



中华人民共和国国家标准

GB/T 26792—2011

高效液相色谱仪

High performance liquid chromatography

2011-07-29 发布

2011-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

高效液相色谱仪

1 范围

本标准规定了高效液相色谱仪的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存、质量保证等。
本标准适用于高效液相色谱仪(以下简称仪器)。
本标准不适用于专用仪器。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

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 11606—2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519—1990 分析仪器通用技术条件

GB/T 15464—1995 仪器仪表包装通用技术条件

3 要求

3.1 正常工作条件

仪器的正常工作条件:

- a) 环境温度:5℃~35℃;
- b) 相对湿度:20%~80%;
- c) 供电电源:电压 220 V±22 V,频率 50 Hz±0.5 Hz;
- d) 室内应避免易燃、易爆和强腐蚀性气体及强烈的震动、电磁干扰和空气对流等;
- e) 接地良好。

3.2 外观

3.2.1 仪器外表应光洁平整、字迹清晰,表面涂覆色泽均匀、不应有明显划伤、露底、裂纹、起泡等现象。

3.2.2 各调节旋钮、按键、开关等工作正常,无松动;指示、显示清晰完整。

3.3 输液泵

3.3.1 密封性

输液泵流路截止,压力达到上限值的 90%,输液泵停止运行,保持 10 min,压力下降应不大于 5 MPa。

3.3.2 流量输出误差及稳定性

泵流量输出误差及稳定性见表 1。

表 1 泵流量输出误差及稳定性

流量设定值 mL/min	流量输出误差 %	流量稳定性 %
0.1	±2	≤1.5
1.0	±1	≤1.0
2.0	±2	≤1.5

表 1 (续)

流量设定值 mL/min	流量输出误差 %	流量稳定性 %
5.0	±3	≤1.5
10.0	±3	≤1.5
30.0	±5	≤2.0

3.3.3 梯度误差

梯度误差应不超过±2%。

3.4 色谱柱恒温箱

3.4.1 温度设定值误差

温度设定值误差应不超过±2℃。

3.4.2 控温稳定性

控温稳定性应不大于1℃。

3.5 检测器

3.5.1 紫外-可见可变波长检测器

3.5.1.1 波长示值误差

波长示值误差应不超过±2 nm。

3.5.1.2 波长重复性

波长重复性应不大于1 nm。

3.5.1.3 吸光度误差

吸光度误差应不超过±5%。

3.5.1.4 静态基线漂移及静态短期基线噪声

静态基线漂移应不大于 5×10^{-4} AU/h；

静态短期基线噪声应不大于 3×10^{-5} AU。

3.5.1.5 动态基线漂移及动态短期基线噪声

动态基线漂移应不大于 1×10^{-3} AU/h；

动态短期基线噪声应不大于 5×10^{-5} AU。

3.5.1.6 最小检测浓度

最小检测浓度应不大于 4×10^{-8} g/mL。

3.5.1.7 线性范围

线性范围应不小于 10^4 。

3.5.2 示差折光检测器

3.5.2.1 基线漂移及短期基线噪声

基线漂移应不大于 5×10^{-7} RIU/h；

短期基线噪声应不大于 5×10^{-9} RIU。

3.5.2.2 最小检测浓度

最小检测浓度应不大于 5×10^{-6} g/mL。

3.5.2.3 线性范围

线性范围应不小于 10^4 。

3.5.3 荧光检测器

3.5.3.1 波长示值误差及波长重复性

波长示值误差应不超过±5 nm；

波长重复性应不大于 2 nm。

3.5.3.2 基线漂移及短期基线噪声

基线漂移应不大于 5×10^{-3} FU/h；

短期基线噪声应不大于 5×10^{-4} FU。

3.5.3.3 最小检测浓度

最小检测浓度应不大于 1×10^{-9} g/mL。

3.5.3.4 线性范围

线性范围应不小于 10^4 。

3.6 整机性能

3.6.1 定性测量重复性

定性测量重复性应不大于 0.5%。

3.6.2 定量测量重复性

定量测量重复性应不大于 3.0%。

3.7 安全

3.7.1 绝缘电阻

仪器在正常工作条件下，绝缘电阻应大于 20 MΩ。

3.7.2 绝缘强度

仪器在正常工作条件下，应能承受 1 500 V 交流有效值连续 1 min 的电压试验，不应出现飞弧或击穿现象。

3.7.3 泄漏电流

仪器在正常工作条件下，泄漏电流应不大于 5 mA。

3.8 成套性

按具体仪器标准规定。

3.9 运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下，按 GB/T 11606—2007 的 2.4 试验项目中的低温贮存试验，高温贮存试验和跌落试验的项目进行试验。其中高温 55 ℃；低温 -40 ℃（-20 ℃）；倾斜跌落高度 250 mm。试验完成后，将仪器置于正常工作条件下进行试验，应符合 3.3~3.7 要求。

注：低温贮存 -20 ℃ 一档不推荐使用，仅用于带液晶显示器类的仪器（当它的贮存、运输温度为 -20 ℃ 时）。

4 试验方法

4.1 试验条件

仪器的试验条件为：

- a) 本试验均应在 3.1 规定的条件下进行；
- b) 试验过程中室温变化不超过 3 ℃（示差折光检测器室温变化不超过 2 ℃）；
- c) 试验用计量器具应经计量检定合格或计量检定单位校准；
- d) 仪器试验前应开机预热 1.5 h；
- e) 标准溶液与试剂：试验用标准溶液均应使用经国家批准的标准溶液进行逐级稀释。所用流动相为 HPLC 级，经过脱气处理。其他试剂为分析纯，水为二次蒸馏水。

4.2 外观

目视和手动检查。

4.3 输液泵

4.3.1 密封性

4.3.1.1 设备及试剂

包括:

- a) 高压截止阀一个:耐压不小于 60 MPa;
- b) 精密压力表一块:量程不小于 60 MPa、0.4 级;
- c) 秒表一块:分度值不大于 0.1 s;
- d) 三通一个;
- e) 二次蒸馏水。

4.3.1.2 试验程序

将输液泵通过三通与高压截止阀及精密压力表连接,输液泵最高压力设定在压力上限值 90%处,以二次蒸馏水为流动相,待系统排出气体,流量设为 0.1 mL/min,启动输液泵,将高压截止阀处于截流状态,压力将逐渐上升,达到输液泵压力上限值 90%时,输液泵停止运行,记录此时压力表示值,保持 10 min 后,记录压力表示值。

按式(1)计算压力下降值:

$$\Delta p = p_1 - p_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- Δp ——压力下降值,单位为兆帕(MPa);
- p_1 ——达到上限值 90%时的压力表示值,单位为兆帕(MPa);
- p_2 ——停泵 10 min 后压力表示值,单位为兆帕(MPa)。

4.3.2 流量输出误差及稳定性

4.3.2.1 设备及试剂

包括:

- a) 秒表一块:分度值不大于 0.1 s;
- b) 带探针数字温度计一支:分度值不大于 0.1 °C;
- c) 分析天平一台:根据测试流量大小选择合适载荷、测试质量尽量在天平载荷的 60%左右、准确度不低于 ⑩级、实际标尺分度值不大于 0.1 mg;
- d) 背压装置一个:在设定流量下可提供 8 MPa±2 MPa 的背压;
- e) 合适规格的称量瓶三个;
- f) 二次蒸馏水。

4.3.2.2 试验程序

用仪器专用管路连接输液泵的出口、入口,出口适当加一背压(8 MPa±2 MPa),以二次蒸馏水为流动相,将数字温度计探针插入流动相内,测量此时流动相的试验温度。设定合适流量,待输液泵运行稳定后,按表 1 分别设定流量,在流动相排出口用事先清洗并称重过的称量瓶收集流动相,同时用秒表计时,待达到表 2 规定的收集时间后停止收集流动相,并按下秒表停止计时。每个流量下各测试三次。分别按式(2)、式(3)计算流量输出误差及稳定性。

$$S_s = \frac{\overline{F_m} - F_s}{F_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$S_R = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{\overline{F_m}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- S_s ——流量输出误差%;
- S_R ——流量稳定性%;

F_m —— $F_m=(W_2-W_1)/(\rho t)$,流量实测值,单位为毫升每分钟(mL/min);
 W_1 ——称量瓶重量,单位为克(g);
 W_2 ——称量瓶+流动相重量,单位为克(g);
 ρ ——试验温度下流动相的密度,单位为克每毫升(g/mL);
 t ——收集流动相的时间,单位为分钟(min);
 $\overline{F_m}$ ——同一设定流量三次测量的平均值,单位为毫升每分钟(mL/min);
 F_s ——流量设定值,单位为毫升每分钟(mL/min);
 F_{max} ——同一设定流量三次测量的最大值,单位为毫升每分钟(mL/min);
 F_{min} ——同一设定流量三次测量的最小值,单位为毫升每分钟(mL/min)。

注：流量的设定可根据输液泵的流量范围而定。流量测量顺序可以任意选择。

表 2 泵流量试验收集时间要求

流量设定值 mL/min	收集流动相时间 min
≤1.0	10~15
1.0~10.0	5
≥10.0	3

4.3.3 梯度误差

4.3.3.1 设备及试剂

包括：

- a) 紫外检测器一台；
- b) 色谱数据工作站(或记录仪)一台；
- c) 背压装置一个:设定流量下可提供 8 MPa±2 MPa 背压；
- d) 两通一个；
- e) 流动相:A 通道溶液:二次蒸馏水;B 通道溶液:0.1%丙酮/水溶液。

4.3.3.2 试验程序

将紫外检测器波长设定在 254 nm。泵出口适当加一背压(8 MPa±2 MPa)并通过两通连接到检测器。色谱数据工作站(或记录仪)与检测器信号输出端连接,按表 3 设置梯度参数,梯度设置示意图见图 1。输液泵流量设为 1.0 mL/min,待仪器稳定后,开始采集数据,得到梯度曲线。测量各种溶液配比时的输出信号值,用式(4)计算各种溶液配比时的梯度误差,重复两次,取其中最大者为输液泵梯度误差,梯度误差计算示意图见图 2。

表 3 梯度参数设置

序号	A 通道 %	B 通道 %
1	100	0
2	80	20
3	60	40
4	40	60
5	20	80
6	0	100
7	100	0

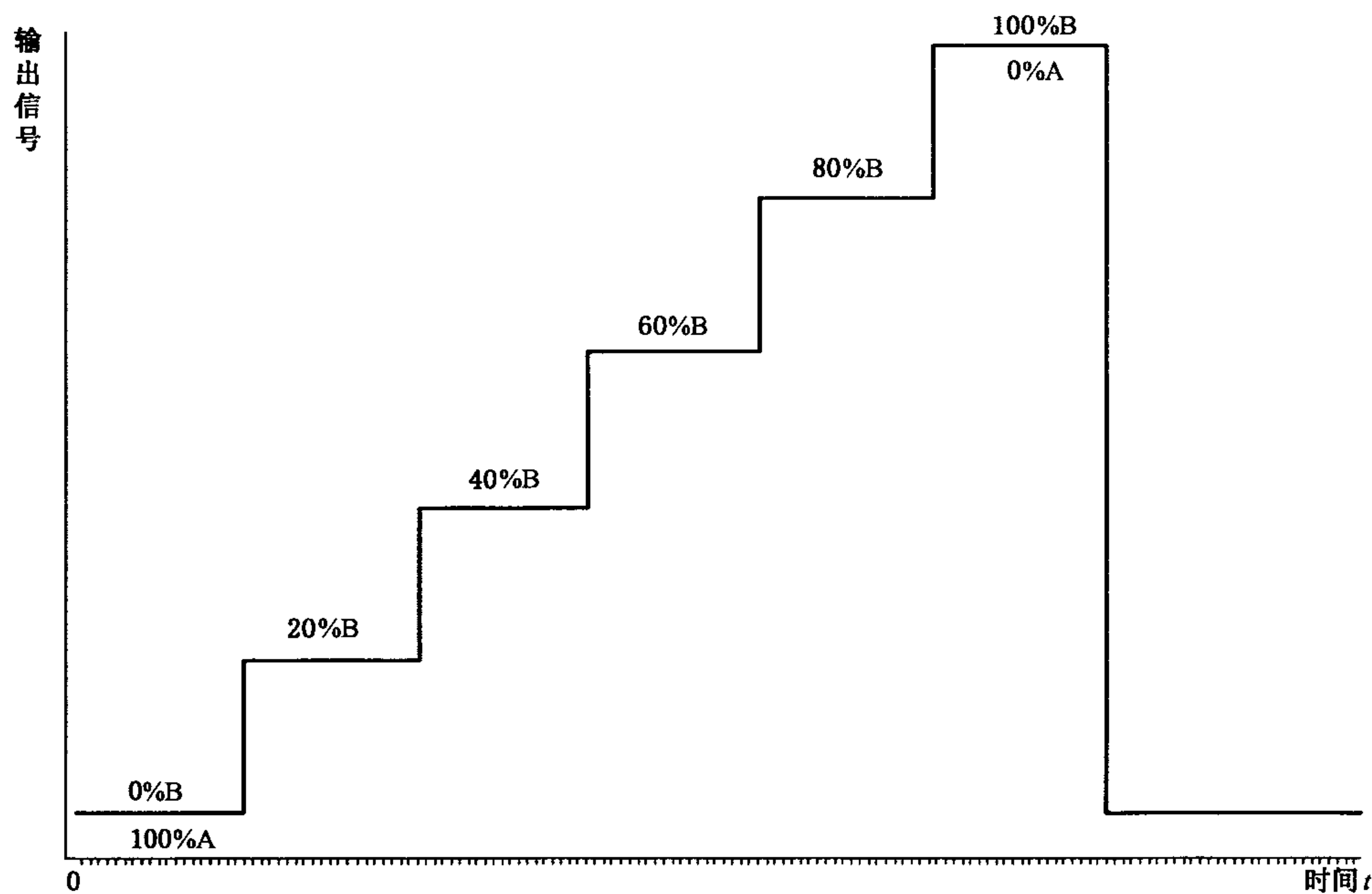


图 1 梯度设置示意图

4.3.3.3 梯度误差的计算

$$T_{\alpha} = L_{\alpha} - \frac{V_i - V_A}{V_B - V_A} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 T_{α} ——第 i 段梯度误差%， $i=1,2,3,4$ ；
 L_{α} ——第 i 段设定梯度值%， $i=1,2,3,4$ ；
 V_A ——A 通道流动相 100% 时输出信号值；
 V_B ——B 通道流动相 100% 时输出信号值；
 V_i ——第 i 段梯度输出信号值， $i=1,2,3,4$ 。

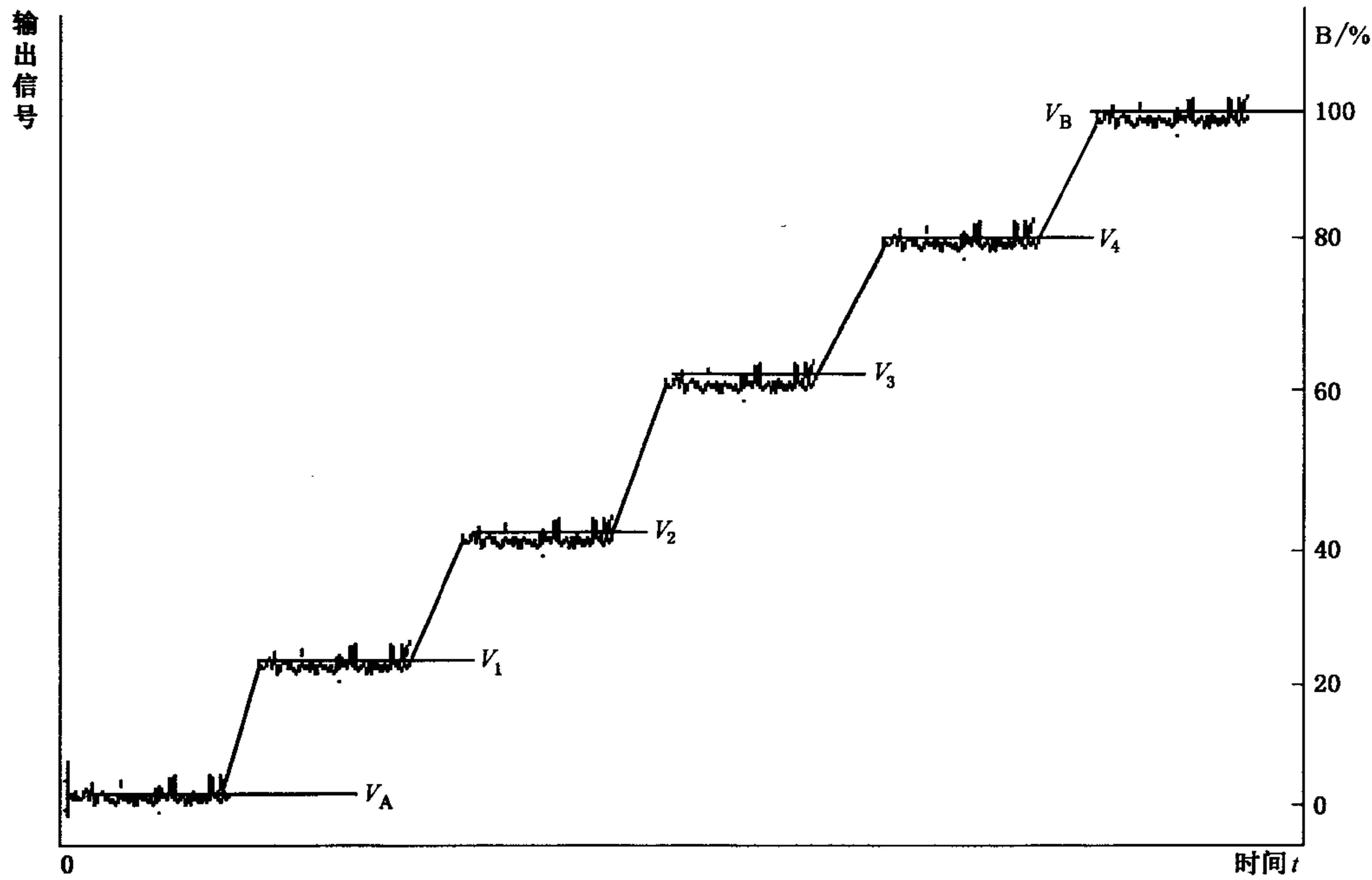


图 2 梯度误差计算示意图

4.4 色谱柱恒温箱

4.4.1 温度设定值误差与控温稳定性

4.4.1.1 试验设备

带探针数字温度计一台:分度值不大于 0.1℃。

4.4.1.2 试验程序

将数字温度计探针固定在色谱柱恒温箱内放置色谱柱处,选择室温加 10℃和最高可控温度的 90%两点进行测量。按温度从低到高顺序升温,当温度显示值稳定后,每隔 5 min 记录一次温度计显示温度,共七次,求出平均值。平均值与设定值之差为该温度下的设定值误差,七次读数中最大值与最小值之差为该温度下的控温稳定性。选取测试结果中的最大值,作为本台色谱柱恒温箱的温度设定值误差及控温稳定性。

4.4.1.3 温度设定值误差及控温稳定性的计算

温度设定值误差按式(5)计算;控温稳定性按式(6)计算:

$$\Delta T_s = \overline{T} - T_0 \dots\dots\dots (5)$$

$$T_c = T_{\max} - T_{\min} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- ΔT_s ——温度设定值误差,单位为摄氏度(℃);
- $\overline{T}$ ——七次测量的平均值,单位为摄氏度(℃);
- T_0 ——温度设定值,单位为摄氏度(℃);
- T_c ——控温稳定性,单位为摄氏度(℃);
- $T_{\max}$ ——七次测量最大值,单位为摄氏度(℃);
- $T_{\min}$ ——七次测量最小值,单位为摄氏度(℃)。

4.5 检测器

4.5.1 紫外-可见可变波长检测器

4.5.1.1 波长示值误差

4.5.1.1.1 设备及试剂

包括:

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 输液泵一台;
- c) 1 mL 注射器一支;
- d) 两通一个;
- e) 紫外波长标准溶液:特征波长为 235 nm、257 nm、313 nm、350 nm,配制方法参见附录 A;
- f) 紫外波长标准溶液空白液:0.05 mol/L 硫酸溶液,配制方法参见附录 A。

4.5.1.1.2 试验程序

将检测器和色谱数据工作站(或记录仪)连接好,开机预热稳定后,选取合适带宽,用 1 mL 注射器向检测池内注入紫外波长标准溶液空白液(充满检测池),待检测器示数稳定后,在(235±5)nm、(257±5)nm、(313±5)nm、(350±5)nm 的各波长下均将检测器示数回零。之后再用 1 mL 注射器向检测池内注入紫外波长标准溶液(充满检测池)至示数稳定,例如检定 257 nm 时,从 252 nm 开始到 262 nm,每 0.5 min 改变 1 nm,这样将得到一组不同波长处的响应信号值,最高(或最低)值对应的波长与标准溶液特征波长示值之差,即为检测器在该波长处的波长示值误差(如图 3)。按此方法依次检验 235 nm、257 nm、313 nm、350 nm 处的波长示值误差,取其中最大值为检测器波长示值误差。

注 1: 如有波长扫描程序,可直接扫描紫外波长标准溶液光谱图(注意扣空白),谱峰最高或最低时的波长值与标准

溶液特征波长值之差即为波长示值误差。

注 2：如有改变波长自动回零功能，则可采用步进进样方法，用两通将液路连通，以紫外波长标准溶液空白液做流动相，流量为 1.0 mL/min，例如检定 257 nm 时，从 252 nm 开始到 262 nm，每 1 min 改变 1 nm，用注射器注入 20 μ L 紫外波长吸收标准溶液（注意使响应信号在检测器线性范围内），这样将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溶液特征波长之差，即为检测器在该波长处的波长示值误差。

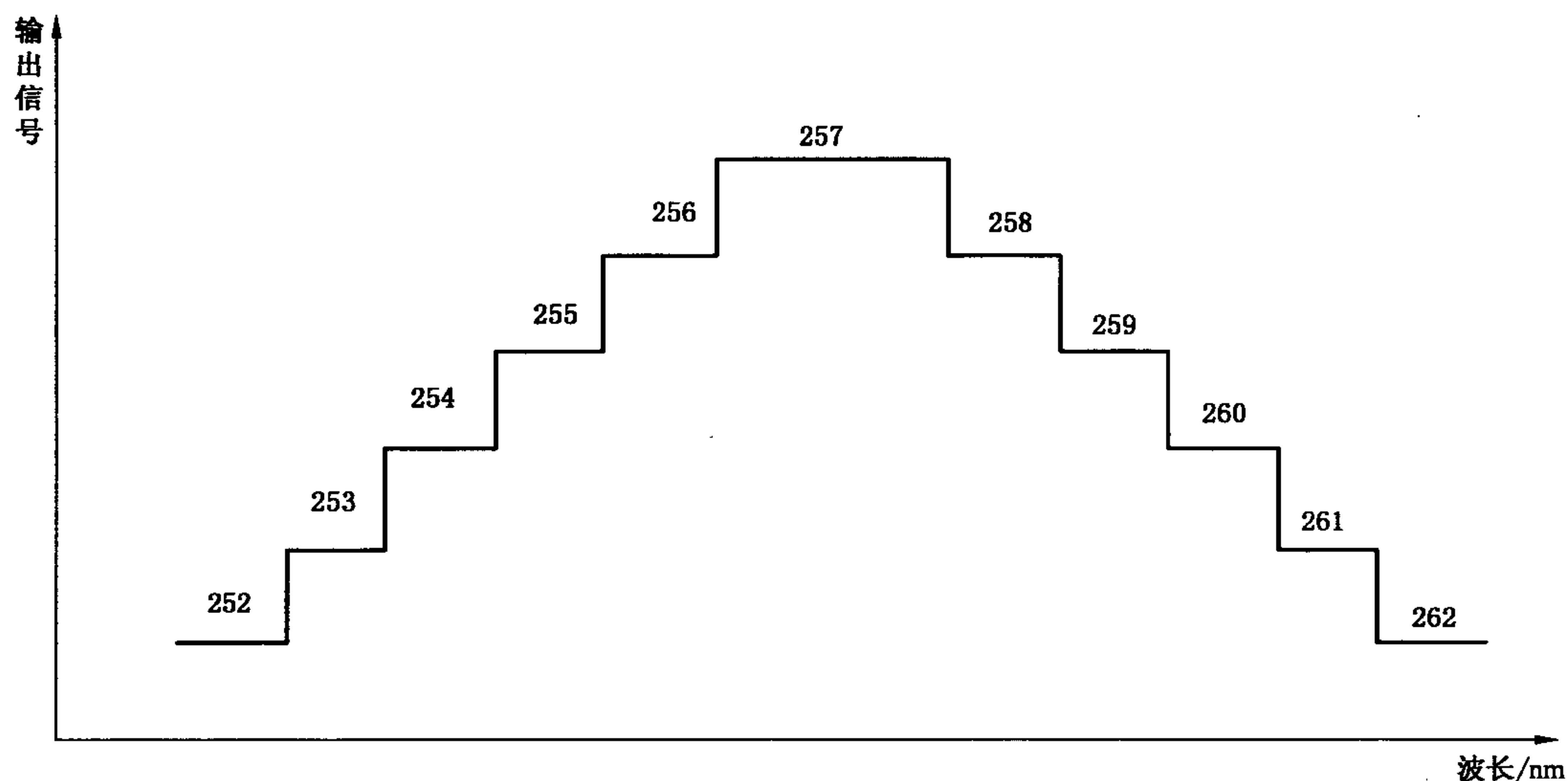


图 3 波长测试示意图

4.5.1.2 波长重复性

4.5.1.2.1 设备及试剂

同 4.5.1.1.1。

4.5.1.2.2 试验程序

选定紫外波长标准溶液某一特征波长为测试波长，按照 4.5.1.1.2 试验程序操作，重复测试三次。选取其中最大值与最小值之差为波长重复性误差。

注：如有波长扫描功能，可直接扫描紫外波长标准溶液光谱图，连续扫描三次，选取对应波长三次中最大值与最小值之差为波长重复性误差。

4.5.1.3 吸光度误差

4.5.1.3.1 设备及试剂

包括：

- 色谱数据工作站（或记录仪）一台；
- 校准用分光光度计一台：波长范围 200 nm~700 nm，波长准确度优于 ± 0.3 nm，吸光度误差不大于 $\pm 0.5\%$ ；
- 溶液：甲溶液：0.05 mol/L 硫酸溶液；乙溶液：浓度为 0.060 0 g/L 的酸性重铬酸钾溶液，配制方法参见附录 A。

4.5.1.3.2 试验程序

在校准用分光光度计上，以甲溶液为空白，从分光光度计显示器或软件内读取乙溶液在 235 nm、257 nm、313 nm、350 nm 处吸光度值，各波长处连续测试三次。

将检测器输出端与色谱数据工作站（或记录仪）连接，以甲溶液为空白，从色谱数据工作站内（或记录仪）读取乙溶液在 235 nm、257 nm、313 nm、350 nm 处吸光度值（检测器如有显示功能，也可从检测器直接读取吸光度值）。连续测试三次，算出平均值并按式（7）计算其与分光光度计上吸光度值的相对误差。取测试波长中吸光度误差最大者作为检测器吸光度误差。

$$\delta_{AU} = \frac{\bar{x} - A_0 \times (l/l_0)}{A_0 \times (l/l_0)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

δ_{AU} ——吸光度误差，%；

$\bar{x}$ ——检测器三次测试吸光度的算术平均值，单位为 AU；

A_0 ——校准用分光光度计三次测试吸光度的算术平均值，单位为 AU；

l ——被测检测器样品池光程长，单位为厘米(cm)；

l_0 ——校准用分光光度计样品池光程长，单位为厘米(cm)。

4.5.1.4 静态基线漂移及静态短期基线噪声

4.5.1.4.1 设备

色谱数据工作站(或记录仪)一台。

4.5.1.4.2 试验程序

检测器波长为 254 nm,检测池为空池(充满空气或氮气),响应时间(T_{90})不大于 1.0 s。开机预热后,记录基线 1 h,取 1 h 内平行包络线的中心线的起点与终点的差值为检测器基线漂移(如图 4 所示)。选取所记录基线中噪声较大的 5 min 作为计算噪声的基线,以 1 min 为界画平行包络线(如图 5 所示),按式(8)计算短期基线噪声。五个平行包络线宽度的平均值,作为检测器短期基线噪声。

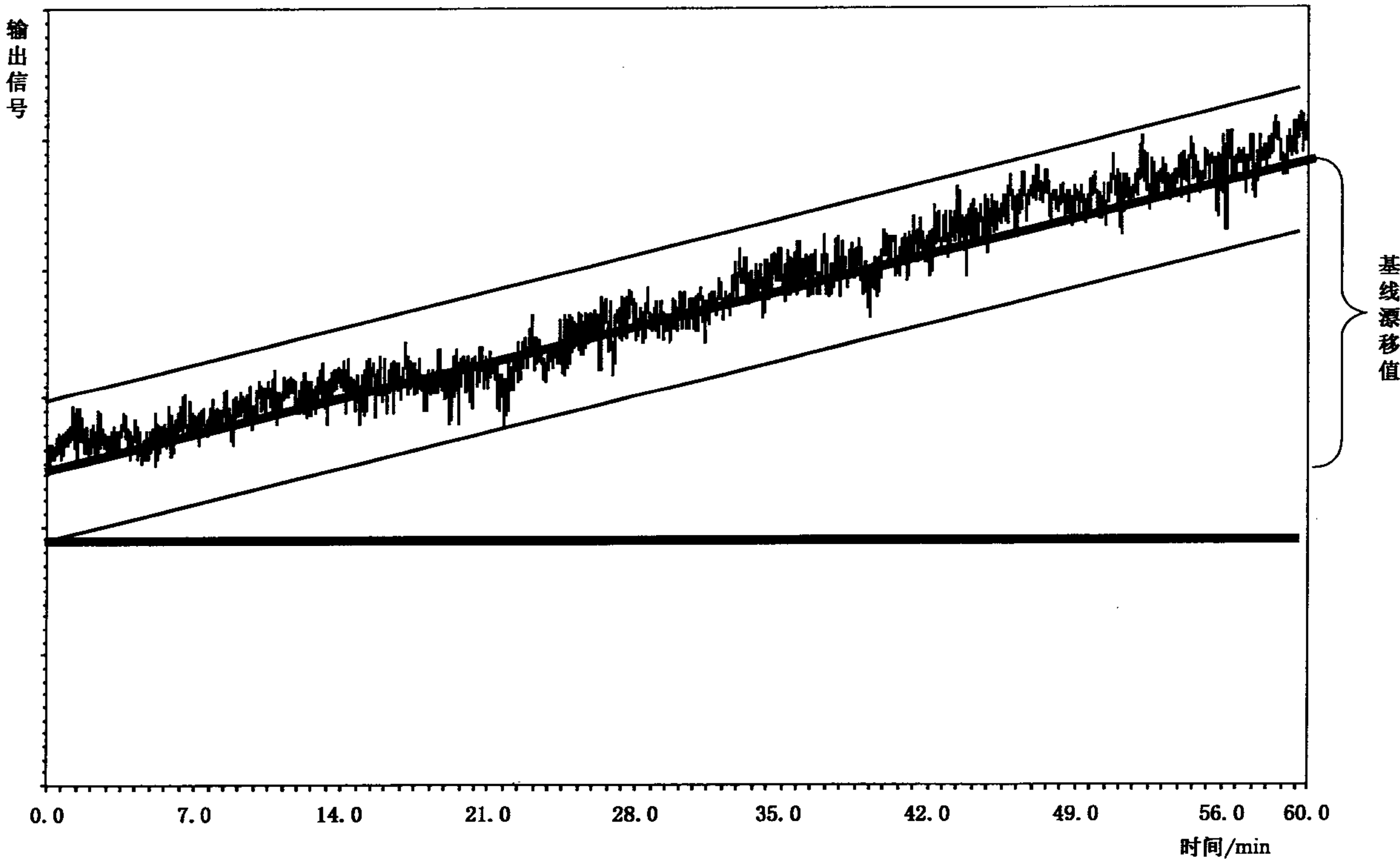


图 4 基线漂移计算示意图

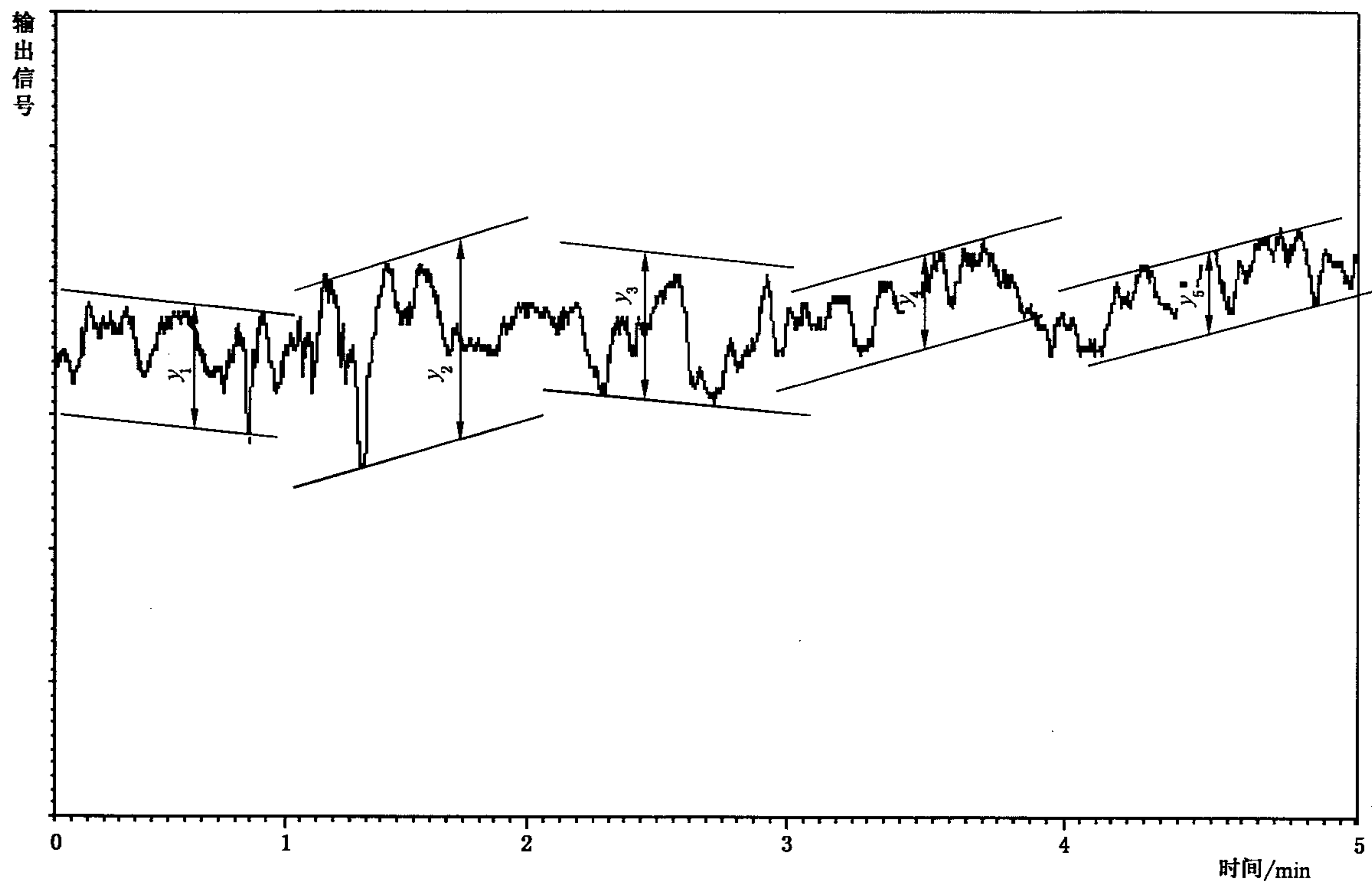


图 5 短期基线噪声计算示意图

$$N_d = \sum_{i=1}^5 y_i / n \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- N_d ——短期基线噪声,单位为 AU;
- y_i ——第 i 个平行包络线基线宽度,单位为 AU;
- n ——平行包络线个数(此处 $n=5$)。

4.5.1.5 动态基线漂移及动态短期基线噪声

4.5.1.5.1 设备及试剂

包括：

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 输液泵一台;
- c) 背压装置一个:设定流量下可提供 8 MPa±2 MPa 背压;
- d) 两通一个;
- e) 流动相:100%甲醇。

4.5.1.5.2 试验程序

将输液泵与检测器及色谱数据工作站(或记录仪)连接,泵出口适当加一背压(8 MPa±2 MPa)并通过两通连接到检测器。以 100%甲醇为流动相,流量设定为 1.0 mL/min。其他同 4.5.1.4.2。

4.5.1.6 最小检测浓度

4.5.1.6.1 设备及试剂

包括：

- a) 输液泵一台;

- b) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- c) 带定量环(10 μ L 或 20 μ L)的进样阀一个;
- d) 合适规格注射器一支;
- e) C_{18} 色谱柱一支:4.6 mm $\times$ 250 mm、5 μ m、理论塔板数不小于 50 000 N/m;
- f) 试样:1.0 $\times$ 10⁻⁷ g/mL 萘/甲醇溶液;
- g) 流动相:100%甲醇。

4.5.1.6.2 试验程序

连接仪器系统(包括泵、检测器、色谱数据工作站(或记录仪)、色谱柱、进样阀等),检测器波长设定为 254 nm,检测器响应时间(T_{90})设定为 1.0 s,泵流量设定为 1.0 mL/min,运行系统,待检测器示值稳定后从进样阀入口注入 1.0 $\times$ 10⁻⁷ g/mL 的萘/甲醇溶液(约为定量环体积的 4~5 倍),采集色谱图,记录色谱图中萘的峰高和短期基线噪声。按式(9)计算最小检测浓度:

$$C_{\min} = 2 \times \frac{H_N}{H \times 20} \times c \times V \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:
 $C_{\min}$ ——最小检测浓度,单位为克每毫升(g/mL);
 H_N ——短期基线噪声,单位为 AU;
 c ——标准溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);
 H ——标准溶液的色谱峰高,单位为 AU;
 V ——进样体积,单位为微升(μ L)。

注:式中的数字“20”为标准的进样体积,单位为微升(μ L)。

4.5.1.7 线性范围

4.5.1.7.1 设备及试剂

- 包括:
- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
 - b) 1 mL 注射器一支;
 - c) 试样:甲溶液:2%异丙醇水溶液,乙溶液:丙酮/2%异丙醇系列水溶液(丙酮浓度依次为0.1%、0.2%、0.3%、……,1%)。

4.5.1.7.2 试验程序

将检测器和色谱数据工作站(或记录仪)连接好,检测器波长设定在 254 nm。开机预热后,用注射器直接向检测池内注入甲溶液,冲洗检测池至示值稳定后将检测器回零。然后向检测池内依次注入乙溶液,充满检测池并使示值稳定,记录各浓度下的响应信号值(如图 6 所示),每个浓度重复测试三次,取算术平均值。以前五个丙酮含量(0.1%~0.5%五个点)和对应响应信号值作标准曲线,在曲线上找出丙酮含量大于 0.5%的各点计算值,与对应含量的响应信号值比较,响应信号值刚好大于计算值 5%时,认为曲线弯曲,此点浓度作为线性上限 C_H ,按照 4.5.1.6 最小检测浓度试验方法测出丙酮 C_L 值,由 C_H/C_L 算出检测器线性范围。

注:丙酮最高浓度应超过线性范围上限,如果丙酮浓度 1%时仍未达到线性拐点,则需加大丙酮浓度后继续进行测试。

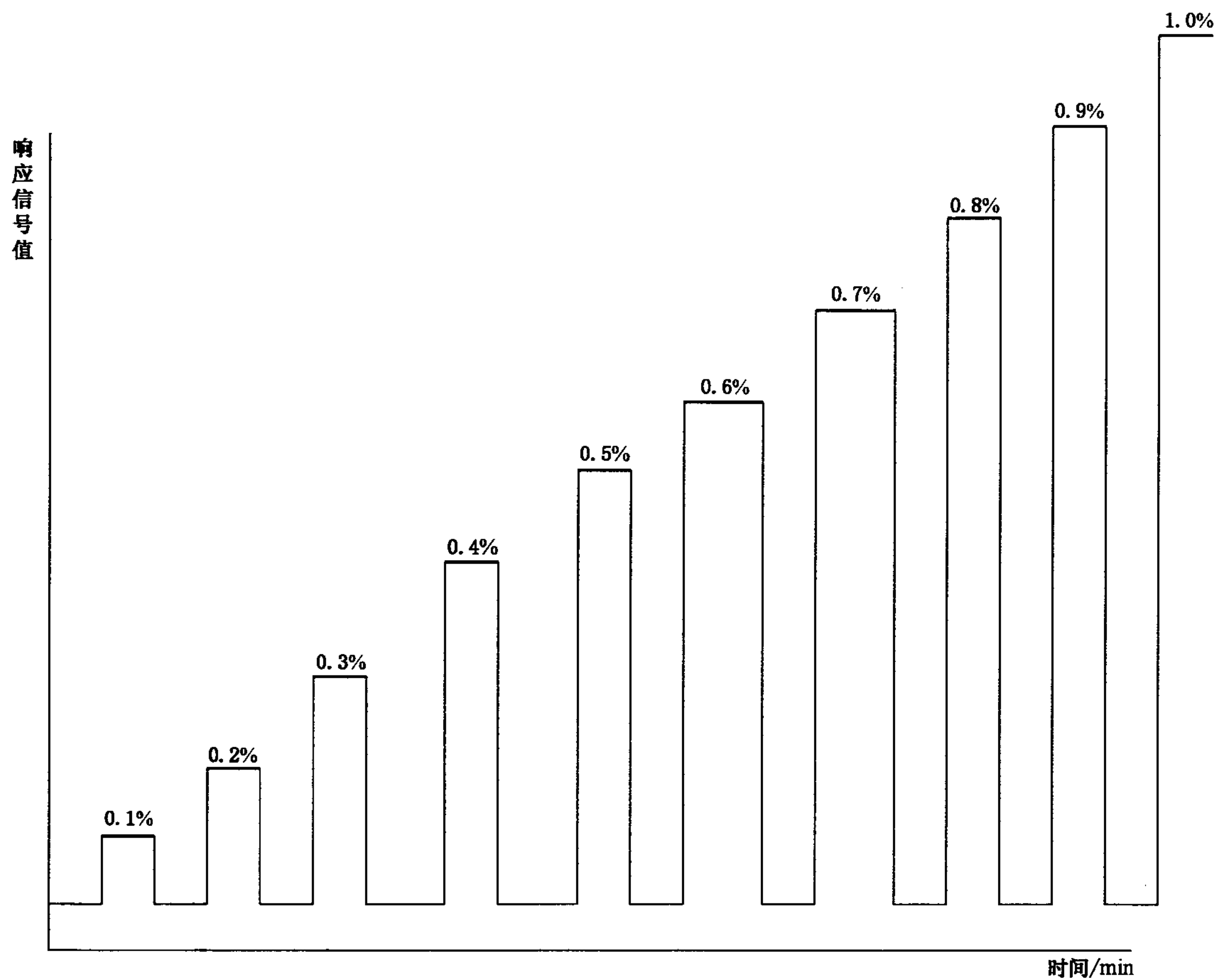


图6 线性范围测试示意图

4.5.2 示差折光检测器

4.5.2.1 基线漂移及短期基线噪声

4.5.2.1.1 设备及试剂

包括：

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台；
- b) 输液泵一台；
- c) 二次蒸馏水。

4.5.2.1.2 试验程序

将输液泵与检测器的“入口”相连，检测器的信号输出端与色谱数据工作站(或记录仪)连接，流动相为二次蒸馏水，泵流量设定 1.0 mL/min，运行系统，记录基线 1 h。采用 4.5.1.4.2 的方法计算基线漂移。

将输液泵停止运行(此时检测池内充满二次蒸馏水)，记录静态基线 5 min，采用 4.5.1.4.2 的方法计算短期基线噪声。

4.5.2.2 最小检测浓度

4.5.2.2.1 设备及试剂

- a) 试样： 1.0×10^{-5} g/mL 丙三醇/水溶液；
- b) 流动相：二次蒸馏水；
- c) 其他：同 4.5.1.6.1。

4.5.2.2.2 试验程序

在 4.5.2.1.2 色谱试验条件下,用注射器从进样阀入口注入 1.0×10^{-5} g/mL 的丙三醇水溶液 20 μ L,采集色谱图,记录色谱图中丙三醇的峰高和短期基线噪声。并按式(9)计算最小检测浓度。

4.5.2.3 线性范围

4.5.2.3.1 设备及试剂

包括:

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 1 mL 注射器一支;
- c) 试样:

甲溶液:二次蒸馏水;

乙溶液:丙三醇/水系列溶液(丙三醇浓度依次为 1.0×10^{-3} g/mL、 2.0×10^{-3} g/mL,……, 10.0×10^{-3} g/mL)。

4.5.2.3.2 试验程序

试验程序同 4.5.1.7.2(除波长设置外)。

4.5.3 荧光检测器

4.5.3.1 波长示值误差及波长重复性

4.5.3.1.1 设备及试剂

包括:

- a) 紫外-可见分光光度计一台:波长准确度优于 ± 0.3 nm;
- b) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- c) 1 mL 注射器一支;
- d) 1.0×10^{-5} g/mL 萘/甲醇溶液。

4.5.3.1.2 试验程序

规定如下:

- a) 固定波长荧光检测器:取出检测器中的滤光片,在紫外-可见分光光度计上测出其最大透射比对应的波长,此波长与滤光片上标记的波长之差,为波长示值误差。
- b) 可调波长荧光检测器:利用萘在 290 nm(激发波长)和 330 nm(发射波长)有最大荧光强度的特性,利用静态法进行。首先将检测器与色谱数据工作站(或记录仪)连接好,用注射器从检测器入口注入 1.0×10^{-5} g/mL 萘/甲醇溶液,冲洗检测池并将其充满。调激发波长为 290 nm,改变发射波长,325 nm~335 nm,每 5 s~10 s 改变 1 nm,色谱数据工作站(或记录仪)将记录到如图 3 所示的图形,曲线最高点对应波长与萘特征波长(330 nm)之差,为发射波长示值误差,重复测量三次,其最大值与最小值之差为波长重复性。然后将发射波长调到测试的曲线最高点对应的波长,改变激发波长(285 nm~295 nm),用与发射波长相同的方法测出激发波长示值误差和波长重复性。

4.5.3.2 基线漂移及短期基线噪声

4.5.3.2.1 设备

包括:

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 输液泵一台;
- c) 背压装置一个:设定流量下可提供 $8 \text{ MPa} \pm 2 \text{ MPa}$ 背压;
- d) 两通一个;
- e) 流动相:85%甲醇/水。

4.5.3.2.2 试验程序

将输液泵与检测器及色谱数据工作站(或记录仪)连接,泵出口适当加一背压(8 MPa±2 MPa)并通过两通连接到检测器。检测器激发波长为 345 nm,发射波长为 455 nm,以 85%甲醇/水为流动相,流量设定为 1.0 mL/min,记录基线 1 h。采用 4.5.1.4.2 的方法计算基线漂移和短期基线噪声。

4.5.3.3 最小检测浓度

4.5.3.3.1 设备及试剂

包括:

- a) 试样: 1.0×10^{-9} g/mL 硫酸奎宁/高氯酸水溶液;
- b) 流动相: 85%甲醇/水溶液;
- c) 其他: 同 4.5.1.6.1。

4.5.3.3.2 试验程序

在 4.5.3.2.2 的色谱条件下,待基线稳定后,从进样阀入口注入 1.0×10^{-9} g/mL 硫酸奎宁/高氯酸水溶液(约为定量环体积的 4~5 倍),采集色谱图,记录色谱图中萘的峰高和短期基线噪声。按式(9)计算最小检测浓度。

4.5.3.4 线性范围

4.5.3.4.1 设备及试剂

包括:

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 输液泵一台;
- c) 1 mL 注射器一支;
- d) 试样: 甲溶液: 0.05 mol/L 硫酸/水溶液; 乙溶液: 硫酸奎宁/硫酸系列水溶液(硫酸奎宁浓度依次为 1.0×10^{-5} g/mL、 2.0×10^{-5} g/mL、……、 1.0×10^{-4} g/mL)。

4.5.3.4.2 试验程序

将检测器和色谱数据工作站(或记录仪)连接好,检测器激发波长为 345 nm,发射波长为 455 nm,其他试验程序同 4.5.1.7.2。

4.6 整机性能

4.6.1 定性、定量测量重复性

4.6.1.1 设备及试剂

包括:

- a) 色谱数据工作站(或记录仪)一台;
- b) 带 20 μ L 定量环的进样阀一个;
- c) 合适规格注射器一支;
- d) C_{18} 色谱柱一支: 4.6 mm×250 mm、5 μ m、理论塔板数不小于 50 000 N/m;
- e) 试样: 1.0×10^{-4} g/mL 萘/甲醇标准溶液; 1.0×10^{-3} g/mL 丙三醇/水溶液; 1.0×10^{-6} g/mL 硫酸奎宁/高氯酸水溶液。
- f) 流动相: 100%甲醇; 二次蒸馏水; 85%甲醇/水溶液。

4.6.1.2 试验程序

将仪器系统(包括泵、检测器、色谱数据工作站(或记录仪)、色谱柱及进样阀等)连接好,按照仪器配置的检测器选择流动相和测试参数。

紫外-可见检测器用 100%甲醇为流动相,流量为 1.0 mL/min,检测波长为 254 nm,基线稳定后注入 1.0×10^{-4} g/mL 萘/甲醇标准溶液 20 μ L,记录保留时间和峰面积(或峰高),连续七次。

示差折光检测器用二次蒸馏水作流动相,泵流量设定为 1.0 mL/min,基线稳定后注入 1.0×10^{-3} g/mL 丙三醇/水溶液 20 μ L,记录保留时间和峰面积(或峰高),连续七次。

荧光检测器用 85% 甲醇/水溶液做流动相, 泵流量设定为 1.0 mL/min, 激发波长和发射波长分别为 345 nm 和 455 nm, 基线稳定后注入 1.0×10^{-6} g/mL 硫酸奎宁/高氯酸水溶液 20 μ L, 记录保留时间和峰面积(或峰高), 连续七次。

将保留时间测试数据代入式(10)计算定性重复性 RSD 值, 将峰面积(或峰高)测试数据代入式(10)计算定量重复性误差 RSD 值。

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n - 1)} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

- 式中:
- X_i ——第 i 次测得的保留时间或峰面积(或峰高);
 - $\bar{X}$ —— n 次测量结果的算术平均值;
 - i ——测量次数序号;
 - n ——测量总次数(此处 $n=7$)。

4.7 安全

4.7.1 绝缘电阻

4.7.1.1 设备

500 V 绝缘电阻表。

4.7.1.2 试验程序

仪器在不工作状态下, 电源开关置于接通位置, 用绝缘电阻表在电源插头的相、中连线和机壳(零线)之间施加 500 V 直流试验电压, 稳定 5 s 后测量绝缘电阻。

4.7.2 绝缘强度

4.7.2.1 设备

耐电压测试仪。耐电压测试仪产生的试验电压为正弦波形, 其失真系数不大于 5%, 频率为 50 Hz $\pm$ 2.5 Hz。

4.7.2.2 试验程序

仪器在不工作状态下, 电源开关置于接通位置, 将耐电压测试仪的击穿电流置于 5 mA 挡, 在电源插头的相、中连线和机壳(零线)之间施加试验电压, 试验电压应在 5 s~10 s 内从 0 逐渐上升到 1 500 V, 保持 1 min, 然后在 5 s~10 s 内平稳下降到零。

4.7.3 泄漏电流

4.7.3.1 设备

泄漏电流测量仪。

4.7.3.2 试验程序

仪器置于绝缘的工作台上, 其电源插头与泄漏电流测量仪输出端相连, 泄漏电流测试仪接入电网并通电, 仪器电源开关置于接通位置, 将电压调至 242 V, 记录电流值; 变换仪器电源极性, 重复测量一次, 记录电流值。取两次中的电流最大值为仪器泄漏电流。

4.8 成套性

目视检查。

4.9 运输、运输贮存

仪器在包装状态下, 按 GB/T 11606—2007 中第 15 章、第 16 章、第 17 章的方法进行。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准的检验分为:

- a) 出厂检验；
- b) 型式检验。

5.2 出厂检验

规定如下：

- a) 每台仪器均应经检验合格，并附有仪器合格证方能出厂；
- b) 出厂检验应按 3.2~3.8 要求进行。

5.3 型式检验

5.3.1 仪器在下列情况之一时，应按 3.2~3.9 要求进行型式检验。

- a) 新仪器或老仪器转厂生产试制定型鉴定；
- b) 仪器正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- c) 仪器正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，一般为 3 年；
- d) 仪器长期停产，恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- f) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.3.2 型式检验的样品应在出厂检验合格的批中随机抽取。

5.3.3 型式检验应按 GB/T 2829—2002 的规定进行，采取一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)，按表 4 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表 4 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽 样 方 案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 (n)	判定数组 (Ac,Re)
1	A	绝缘电阻	3.7	4.7	30	I		(0,1)
2		绝缘强度						
3		泄漏电流						
4	B	输液泵	3.3	4.3	65		3	(1,2)
5		色谱柱恒温箱	3.4	4.4				
6		检测器	3.5	4.5				
7		整机性能	3.6	4.6				
8		运输、运输贮存	3.9	4.9				
9	C	外观	3.2	4.2	100			(2,3)
10		成套性	3.8	4.8				

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

5.3.5 若型式检验合格，经出厂检验合格的批，作为合格品可以出厂或入库。若入库超过 12 个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

6.1.1 仪器标志

每台仪器应在明显的部位固定铭牌，铭牌上应明确标示下列内容：

- a) 制造厂名称；

- b) 仪器型号;
- c) 仪器名称;
- d) 商标;
- e) 制造日期、仪器编号;
- f) 制造计量器具许可证标识和编号。

6.1.2 包装标志

仪器的包装标志规定如下:

- a) 制造厂名称和地址;
- b) 仪器名称;
- c) 商标;
- d) 制造计量器具许可证标识和编号;
- e) 仪器质量,单位 kg;体积:长×宽×高,单位为 mm×mm×mm;
- f) 包装储运图示标志:“易碎物品”、“怕雨”、“向上”等应符合 GB/T 191—2008 的规定;
- g) 发货、收货单位名称和地址。

6.2 包装

6.2.1 仪器包装

仪器包装应符合 GB/T 15464—1995 中的防潮、防震包装规定。

6.2.2 随机文件

仪器的随机文件如下:

- a) 装箱单;
- b) 使用说明书;
- c) 出厂合格证书;
- d) 根据仪器技术条件规定的其他文件。

6.3 运输

仪器在包装完整的条件下,可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业,防止雨淋、翻倒、曝晒及剧烈冲击。

6.4 贮存

仪器在运输包装状态下,应符合 GB/T 12519—1990 中 6.4 贮存环境的规定。

7 质量保证

在用户遵守保管和使用规则的条件下,仪器自发货之日起 12 个月内,因制造质量不良而不能正常工作时,制造厂应无偿为用户修理或更换零部件(不包括易损易耗件的调换)。

附 录 A
(资料性附录)
标准溶液的配制

A. 1 紫外波长测试用标准溶液的配制

A. 1.1 试剂

A. 1.1.1 重铬酸钾(分析纯)。

A. 1.1.2 浓硫酸(分析纯,密度约 1.84 g/cm^3)。

A. 1.1.3 二次蒸馏水。

A. 1.2 设备与材料

A. 1.2.1 分析天平:准确度等级①级,实际标尺分度值不大于 0.1 mg 。

A. 1.2.2 烘箱:温度范围大于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}$,温度波动小于 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A. 1.2.3 干燥器。

A. 1.2.4 经计量检定合格的 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶两个、合适规格取样器一支。

A. 1.3 溶液的制备

A. 1.3.1 空白溶液的配制

波长测试用空白溶液为: 0.05 mol/L 的硫酸溶液。其配制方法为:先向清洗干净的容量瓶内注入适量二次蒸馏水(至容量瓶刻度 $1/2\sim 2/3$ 处),用合适规格的取样器准确量取 2.67 mL 浓硫酸置于容量瓶内,再用二次蒸馏水定容至 $1\ 000\text{ mL}$ 。

A. 1.3.2 紫外波长测试用标准溶液的配制

将重铬酸钾放在 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱内烘 2 h 到恒量。取出后,放在干燥器内冷却半小时。准确称取 $0.060\ 0\text{ g}$ 重铬酸钾,放入容量瓶内,加入 0.05 mol/L 的硫酸溶液定容至 $1\ 000\text{ mL}$,配成浓度为 $0.060\ 0\text{ g/L}$ 的酸性重铬酸钾溶液。

A. 2 吸光度准确性测试用标准溶液的配制

吸光度测试用标准溶液制备同 A. 1。
