

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26792—xxxx

代替GB/T 26792—2011

---

## 高效液相色谱仪

High Performance Liquid Chromatography

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

---

国家市场监督管理总局

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。

本标准代替 GB/T 26792-2011 《高效液相色谱仪》。

本标准与 GB/T 26792-2011 相比，主要技术内容变化如下：

- 将“本标准不适用于专用仪器”改为“本标准不适用于基于高效液相色谱原理的专用仪器”（见第 1 章，2011 年版第 1 章）；
- 按《GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求》修改 3.1 及安全（见 3.1 和 3.7，2011 年版 3.1 和 3.7）；
- 增加“室内应有良好通风”（见 3.1g）；
- 密封性压力下降 5MPa 修改为 3MPa（见 3.3.1，2011 年版 3.3.1）；
- 修改了表 1（见表 1,2011 年版表 1）；
- 增加表 2（见表 2），删除了 3.5.1、3.5.2、3.5.3（2011 年版 3.5.1、3.5.2、3.5.3）；
- 删除了吸光度误差测试项目（2011 年版 3.5.1.3）；
- 增加了二极管阵列检测器指标及测试方法（见表 2 和 4.5.1）；
- 增加了蒸发光散射检测器指标及测试方法（见表 2 和 4.5.4）；
- 修改了色谱柱恒温箱试验程序（见 4.4.1.2，2011 年版 4.4.1.2）；
- 修改了示差折光检测器动态基线噪声和漂移测试（见 4.5.2.1,2011 年版 4.5.2.1）；
- 示差折光率检测器用测试最小检测浓度溶液由原来的丙三醇/水溶液改为胆固醇/甲醇溶液，与 JJG705-2014 保持一致（见 4.5.2.2，2011 年版 4.5.2.2）；
- 荧光光检测器用测试最小检测浓度溶液由硫酸奎宁/高氯酸水溶液改为萘/甲醇溶液，与 JJG705-2014 保持一致（见 4.5.3.3，2011 年版 4.5.3.3）。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会归口（SAC/TC124）。

本标准主要起草单位：××××、××××、××××。

本标准主要起草人：××××、××××。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 26792-2011。

# 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。  
本标准适用于高效液相色谱仪（以下简称仪器）。  
本标准不适用基于高效液相色谱原理的专用仪器。

## 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 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 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 12519-2010 分析仪器通用技术条件

GB/T 13384-2010 机电产品包装通用技术条件

GB/T 30433 液相色谱仪测试用标准色谱柱

GB/T 34065-2017 分析仪器的安全要求

## 3 要求

### 3.1 正常工作条件

仪器在下列条件下应能正常工作：

- a) 环境温度：15℃～35℃；
- b) 相对湿度：25%～75%；
- c) 大气压力：75 kPa～106 kPa；
- d) 供电电源：电压 220V±22 V，频率 50 Hz±0.5 Hz；
- e) 接地良好（接地电阻≤4 Ω）；
- f) 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；
- g) 室内应有良好通风。

### 3.2 外观

3.2.1 仪器外表应平整光滑、字迹清晰，表面涂覆色泽均匀、不应有明显划痕、露底、裂纹、起泡、毛刺等现象。

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3 MPa。

#### 3.3.2 流量输出误差及稳定性

流量输出误差及稳定性见表1：

表1 流量输出误差及稳定性

流量设定值 F mL/min	流量输出误差 %	流量稳定性 %
0.5	±2	≤1.5
1.0、2.0	±1	≤1.0
5.0、10.0	±3	≤1.5

### 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

检测器主要技术指标见表2。

表2 检测器主要技术指标

名称	技术指标				
	紫外-可见可变波长 检测器	二极管阵列 检测器	示差折光 检测器	荧光 检测器	蒸发光散射 检测器
波长示值误差	±2 nm	±2 nm	/	±5 nm	/
波长重复性	≤1 nm	≤1 nm	/	2 nm	/
静态短期基线噪声	≤3×10 <sup>-5</sup> AU	≤5×10 <sup>-5</sup> AU	/	/	/
静态基线漂移	≤5×10 <sup>-4</sup> AU/h	≤1×10 <sup>-3</sup> AU/h	/	/	/
动态短期基线噪声	≤5×10 <sup>-5</sup> AU	≤5×10 <sup>-5</sup> AU	≤5×10 <sup>-9</sup> RIU	5×10 <sup>-4</sup> FU	≤1 mV
动态基线漂移	≤1×10 <sup>-3</sup> AU/h	≤1×10 <sup>-3</sup> AU/h	≤5×10 <sup>-7</sup> RIU/h	5×10 <sup>-3</sup> FU/h	≤5 mV/h
最小检测浓度	≤2×10 <sup>-8</sup> g/mL	≤4×10 <sup>-8</sup> g/mL	≤5×10 <sup>-6</sup> g/mL	≤1×10 <sup>-9</sup> g/mL	≤5×10 <sup>-6</sup> g/mL
线性范围	≥10 <sup>4</sup>	≥10 <sup>4</sup>	≥10 <sup>4</sup>	≥10 <sup>4</sup>	/

### 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%（蒸发光检测器应不大于4.0%）。

### 3.7 安全

#### 3.7.1 接触电流

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

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

#### 3.7.2 保护接地

在正常工作条件下，电源输入插座中的保护接地点（电源接地端子）与保护接地的所有易触及金属部件之间的阻抗不得超过0.1Ω。

#### 3.7.3 介电强度

由交流电网供电的仪器，电源输入端与可触及导电零部件之间施加电压1500 V交流有效值，历时1 min，不应出现击穿或重复飞弧现象。

### 3.8 仪器成套性

按具体仪器标准规定。

### 3.9 运输及运输贮存

仪器在运输包装状态下，按GB/T11606-2007表1中运输、运输贮存的要求进行试验，包括高温贮存、低温贮存、跌落试验，其中高温55℃；低温-40℃（-20℃）；自由跌落高度250mm。

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3.2~3.7的要求。

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（当其贮存、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1.5h；
- e) 标准溶液与试剂：试验用标准溶液均应使用国家有证标准物质进行逐级稀释。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；
- b) 精密压力表一块：优于0.4级；
- c) 秒表一块：分度值不大于0.1s；
- 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0.1mL/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10min后，记录压力表示值。

按公式（1）计算压力下降值：

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

式中：

$\Delta p$  —— 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10min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  $\text{CIP}$  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

表3 泵流量测试点及收集时间

流量设定值 F mL/min	收集流动相时间 min
0.5	10
1.0、2.0	5
5.0、10.0	5

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 3 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 3 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。分别按公式 (2)、公式 (3) 计算流量输出误差及稳定性。

$$S_s = \frac{\bar{F}_m - F_s}{F_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$S_R = \frac{F_{\max} - F_{\min}}{\bar{F}_m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$S_s$  ——流量输出误差 %;

$S_R$  ——流量稳定性 %;

$\bar{F}_m$  —— $F_m = (W_2 - W_1) / (\rho t)$ , 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);

$\rho$  ——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);

$\bar{F}_m$  ——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流量范围而定，流量测量顺序可以任意选择。

#### 4.3.3 梯度误差

##### 4.3.3.1 设备及试剂

包括：

- a) 紫外可见检测器一台；
- b) 色谱数据工作站一台；
- 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：体积分数为 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。色谱数据工作站与检测器信号输出端连接，按表 4 设置梯度参数，梯度设置示意图见图 1。输液泵设定合适流量，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，用公式 (4) 计算各种溶液配比时的梯度误差，重复两次，取其中绝对值大者为输液泵梯度误差，梯度误差计算示意图见图 2。

表4 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

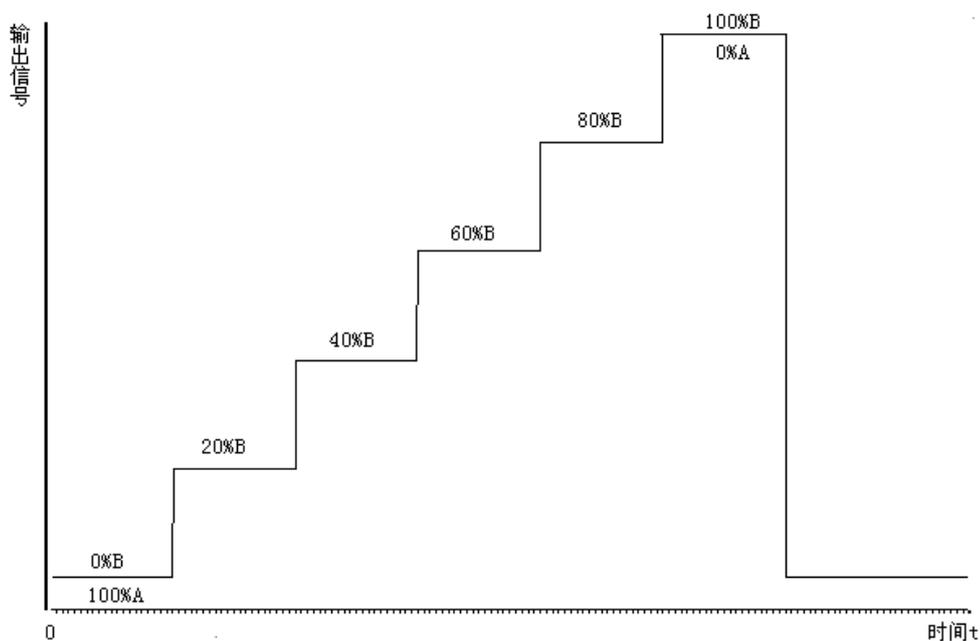


图1 梯度设置示意图

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

式中：

$T_{ci}$  ——第 i 段梯度误差%， i=1, 2, 3, 4；

$L_{ii}$  ——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。

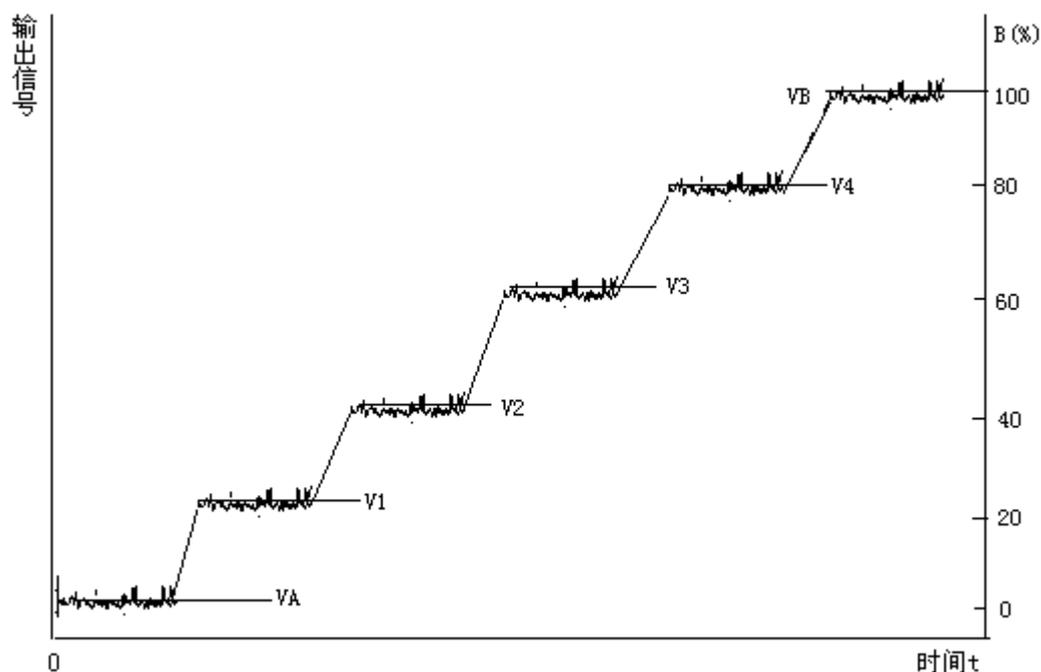


图2 梯度误差计算示意图

#### 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 35℃ 和 45℃ 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 10min 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，选取测试结果中绝对值大者，作为本台色谱柱恒温箱的温度设定值误差。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误差，选取测试结果中大者，作为本台色谱柱恒温箱的控温稳定性误差。

###### 4.4.1.3 温度设定值误差及控温稳定性的计算

温度设定值误差按公式(5)计算；控温稳定性按公式(6)计算：

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

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

式中：

$\Delta T_s$ —温度设定值误差，单位为摄氏度（℃）；

$\bar{T}$ —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和二极管阵列检测器

#### 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，运行波长扫描程序（扣空白）。之后 1 mL 注射器向检测池内注入紫外波长标准溶液，待检测器示数稳定后，运行波长扫描程序，读取谱峰最高或最低时的波长值，计算与特征波长之差即为该波长下波长示值误差。取其中绝对值最大者为本台检测器波长示值误差。波长扫描示意图见图 3。

注 1：如无波长扫描程序，将波长设定在  $(235 \pm 5)$  nm，从 230 nm 开始，每个波长下用 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，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，记录检测器响应值。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。按此方法依次检验  $(257 \pm 5)$  nm、 $(313 \pm 5)$  nm、 $(350 \pm 5)$  nm 处的波长示值误差。重复测试三次，取绝对值最大者作为检测器波长示值误差。

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 235 nm 时，从 230 nm 开始到 240 nm，每 1 min 改变 1 nm，用注射器注入 20  $\mu$ 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。

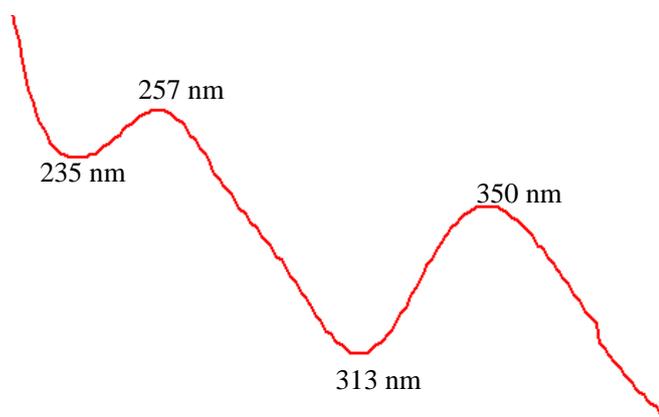


图3 波长扫描示意图

##### 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

在4.5.1.1.2重复测试三次结果中，选取其中最大值与最小值之差为波长重复性。

#### 4.5.1.3 静态基线漂移及静态短期基线噪声

##### 4.5.1.3.1 设备

色谱数据工作站一台。

##### 4.5.1.3.2 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（ $T_{90}$ ）设定为1.0s。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），按公式（7）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。

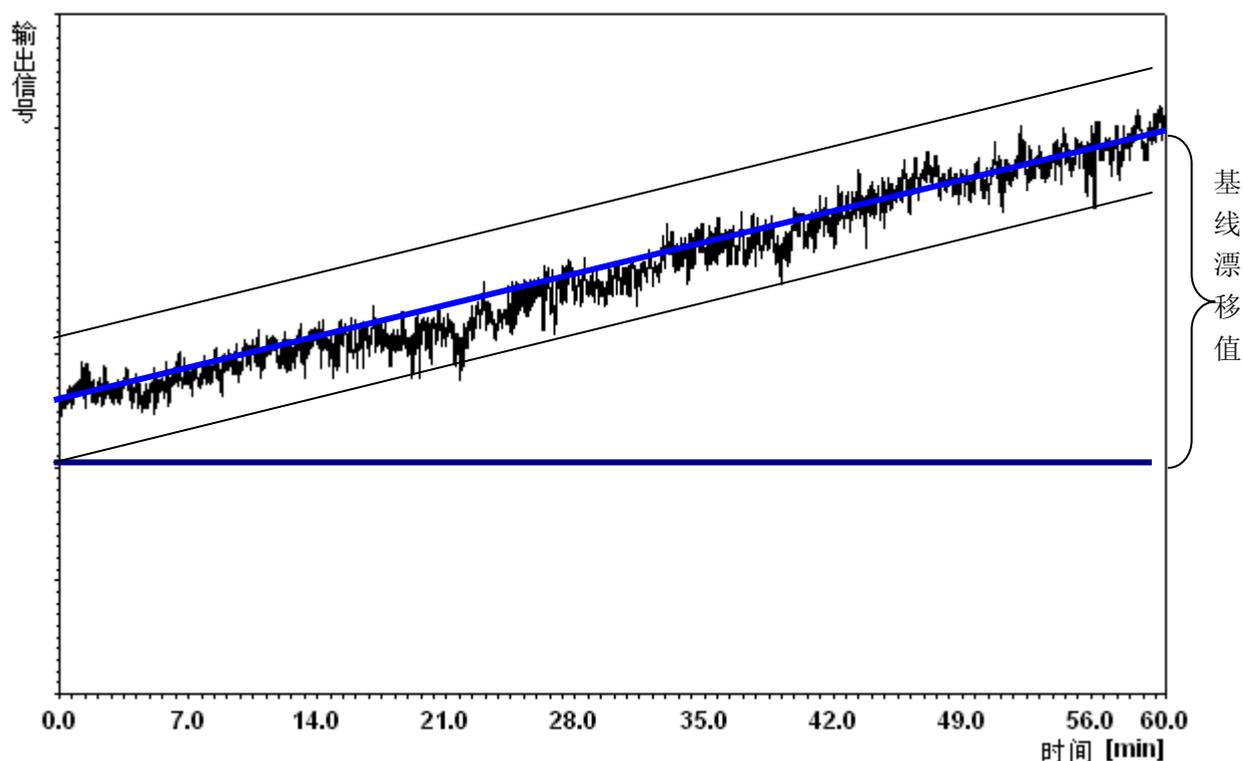


图4 基线漂移计算示意图

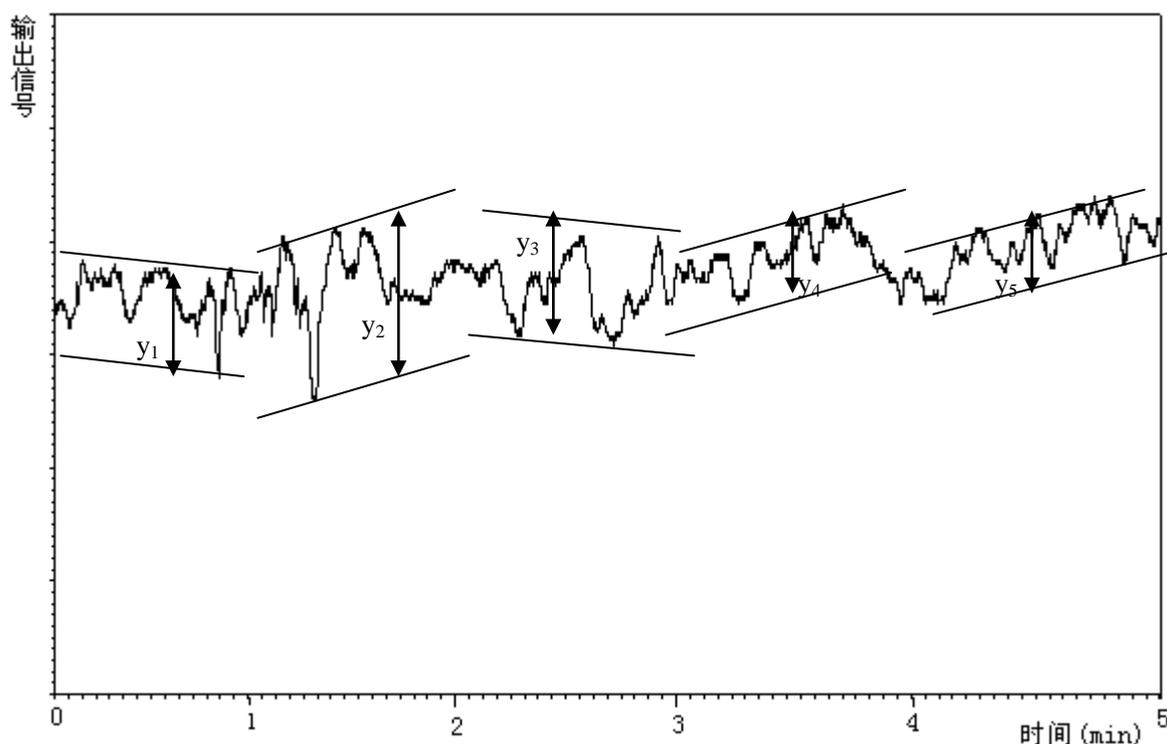


图5 短期基线噪声计算示意图

$$N_d = \sum_{i=1}^5 y_i / n \quad \dots\dots\dots (7)$$

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  $n=5$ )。

注: 式 (7) 计算基线噪声检测池光程长为 10 mm。如检测池光程长非 10mm, 应折算为 10mm 光程长噪声。

#### 4.5.1.4 动态基线漂移及动态短期基线噪声

##### 4.5.1.4.1 设备及试剂

包括:

- a) 色谱数据工作站一台;
- 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: 纯甲醇。

##### 4.5.1.4.2 试验程序

将输液泵与检测器及色谱数据工作站连接, 输液泵出口适当加一背压 (8 MPa±2 MPa) 并通过两通连接到检测器。以纯甲醇为流动相, 流量设定为 1.0 mL/min。其他同 4.5.1.3.2。

##### 4.5.1.5 最小检测浓度

##### 4.5.1.5.1 设备及试剂

包括:

- a) 输液泵一台；
- b) 色谱数据工作站一台；
- c) 带定量环（10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ ）的进样阀一个；
- d) 合适规格注射器一支；
- e) 符合 GB/T 30433 的 C18 色谱柱一支：理论塔板数不小于 50000 N/m；
- f) 试样： $1.0 \times 10^{-7} \text{ g/mL}$  萘/甲醇标准溶液；
- g) 流动相：纯甲醇。

#### 4.5.1.5.2 试验程序

连接仪器系统（包括输液泵、检测器、色谱数据工作站、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  $1.0 \times 10^{-7} \text{ g/mL}$  的萘/甲醇标准溶液（约为定量环体积的 4 倍~5 倍），采集色谱图，记录色谱图中萘的峰高和短期基线噪声。按公式（8）计算最小检测浓度：

$$C_{\min} = 2 \times \frac{H_N}{H \times 20} \times c \times V \quad \dots\dots\dots (8)$$

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（ $\mu\text{L}$ ）；

20 ——进样体积的换算值，单位为微升（ $\mu\text{L}$ ）。

#### 4.5.1.6 线性范围

##### 4.5.1.6.1 设备及试剂

包括：

- a) 色谱数据工作站一台；
- b) 1mL 注射器一支；
- c) 试样：

甲溶液：体积分数 2% 异丙醇水溶液；

乙溶液：体积分数丙酮/2% 异丙醇系列水溶液（丙酮浓度依次为 0.1%、0.2%、0.3%……，1%）。

##### 4.5.1.6.2 试验程序

将检测器和色谱数据工作站连接好，检测器波长设定在 254nm。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，响应信号值偏离计算值 5% 时，认为曲线弯曲，此点浓度作为线性上限  $C_H$ ，按照 4.5.1.5 最小检测浓度试验方法，用两通代替色谱柱，以 2% 异丙醇水溶液为流动相，测出丙酮溶液  $C_L$  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。

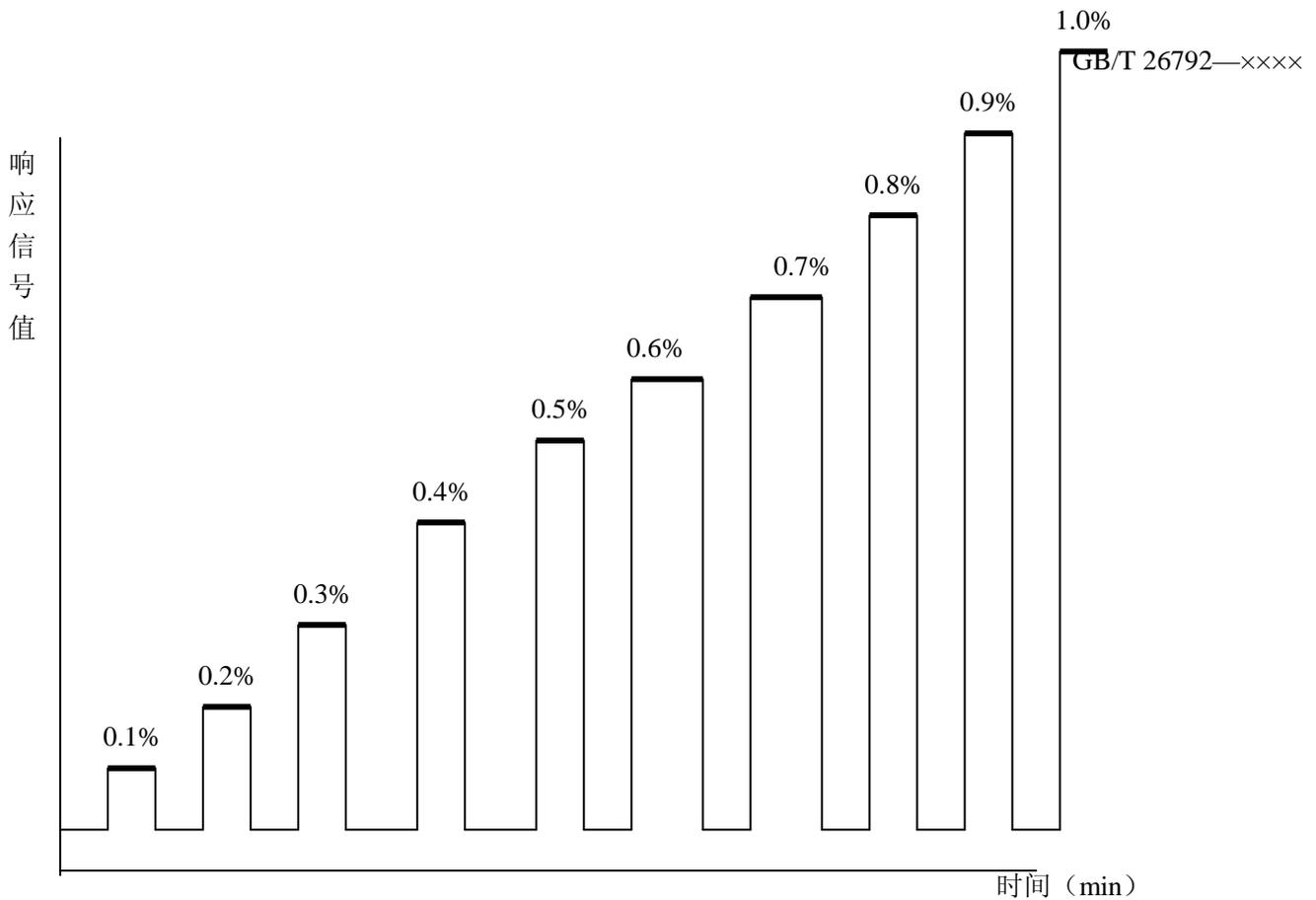


图6 线性范围测试示意图

#### 4.5.2 示差折光检测器

##### 4.5.2.1 动态基线漂移及动态短期基线噪声

###### 4.5.2.1.1 设备及试剂

包括:

- 色谱数据工作站一台;
- 输液泵一台;
- 符合 GB/T 30433-2013 的 C18 色谱柱一支: 理论塔板数不小于 50000 N/m;
- 纯甲醇。

###### 4.5.2.1.2 试验程序

将输液泵、色谱柱、检测器依次连接, 检测器的信号输出端与色谱数据工作站连接, 流动相为纯甲醇, 输液泵流量设定 1.0 mL/min, 运行系统, 记录基线 1 h。采用 4.5.1.3.2 的方法计算动态基线漂移。

选取基线 5min, 采用 4.5.1.3.2 的方法计算动态短期基线噪声。

#### 4.5.2.2 最小检测浓度

##### 4.5.2.2.1 设备及试剂

包括:

- 试样: 5.0  $\mu\text{g/mL}$  胆固醇/甲醇标准溶液;
- 流动相: 纯甲醇;
- 符合 GB/T 30433-2013 的 C18 色谱柱一支: 理论塔板数不小于 50000 N/m;
- 其他: 同 4.5.2.1.1。

##### 4.5.2.2.2 试验程序

在 4.5.2.1.2 色谱试验条件下, 流动相为纯甲醇, 基线运行平稳后, 用注射器从进样阀入口注入 5.0  $\mu\text{g/mL}$  胆固醇/甲醇标准溶液 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ , 采集色谱图, 记录色谱图中胆固醇的峰高和短期基线噪声。按公式 (8) 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) 色谱数据工作站一台；
- b) 1mL 注射器一支；
- c) 试样：

甲溶液：纯甲醇；

乙溶液：胆固醇/甲醇溶液（胆固醇浓度依次为  $1.0 \times 10^{-4}$  g/mL、 $2.0 \times 10^{-4}$  g/mL，……， $10.0 \times 10^{-4}$  g/mL）。

#### 4.5.2.3.2 试验程序

试验程序同 4.5.1.6.2（无波长设置）。

### 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：波长示值误差优于  $\pm 0.3$  nm；
- b) 色谱数据工作站一台；
- c) 1mL 注射器一支；
- d)  $1.0 \times 10^{-5}$  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连接好，用注射器从检测器入口注入  $1.0 \times 10^{-5}$  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，从 325 nm 到 335 nm，每（5~10）s 改变 1 nm，色谱数据工作站记录谱图，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（从 285 nm 到 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。

注：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。

#### 4.5.3.2 动态基线漂移及动态短期基线噪声

##### 4.5.3.2.1 设备及试剂

包括：

- a) 色谱数据工作站一台；
- 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：纯甲醇，色谱级。

##### 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连接，输液泵出口加一背压（ $8 \text{ MPa} \pm 2 \text{ MPa}$ ）并通过两通连接到检测器。检测器激发波长为 290 nm，发射波长为 330 nm，以纯甲醇为流动相，流量设定为 1.0 mL/min，记录基线 1 h。采用 4.5.1.3.2 的方法计算动态基线漂移和动态短期基线噪声。

### 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： $1.0 \times 10^{-7}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液；
- b) 其他：同 4.5.3.2.1。

#### 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  $1.0 \times 10^{-7}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液 10  $\mu$ L 或 20  $\mu$ L，采集色谱图，记录色谱图中萘的峰高和短期基线噪声。按公式（8）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) 色谱数据工作站一台；
- b) 输液泵一台；
- c) 1 mL 注射器一支；
- d) 试样：甲溶液：纯甲醇；乙溶液：萘/甲醇系列溶液（萘浓度依次为  $1.0 \times 10^{-5}$  g/mL、 $2.0 \times 10^{-5}$  g/mL，……， $1.0 \times 10^{-4}$  g/mL）。

#### 4.5.3.4.2 试验程序

将检测器和色谱数据工作站连接好，检测器激发波长为 290 nm，发射波长为 330 nm，其他试验程序同 4.5.1.6.2。

### 4.5.4 蒸发光散射检测器

#### 4.5.4.1 动态基线漂移和动态基线噪声

##### 4.5.4.1.1 设备及试剂

包括：

- a) 色谱数据工作站一台；
- 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：纯甲醇，色谱级。

##### 4.5.4.1.2 试验程序

将仪器各部分连接好，以纯甲醇为流动相，流量为 1.0 mL/min，漂移管适当温度，选取适当的雾化气体流速或气体压力，灵敏度选择在适当挡位，接通电源，待仪器稳定后记录基线 1 h，采用 4.5.1.3.2 的方法计算动态基线漂移和动态短期基线噪声。

### 4.5.4.2 最小检测浓度

#### 4.5.4.2.1 设备及试剂

包括：

- a) 试样： $5.0 \times 10^{-6}$  g/mL 胆固醇/甲醇标准溶液；
- b) 符合 GB/T 30433 的 C18 色谱柱一支：理论塔板数不小于 50000 N/m；
- c) 其他：同 4.5.4.1.1；

#### 4.5.4.2.2 试验程序

在 4.5.4.1.2 的色谱条件下，待基线稳定后由进样系统注入  $5.0 \times 10^{-6}$  g/mL 胆固醇/甲醇标准溶液，记录色谱图，按公式（8）计算最小检测浓度。

### 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) 色谱数据工作站一台;
- b) 带 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$  定量环的进样阀一个;
- c) 合适规格注射器一支;
- d) 符合 GB/T 30433 的 C18 色谱柱一支: 理论塔板数不小于 50000 N/m;
- e) 试样:  $1.0 \times 10^{-4}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液;  $1.0 \times 10^{-5}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液;  $2.0 \times 10^{-4}$  g/mL 胆固醇/甲醇标准溶液;
- f) 流动相: 纯甲醇。

#### 4.6.1.2 试验程序

将仪器系统(包括输液泵、检测器、色谱数据工作站、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。以纯甲醇为流动相,泵流量为 1.0 mL/min。

紫外-可见检测器及二极管阵列检测器,检测波长为 254 nm,基线稳定后注入  $1.0 \times 10^{-4}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ ,记录保留时间和峰面积连续七次。

示差折光检测器,基线稳定后注入  $2.0 \times 10^{-4}$  g/mL 胆固醇/甲醇标准溶液 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ ,记录保留时间和峰面积,连续七次。

荧光检测器,激发波长和发射波长分别为 290 nm 和 330 nm,基线稳定后注入  $1.0 \times 10^{-5}$  g/mL 萘/甲醇标准溶液 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ ,记录保留时间和峰面积,连续七次。

蒸发光散射检测器:基线稳定后注入  $2.0 \times 10^{-4}$  g/mL 胆固醇/甲醇溶液 10  $\mu\text{L}$  或 20  $\mu\text{L}$ ,记录保留时间和峰面积,连续七次。

将保留时间测试数据代入公式(9)计算定性重复性 *RSD* 值,将峰面积测试数据代入公式(9)计算定量重复性 *RSD* 值。

$$RSD = \frac{1}{\bar{X}} \sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$X_i$ ——第 *i* 次测得的保留时间或峰面积;

$\bar{X}$ ——*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 (*n*=7)。

## 4.7 安全

### 4.7.1 接触电流

接触电流按 GB/T 34065-2017 的 6.2 有关规定进行试验。

试验豁免条件:在正常工作条件下,当可触及零部件与参考地之间,或在同一台上在 1.8 m (沿表面或通过空气)的距离内的任意两个可触及零部件之间的电压值不超过 33 V (交流有效值)或直流 70V,可以不进行该项试验。

### 4.7.2 保护接地

保护接地按 GB/T 34065-2017 的 6.4 有关规定进行试验。

### 4.7.3 介电强度

介电强度按 GB/T 34065-2017 的 6.3 有关规定进行试验。

## 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，运输、运输贮存试验按GB/T 11606-2007中第8章、第15章、第16章、第17章和第18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 3.2~3.7 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，数量不少于 3 台。

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 5 规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表5 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	接触电流	3.7	4.7	30	I	3	(0, 1)
2		保护接地						
3		介电强度						
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		3	(2, 3)
10		仪器成套性	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) 仪器输入电压、频率、功率；
- e) 商标；
- f) 制造日期、仪器编号；
- g) 其他国家法律法规规定的标识。

#### 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) 仪器质量，单位 kg；外形尺寸：长×宽×高，单位为 mm×mm×mm；
- e) 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；
- f) 发货、收货单位名称和地址。
- g) 其他国家法律法规规定的标识。

### 6.2 包装

#### 6.2.1 仪器包装

仪器包装应符合 GB/T 13384-2010 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 12519-2010 中 6.4 贮存环境的规定。

## 附 录 A

(资料性附录)

## 紫外波长测试用标准溶液的配制

## A.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 $1.84\text{ g/cm}^3$ )。

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:准确度等级为:①级,实际标尺分度值不大于 $0.1\text{ mg}$ 。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 $1000\text{ mL}$ 容量瓶两个、合适规格取样器一支。

## A.1.3 溶液的配制

## A.1.3.1 空白溶液的配制

波长测试用空白溶液为: $0.05\text{ mol/L}$ 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 $2.67\text{ mL}$ 浓硫酸置于容量瓶内,再用二次蒸馏水定容至 $1000\text{ mL}$ 。

## A.1.3.2 紫外波长测试用标准溶液的配制

将分析纯重铬酸钾放在 $110\text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱内烘 $2\text{ h}$ 到恒量。取出后,放在干燥器内冷却半小时。准确称取 $0.0601\text{ g}$ 重铬酸钾,放入容量瓶内,加入 $0.05\text{ mol/L}$ 的硫酸溶液定容至 $1000\text{ mL}$ ,配成浓度为 $0.0601\text{ g/L}$ 的酸性重铬酸钾溶液。

---