ICS 17.180.99
CCS N52

中华人民共和国国家标准

GB/T 30433—2021
代替 GB/T 30433-2013

、

液相色谱仪测试用标准色谱柱

Standard column used for evaluating liquid chromatograph

（报批稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 30433—2013 《液相色谱仪测试用标准色谱柱》。与GB/T 30433—2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——修改了术语“理论板数”，将原标准公式（1）移至6.2.2（见3.1、6.2.2，2013年版的3.1）；

——修改了术语“拖尾因子”，将原标准公式（2）移至6.2.3（见3.2、6.2.3，2013年版的3.2）；

——明确柱效能以萘峰理论板数表示（见5.2，2013年版的4.2）；

——明确拖尾因子以萘峰表示、删除了1,4-二羟基蒽醌（见5.3，2013年版的4.3）；

——修改了试验设备，将原标准中“10 μL（或20 μL）注射器”修改为进样器，增加容量瓶（见6.1.1，2013年版的5.1.2）；

——删除了“制备试验溶液时需在通风橱内操作”（2013年版的5.1.3）；

——修改了试剂，删除了1,4-二羟基蒽醌、硝基苯、二水合磷酸二氢钠、氢氧化钠、芴等项目（见6.1.2.1，2013年版的5.1.3.1）；

——修改了标准溶液，将测试柱效能和拖尾因子用芴、1,4-二羟基蒽醌的配制修改为测试柱效能和拖尾因子用萘溶液配制（见6.1.2.2，2013年版的5.1.3.2）；

——删除了缓冲盐配制（见2013年版的5.1.3.3）；

——删除了1,4-二羟基蒽醌方法（见2013年版的5.2.3.2）；

——修改了标准柱压降测试方法，更加详细描述了测试方法（见6.2.4，2013年版5.2.4）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件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/TC 124）。

本文件起草单位：依利特（苏州）分析仪器有限公司、中国科学院大连化学物理研究所、大连依利特分析仪器有限公司、上海星铱色谱仪器有限公司、中国计量科学研究院、苏州纳微科技股份有限公司、迪马科技（天津）有限公司、中国标准化研究院、辽宁省分析科学研究院、大连市计量检测研究院有限公司。

本文件主要起草人：张学云、梁振、唐涛、赵国宏、陶红、余秀珍、李文斌、兰韬、王志嘉、林雷。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2013年首次发布为GB/T 30433—2013；

——本次为第一次修订。

液相色谱仪测试用标准色谱柱

1 范围

本文件规定了液相色谱仪测试用标准色谱柱的术语和定义、标准柱参数、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于液相色谱仪测试用标准色谱柱（以下简称“标准柱”）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 包装储运图示标志

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9008 液相色谱法术语 柱色谱法和平面色谱法

3 术语和定义

GB/T 9008界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

理论板数 number of theoretical plate

n

表示柱效能的参数。

3.2

拖尾因子 tailing factor

T

评价峰形的参数，在峰高5%的峰宽除以峰极大至前伸沿之间2倍的距离。

4 标准柱参数

标准柱参数见表1。

表1 标准柱参数

内径 mm	长度 mm	标准柱管材质	固定相
4.60 ± 0.05	250 ± 1	耐化学腐蚀的不锈钢材料，内表面抛光处理。	十八烷基键合硅胶，平均颗粒度5.0 μm ± 1.0 μm，碳含量10 % ~ 30 %，孔径60 Å ~ 120 Å之间。
注：1 Å=10^{-10}m			

5 要求

5.1 外观

表面应无明显划痕，柱体平直无弯曲和扭曲，标准柱两端应以防尘堵头堵住。

5.2 柱效能

柱效能以萘峰理论板数表示，理论板数应不小于 18 000。

5.3 色谱峰对称性

色谱峰对称性以萘峰的拖尾因子表示，拖尾因子应在 0.90 ~ 1.20 范围内。

5.4 压降

标准柱压降应不大于 15 MPa。

5.5 评价报告

评价报告应包括标准柱柱号、柱规格、固定相名称及批号、流动相、柱压降、流量、色谱图、测试结果（保留时间、拖尾因子、理论板数）等。

6 试验方法

6.1 试验条件

6.1.1 试验设备

包括：

a) 液相色谱仪（配紫外-可见光检测器或二极管阵列检测器，色谱柱恒温箱）；
b) 色谱数据工作站；
c) 进样器；
d) 电子天平，分度值不大于 0.1 mg，①级；
e) 精密压力表，0.4 级；
f) 容量瓶：100 mL 和 10 mL，容量允差 A 级；
g) 液相色谱仪用三通。

6.1.2 试验溶液

6.1.2.1 试剂

包括：

a) 甲醇：色谱纯；
b) 尿嘧啶：分析纯；
c) 萘：分析纯；
d) 纯水：符合 GB/T 6682 的一级水。

6.1.2.2 萘标准溶液配制

用电子天平称取 10.0 mg 尿嘧啶和 100.0 mg 萘，置于 100 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，配成母液。取 1.0 mL 母液，置于 10 mL 容量瓶中，用体积比为 85:15 的甲醇/水溶液定容至刻度，得到含

1.0×10^{-5} g/mL 尿嘧啶、1.0×10^{-4} g/mL 萘的标准溶液，标准溶液在冰箱冷藏待用。配制后的标准溶液保存不宜超过一个月。

注：尿嘧啶用来了解色谱仪系统死时间。

6.2 试验

6.2.1 外观

目视。

6.2.2 柱效能

连接液相色谱仪系统，流动相为体积比为 85:15 的甲醇/水溶液，流量为 1.0 mL/min，检测器波长设定为 254 nm，色谱柱恒温箱设定为 30 ℃。系统稳定后，用 6.1.2.2 中萘标准溶液进样，进样量为 10 μL，得到色谱图，按公式（1），计算萘色谱峰的理论板数。理论板数计算要素示意图参见附录 A 中图 A.1。

$$n = 5.54\left(\frac{t_R}{W_{h/2}}\right)^2 \qquad \text{……（1）}$$

式中：

n——理论板数；

t_R——保留时间，单位为分（min）；

$W_{h/2}$——半高峰宽，单位为分（min）。

6.2.3 色谱峰对称性

用 6.2.2 中得到的萘色谱图，按公式（2）计算色谱峰拖尾因子。拖尾因子计算要素示意图参见图 A.2。

$$T = \frac{W_{0.05h}}{2d_L} \qquad \text{……（2）}$$

式中：

T——拖尾因子；

$W_{0.05h}$——0.05 峰高处的峰宽，单位为分（min）；

d_L——峰极大至前伸沿之间的距离，单位为分（min）。

6.2.4 标准柱压降

将液相色谱仪中输液泵通过三通一端与精密压力表连接，一端与色谱柱入口连接，色谱柱出口接入废液瓶。流动相为体积比为 85:15 的甲醇/水溶液，流量为 1.0 mL/min。启动输液泵，压力稳定后，读取压力表示数 P_1。卸下标准柱，启动输液泵，压力稳定后读取压力表示数 P_2，P_2 与 P_1 的差值即为标准柱压降。

6.2.5 标准柱评价报告

试验后，参照表 A.1、表 A.2，填写标准柱参数和测试结果，完成评价报告。

7 检验规则

7.1 出厂检验

出厂检验项目按5.1～5.5要求进行。

标准柱经过检验合格，并附有评价合格报告方能出厂。

7.2 判定规则

凡有一项不合格的，判为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

每支标准柱应有标牌，并应标示以下内容：

a) 标准柱名称、编号；
b) 标准柱规格；
c) 固定相名称、粒度、批号；
d) 流动相方向。

8.2 包装

8.2.1 标准柱包装

标准柱包装应具有防止雨淋、暴晒及剧烈冲击功能。

8.2.2 包装标志

包装盒应采取不易褪色的颜料标注，并应标示以下内容：

a) 制造厂名称和地址；
b) 标准柱名称、编号；
c) 标准柱规格；
d) 固定相名称、粒度、批号；
e) 商标；
f) 包装储运图示标志：“易碎物品”，“怕雨”等应符合 GB/T 191 规定。

8.2.3 随柱文件

包括：

a) 使用说明书；
b) 标准柱评价报告；
c) 产品合格证等。

8.3 运输

标准柱在运输过程中，防止雨淋、暴晒及剧烈冲击。

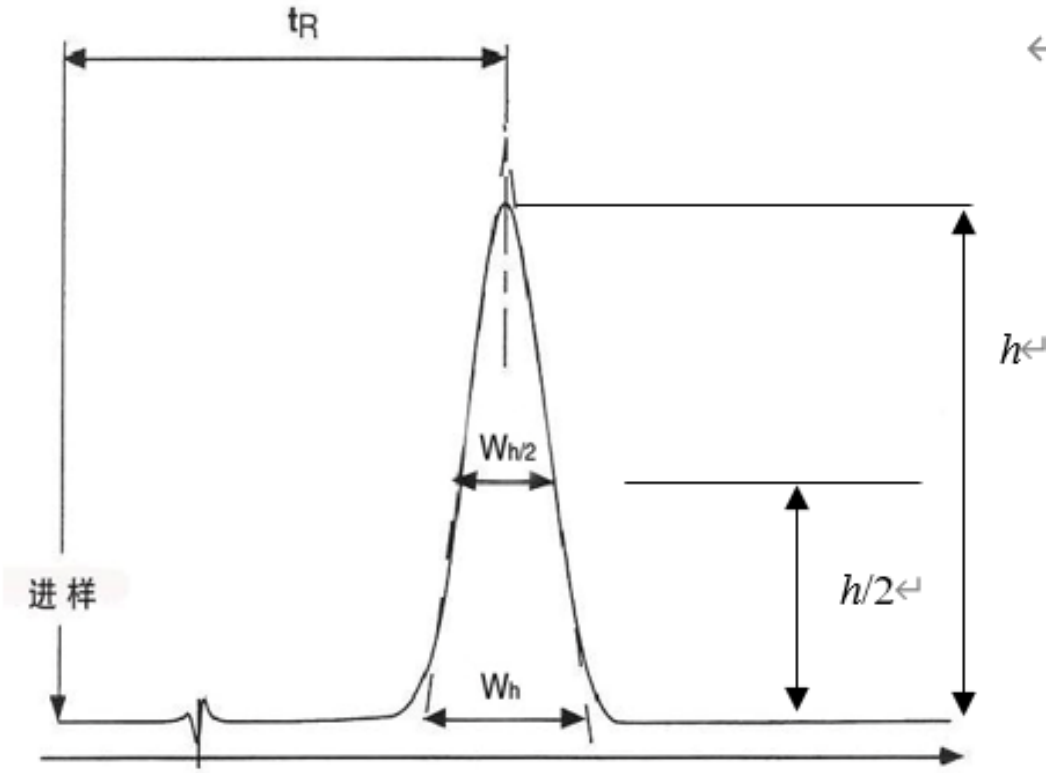
8.4 贮存

标准柱贮存时，环境温度在 0℃～40℃，相对湿度不大于 85%。

附　录　A
（资料性）
示意图和评价报告

A.1　理论板数计算要素示意图

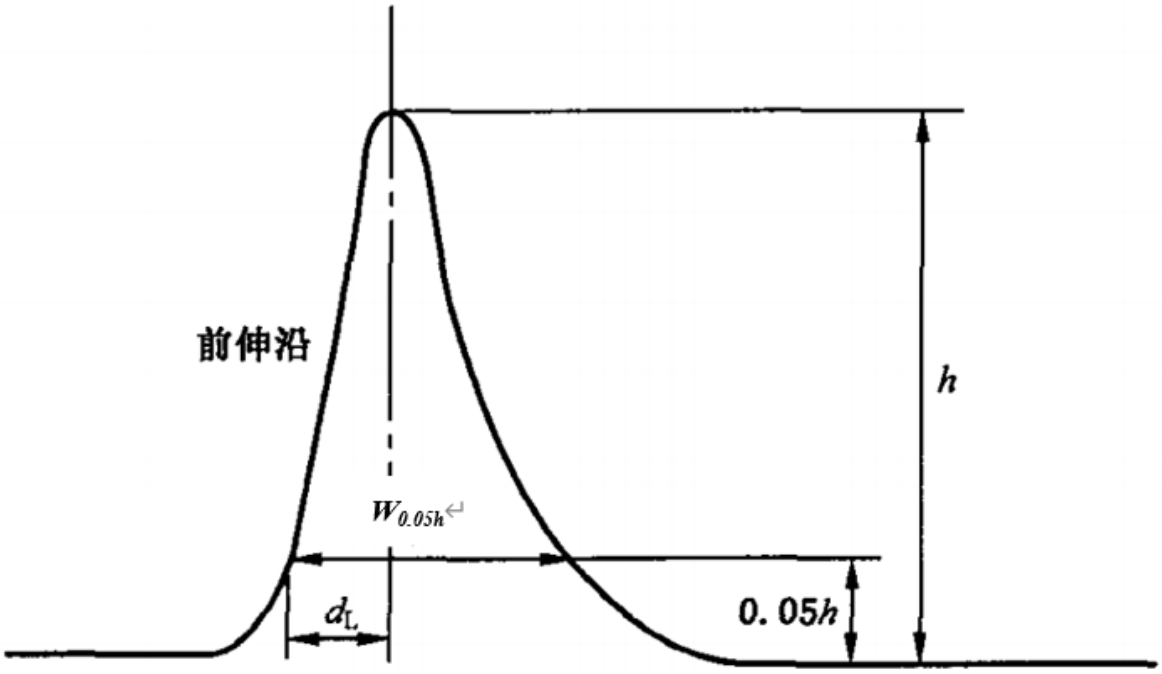
理论板数计算示意图见图A.1。



图A.1 理论板数计算要素示意图

A.2　拖尾因子计算要素示意图

拖尾因子计算要素示意图见A.2。



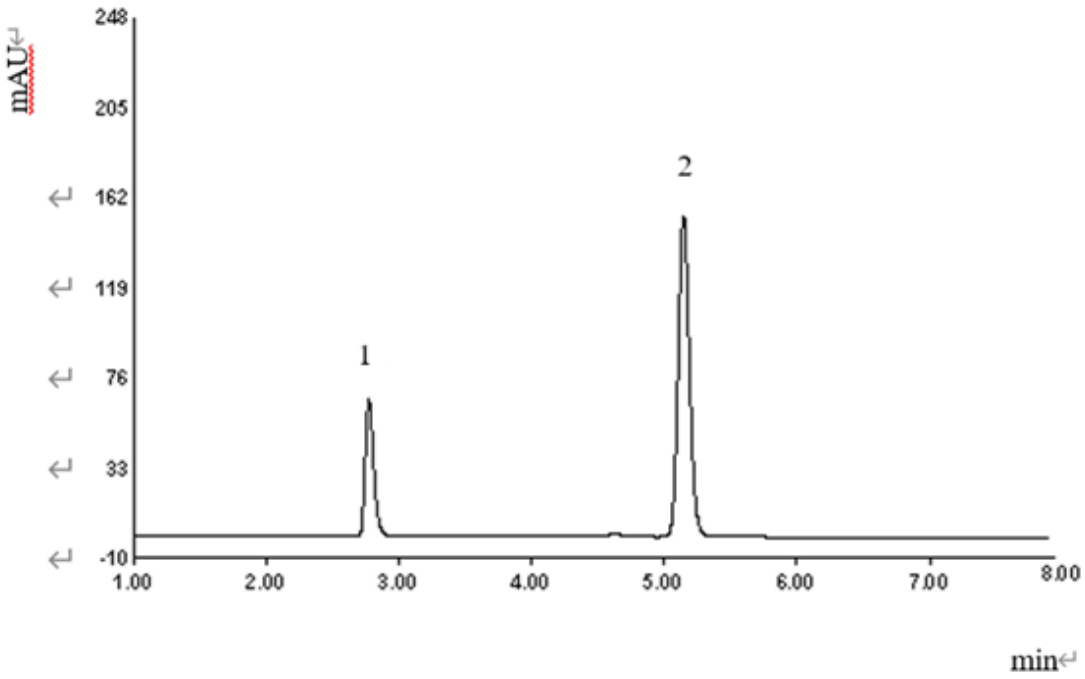
图A.2 拖尾因子计算要素示意图

A.3 标准柱评价报告

评价报告要素示例见表A.1、图A.3、表A.2。

表A.1 柱效能评价时标准柱参数

柱　号		批　号	
柱内径 mm		柱　长 mm	
固定相		流动相	
流　量 mL/min		进样量 μL	
柱压降 MPa		检测器波长 nm	



标引序号说明：

1——尿嘧啶；

2——萘。

图A.3 标准柱评价色谱图

表A.2 测试结果

样品组分名	保留时间/min	理论板数	拖尾因子
萘			