

前 言

GB/T 19267《刑事技术微量物证的理化检验》分为 12 个部分：

- 第 1 部分：红外吸收光谱法；
- 第 2 部分：紫外-可见吸收光谱法；
- 第 3 部分：分子荧光光谱法；
- 第 4 部分：原子发射光谱法；
- 第 5 部分：原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：扫描电子显微镜法；
- 第 7 部分：气相色谱-质谱法；
- 第 8 部分：显微分光光度法；
- 第 9 部分：薄层色谱法；
- 第 10 部分：气相色谱法；
- 第 11 部分：高效液相色谱法；
- 第 12 部分：热分析法。

本部分为 GB/T 19267 第 11 部分。

本部分由全国刑事技术标准化技术委员会(CSBTS/TC179)提出并归口。

本部分的起草单位：广州市公安局刑事科学技术研究所。

本部分起草人：卢培标。

刑事技术微量物证的理化检验

第 11 部分：高效液相色谱法

1 范围

本部分规定了高效液相色谱的检验方法。

本部分适用于刑事技术领域中微量物证的理化检验,其他领域亦可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 19267 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 9008—1988 液相色谱法术语

GB/T 13966—1992 分析仪器术语

GB/T 14666—1993 分析化学术语

3 术语和定义

GB/T 9008、GB/T 13966、GB/T 14666 中确立的以及下列术语和定义适用于本部分。

3.1

高效液相色谱法 high performance liquid chromatography(HPLC)

具有高分离效能的柱液相色谱法。

3.2

色谱图 chromatogram

色谱柱流出物通过检测器时所产生的响应信号对时间的曲线图或流动相流出体积的曲线图,或者通过适当方法观察到的纸色谱或薄层色谱斑点、谱带的分布图。

3.3

色谱峰 chromatographic peak

色谱柱流出组分通过检测器系统时所产生的响应信号的微分曲线。

3.4

峰高 peak height

从峰的最大值到峰底之间距离。

3.5

峰面积 peak area

指峰顶至峰底之间的面积。

3.6

分离度 resolution

两个相邻色谱峰的分离程度,以两个组分保留值之差与其平均峰宽值之比 R 表示。

$$R = 2 \times (t_{R2} - t_{R1}) / (W_1 + W_2)$$

式中:

t_R ——保留时间;

W ——峰宽。

3.7

响应值 response

组分通过检测器所产生的信号。

3.8

灵敏度 sensitivity

通过检测器的物质质量变化 ΔQ 时, 响应信号 ΔR 的变化率, 用 S 表示。

$$S = \Delta R / \Delta Q$$

3.9

半高峰宽 peak width at half height

通过峰高的中点作平行于峰底的直线, 此直线与峰两侧相交两点之间的距离。常用符号 $W_{h/2}$ 表示。

3.10

压力梯度校正因子 pressure gradient correction factor

用以校正色谱柱中由于流动相的可压缩性所产生的压力梯度的因子, 用 j 表示。

$$j = 3/2 \times [(P_i/P_o)^2 - 1] / [(P_i/P_o)^3 - 1]$$

式中:

P_i ——柱入口压力, MPa;

P_o ——柱出口压力, MPa。

3.11

反相液相色谱法 reversed-phase liquid chromatography

固定相的极性较流动相的极性弱的液相色谱法。

3.12

正相液相色谱法 normal-phase liquid chromatography

固定相的极性较流动相的极性强的液相色谱法。

3.13

峰面积近似求法 approximation of peak area

指使用手工的方法近似测量色谱峰的面积。

对称峰: $A = h \times W_{h/2}$

不对称峰: $A = h \times (W_{0.15} + W_{0.85}) / 2$

式中:

h ——峰高;

$W_{h/2}$ ——半峰宽;

$W_{0.15}$ ——为峰高 0.15 处的峰宽;

$W_{0.85}$ ——为峰高 0.85 处的峰宽。

3.14

梯度洗脱 gradient elution

间断地或连续地变更流动相的化学组分, 从而改变液相色谱分离效果的洗脱方法。

4 原理

高效液相色谱法是以高压下液体为流动相的液相柱色谱法。它的色谱分离原理取决于所用的色谱