同一组测量值的算术平均值，℃；

T_s —温度设定值, °C;

T_{max} —同一组测量值的最高温度值, °C;

T_{min} —同一组测量值的最低温度值, °C。

5.2.2.4 基线噪声和基线漂移

按说明书要求, 针对不同检测器, 连接好仪器, 开机预热, 待仪器稳定后记录 30 min 基线。

基线噪声为 30 min 基线中噪声最大峰-峰值对应的信号值。

基线漂移用 30 min 内基线偏离起始点最大信号值表示。

注: 若电导检测器不能输出电导值, 就以相当 25 μL 定量环仪器的 0.5 $\mu\text{g/mL}$ Cl^- 或 0.2 $\mu\text{g/mL}$ Li^+ 的峰高为满刻度, 上述测得基线噪声值和基线漂移值除以该满刻度即为仪器的基线噪声和基线漂移。

5.2.2.5 电导检测器的性能

a) 最小检测浓度

选取相应的检测离子浓度 (Cl^- : 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 或 Li^+ : 0.2 $\mu\text{g/mL}$) 进行测定, 记录色谱图, 由色谱峰高和基线噪声, 按式 (6) 计算最小检测浓度 C_{min} (按 25 μL 进样量计算)。

$$C_{min} = \frac{2H_N c \times V}{25H} \quad (6)$$

式中: C_{min} —最小检测浓度, $\mu\text{g/mL}$;

H_N —基线噪声峰峰值, $\mu\text{S/cm}$;

c —标准溶液浓度, $\mu\text{g/mL}$;

H —标准溶液的色谱峰高, $\mu\text{S/cm}$;

V —进样体积, μL 。

b) 仪器线性相关系数

选择在两个数量级范围内, 均匀分布的用水稀释的 5 个浓度的 Cl^- 或 Li^+ 系列标准溶液进行测量, 每个浓度点重复测量三次取平均值, 并与标准溶液的标准值做线性回归, 按式 (7) 计算其相关系数 (γ)。

$$\gamma = \frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})(H_i - \bar{H})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2 \cdot \sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}} \quad (7)$$

式中： C_i —第*i*种溶液的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
 $\bar{C}$ —某个离子的算数平均浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；
 H_i —第*i*种溶液的峰高或峰面积， $\mu\text{S/cm}$ 或 $\mu\text{S/cm}\cdot\text{min}$ ；
 $\bar{H}$ —某个离子浓度的算数平均峰高或峰面积， $\mu\text{S/cm}$ 或 $\mu\text{S/cm}\cdot\text{min}$ ；
 n —某个离子浓度的个数。

5.2.2.6 紫外可见检测器

a) 波长示值误差与重复性

将检测器和数据处理系统连接好，通电预热稳定后，用注射器将紫外分光光度计溶液标准物质（标准波长为235 nm, 257 nm, 313 nm 和350 nm）从检测器入口注入样品池中冲洗，并将样品池充满。将检测器波长调到低于标准波长5 nm处，改变检测器波长，每（5~10）s 改变1 nm，记录每个波长下的吸收值（吸收值变化的示意图见图2），最大或最小吸收值对应的波长与标准波长之差为波长示值误差。每个波长重复测量3次，其中最大值与最小值之差为波长重复性。

有吸光值显示的检测器，改变波长时可直接读出吸光值，其最大（或最小）吸光值对应的波长与标准波长之差为波长示值误差。有波长扫描功能的仪器可画出标准溶液的光谱曲线，其波峰（或波谷）对应的波长与标准波长之差为波长示值误差。对于有内置标准滤光片可进行自检的仪器可直接采用其测量数据。

对改变波长有自动回零功能的紫外-可见光检测器，可采用连续进样的方法检定波长示值误差，具体做法是：用一节空管代替色谱柱将液路连通，以水做流动相，流量为（0.5~1.0）mL/min，采用步进进样方法，例如检定257 nm时，从252 nm开始到262 nm，每2 min改变1 nm，用注射器注入相同体积的紫外分光光度计溶液标准物质，得到一组不同波长的色谱峰，最高（或最低）色谱峰对应的波长与标准波长之差，即为波长示值误差。

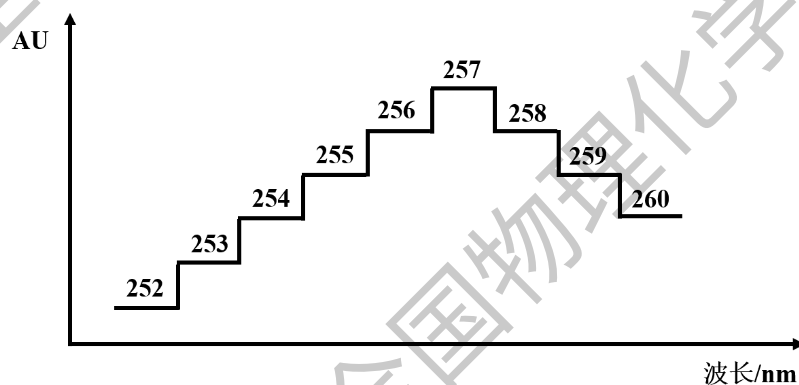


图2 波长示值误差检定中吸收值变化示意图

b) 最小检测浓度

选取 $1.0 \mu\text{g/mL}$ NO_2^- 离子溶液进行测定, 记录色谱图, 由色谱峰高和基线噪声, 按式 (6) 计算最小检测浓度 $C_{\min}$ (按 $25 \mu\text{L}$ 进样量计算)。

c) 线性相关系数

选择 NO_2^- 系列标准溶液, 按 5.2.2.5 中 b) 条的方法进行检定和计算。

5.2.2.7 电化学检测器性能

a) 最小检测浓度

选取 $0.5 \mu\text{g/mL}$ I^- 离子溶液 (或者葡萄糖溶液) 进行测定, 记录色谱图, 由色谱峰高和基线噪声, 按式 (6) 计算最小检测浓度 $C_{\min}$ (按 $25 \mu\text{L}$ 进样量计算)。

b) 线性相关系数

选择碘离子系列标准溶液 (或者葡萄糖系列溶液), 按 5.2.2.5 中 b) 条的方法进行检定和计算。

5.2.2.8 整机性能 (定性、定量重复性)

按仪器说明书要求, 打开仪器, 待仪器稳定后, 按不同检测器选取不同检测离子 (见表 5) 进行测量, 连续进样 6 次, 记录色谱峰的保留时间和峰面积或峰高, 按式 (8) 计算相对标准偏差 RSD_6 。

$$\text{RSD}_{6 \text{ 定性 (定量)}} = \frac{1}{\bar{X}} \times \sqrt{\sum_{i=1}^6 \frac{(X_i - \bar{X})^2}{(6-1)}} \times 100\% \quad (8)$$

式中:

$\text{RSD}_{6 \text{ 定性 (定量)}}$ ——定性 (定量) 测量重复性相对标准偏差;

X_i ——第 i 次测得的保留时间和峰面积或峰高;

$\bar{X}$ ——6 次测量结果的算术平均值;

i ——测量序号。

表 5 不同检测器对应的检测离子浓度

检测器		离子	浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)
电导检测器		Cl^- 或 Li^+	$0.5 \mu\text{g/mL}$ 或 $0.2 \mu\text{g/mL}$
紫外检测器		NO_2^-	$1.0 \mu\text{g/mL}$
电化学检测器	直流	I^-	$0.5 \mu\text{g/mL}$

	脉冲	葡萄糖	0.5 µg/mL
--	----	-----	-----------

5.3 检定结果的处理

5.3.1 按本规程条款检定，全部检定项目（详见 3 计量性能要求）均达到规定技术要求的仪器为合格仪器，发给检定证书。

5.3.2 只配一个检测器的仪器，任何一个检定项目不合格，该仪器为不合格仪器，发给检定结果通知书，注明不合格项。

5.3.3 配一个以上检测器的仪器，只要其中一个检测器的检定项目和除检测器外其他检定项目合格，可发给配该检测器的仪器检定证书。同时注明其他不合格的检测器，限制使用。

5.4 检定周期

离子色谱仪的检定周期一般不超过 2 年，若经过搬动、更换重要部件或对仪器性能有影响时，应重新检定。

附录 A 检定记录格式（参考）

仪器名称		室温	℃
仪器型号		相对湿度	%
制造厂名		检定员	
出厂编号		核验员	
送检单位		记录编号	
联系人及电话：		检定日期	

1. 仪器外观：_____

2. 泵耐压、泵流量设定误差 (S_S) 和泵流量稳定性误差 (S_R) 的检定

耐压/MPa		流动相		密度	
流量设定值 F_S mL/min					
收集时间/min					
收集体积/mL					
测定值/mL/min					
测定平均值 F mL/min					
S_S (%)					
S_R (%)					

3. 柱温箱或恒温块温度设定值误差 ΔT_s 和控温稳定性 T_c 的检定

设定温度 (°C)								
序号	1	2	3	4	5	6	7	均值
测定值 (°C)								
控温示值误差 (°C)				控温稳定度 (°C)				
设定温度 (°C)								
序号	1	2	3	4	5	6	7	均值
测定值 (°C)								
控温示值误差 (°C)				控温稳定度 (°C)				

4. 检测器性能检定

4.1 电导检测器：

噪声		漂移		记录时间	
定量管/ μL		() 离子的浓度		离子的峰高	
漂移/ %FS		噪声/ %FS		最小检测浓度	

					$\mu\text{g/mL}$	
序号	1	2	3	4	5	相关系数
()离子浓度 $\mu\text{g/mL}$						
峰高/面积						

4.2 紫外可见检测器

型号					波长范围			
波长测定值	235 nm		257 nm		313 nm		350 nm	
	平均值		平均值		平均值		平均值	
波长示值误差								
波长重复性								
噪声			漂移				记录时间	
定量管/ μL			()离子的浓度				离子的峰高	
最小检测浓度/ $\mu\text{g/mL}$								
序号	1	2	3	4	5	相关系数		
()离子浓度 $\mu\text{g/mL}$								
峰高/面积								

4.3 电化学检测器

噪声		漂移		记录时间		
定量管/ μL		()离子的浓度		离子的峰高		
最小检测浓度/ $\mu\text{g/mL}$						
序号	1	2	3	4	5	相关系数
()离子浓度 $\mu\text{g/mL}$						
峰高 (或面积)						

5. 保留时间和定量的重复性

检测离子	浓度 $\mu\text{g/mL}$	保留时间/ min						平均值	$\text{RSD}_{\text{保留}}\%$
		1	2	3	4	5	6		
检测离子	浓度 $\mu\text{g/mL}$	峰高/面积/						平均值	$\text{RSD}_{\text{保留}}\%$
		1	2	3	4	5	6		

附录 B 检定证书/检定结果通知书（内页）格式

证书编号：××××—××××

检定结果

检定依据		
检 定 项 目	外观及常规要求	
	泵耐压检定 泵流量设定值误差 泵流量稳定性	
	柱箱温度设定值误差 柱箱温度稳定性	
	检测器：基线噪声 基线漂移 最小检测浓度 相关系数 波长示值误差和重复性	
	整机：定性和定量重复性	
	结论	

备注：如果检定不合格，需在结论中说明检定不合格项目。

中华人民共和国
国家计量技术规范
XXXXXXXXXX 检定规程
JJG 823—XXXX
国家市场监督管理总局发布