

# JB

## 中华人民共和国机械行业标准

JB / T 6857 - 93

---

### 液相色谱仪试验方法

1993 - 07 - 09 发布

1994 - 01 - 01 实施

---

中华人民共和国机械工业部 发布

# COPYRIGHT

## 液相色谱仪试验方法

### 1 主题内容和适用范围

标准规定了液相色谱仪的试验方法。

本标准适用于液相色谱仪(以下简称仪器)。不适用于专用液相色谱仪。

### 2 引用标准

GB 4793 电子测量仪器 安全要求

GB 6587.7 电子测量仪器 基本安全试验

ZB Y002 仪器仪表运输、运输贮存基本环境条件及试验方法

ZB N52001 液相色谱固定波长(254nm)紫外吸收检测器试验方法

### 3 术语

下列术语仅适用于本标准。

仪器的启动时间:系指在正常试验条件下,当仪器达到稳定性、灵敏度或敏感度要求后,关机停 8h 以上,再次启动仪器,在试验条件下,重新达到稳定性、灵敏度或敏感度要求时所需要的时间。

### 4 环境要求

仪器应在以下所规定的正常条件下试验:

- 环境温度:10~35℃;
- 相对湿度:不大于 80%;
- 供电电源:电压  $220 \pm 22V$ , 频率  $50 \pm 0.5Hz$ ;
- 室内应避免易燃、易爆和强腐蚀性气体及强烈的机械振动、电磁干扰和空气对流等;
- 接地电阻小于  $1\Omega$ 。

### 5 试验顺序

本标准的条款顺序,不作为试验时规定顺序,试验时可根据具体情况灵活安排,但应以后一试验不受前一试验的影响为原则。

### 6 输液系统和色谱柱

6.1 以下所用试剂规格均为分析纯级。所用流动相均应脱气处理。

#### 6.2 液路密封性

连接输液系统、进样装置及色谱柱,由输液系统输送甲醇—水溶液经色谱柱至废液瓶,调节流量,使压力达到或接近上限值,压力显示稳定后保持 15min,用滤纸检查各接头处,应无湿润现象。

#### 6.3 流量稳定性

##### 6.3.1 试验设备

分度为 0.01ml、0.02ml 的吸量管各一支;

分度为 1% 的秒表一只。

6.3.2 试验条件

流量:0.2, 0.5, 1.2ml / min;  
 流动相:二次蒸馏水;  
 色谱柱:反相柱[C18, 5(10) $\mu$ ]  
 温度:室温 $\pm$ 2 $^{\circ}$ C。

6.3.3 试验步骤

柱出口接吸量管,启动输液泵,用秒表计时,分别记录流动相通过各设定流量值相对应的容积所经历的时间。每种流量重复 11 次,各流量一次测量的体积见下表:

设定流量 ml / min	0.2	0.5	1	2
体积 ml	1	1	1	2

6.3.4 计算

流量稳定性用变异系数表示按(1)式计算:

$$Cv = \frac{n}{\sum_{i=1}^n X_i} \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (\Delta X_i)^2} \times 100\% \dots\dots(1)$$

式中:  $Cv$ ——变异系数;

$\Delta X_i$ ——每次测量的  $X_i$  值与  $n$  次测量的算术平均值的偏差;

$X_i$ ——第  $i$  次测量的值;

$i$ ——测量次数序号;

$n$ ——测量总次数。

6.4 梯度准确度

6.4.1 溶液

甲溶液:2%异丙醇的二次蒸馏水溶液;

乙溶液:0.1%丙酮的甲溶液。

6.4.2 试验条件

紫外吸收检测器波长:254nm;

流量:4~6ml / min;

梯度范围:0~100%乙溶液,变化范围不小于 25%;

记录仪纸速:4~5mm / min。

6.4.3 试验步骤

在输液系统和检测器样品池进口之间连接一根不锈钢管(内径 0.4~0.6mm,长 200~300mm),通过主机设置溶液梯度程序,使乙溶液的比例在规定的范围内以每分钟百分之一的速率均匀增加,在记录仪上得到梯度曲线如图 1(该曲线应超过记录纸幅面的 50%)。

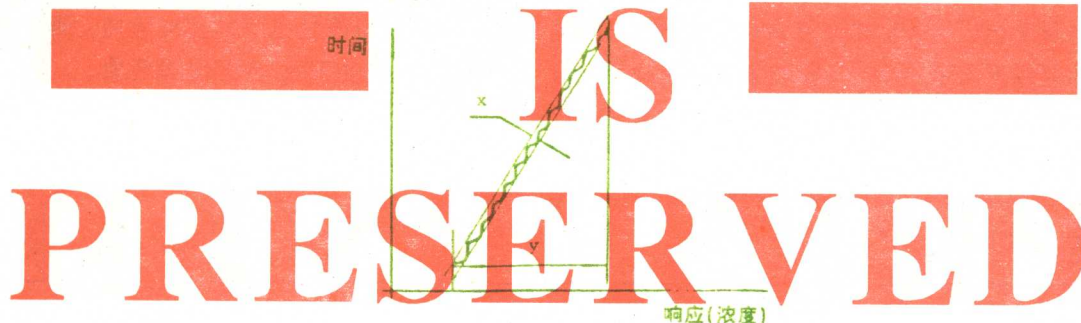


图 1 梯度曲线