



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

液相色谱仪用自动进样器

Autosampler for liquid chromatography

(征求意见稿)

(本稿完成日期:)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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）。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

液相色谱仪用自动进样器

1 范围

本标准规定了液相色谱仪用自动进样器的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存。本标准适用于液相色谱仪用自动进样器（以下简称进样器）。

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 周期检验技术抽样程序及表（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

进样器在下列条件下应能正常工作：

- a) 环境温度：15 °C～35 °C；
- b) 相对湿度：25%～75%；
- c) 大气压力：75 kPa～106 kPa；
- d) 供电电源：电压 220 V±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。

3.2.3 运转部件

运转部件平滑运转，无异常噪声。

3.3 密封性

在进样器最高耐压90%下，持续10 min，压力下降不大于1.5 MPa。

3.4 取样体积误差

取样体积误差应符合表1要求。

表1 取样体积误差

取样量设定值 μL	体积误差 %
10	±5
20	±3
100	±2

3.5 进样重复性

重复性应不大于0.5%。

3.6 线性

线性相关系数r应不小于0.999。

3.7 残留

样品残留应不大于0.01%。

3.8 安全

3.8.1 接触电流

3.8.1.1 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）。

3.8.1.2 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）。

3.8.2 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0.1 Ω。

3.8.3 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。

3.9 运输及运输贮存

仪器在运输包装状态下，包括低温贮存、高温贮存、跌落，按GB/T11606-2007表1中运输、运输贮存的要求进行试验，其中高温55 ℃；低温 - 40 ℃；自由跌落高度250 mm。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3.2~3.8的要求。

4 试验方法

4.1 试验条件

包括：

- 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 ℃；
- c) 试验用计量器具应经计量检定合格或计量校准；

d) 溶液与试剂：试验用标准溶液用有证标准物质溶液进行逐级稀释。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 密封性

4.3.1 设备与试剂

包括：

- a) 检验合格输液泵一台；
- b) 密封堵头1个或2个；
- c) 纯水。

4.3.2 试验方法

首先测试输液泵压力下降值：输液泵运行平稳后，流量设定在0.1 mL/min，将输液泵出口密封，系统压力升至进样器最高限压90%处，停泵并记录此时压力为P0，保持10 min，记录压力值为P1。

将输液泵和进样器连接，系统运行平稳后，输液泵流量设定在0.1 mL/min，将进样器出口密封，系统压力升至进样器最高限压90%处，停泵并记录此时压力为P0'，保持10 min，记录压力值为P2。

4.3.3 结果计算

按公式（1）计算输液泵压力下降值 Δp_1 。按公式（2）计算输液泵和进样器系统压力下降值 Δp_2 。按公式（3）计算进样器压力下降值 Δp 。

$$\Delta p_1 = P_1 - P_0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\Delta p_2 = P_2 - P_0' \dots\dots\dots (2)$$

$$\Delta p = \Delta p_2 - \Delta p_1 \dots\dots\dots (3)$$

4.4 取样体积误差

4.4.1 设备与试剂

包括:

- a) 分析天平一台: 根据测试质量选择合适载荷、测试质量尽量在天平载荷的60%左右、准确度不低于Ⅰ级、实际标尺分度值不大于0.1 mg;
- b) 2 mL样品瓶若干;
- c) 纯水。

4.4.2 试验方法

启动进样器, 排除管路气泡, 清洗进样针, 取2 mL的样品瓶, 加入一定量的纯水, 用分析天平称重, 记为 W_1 。按表2执行取样, 每次取样结束后, 均对进样瓶进行称重, 记为 W_2 。按式(4)计算取样体积误差 S_s 。

表2 进样器体积误差

取样量设定值/ μL	10	20	100
每次取样遍数	10	5	1
重复取样次数	3	3	3

$$S_s = \frac{(\bar{V}_m - V_0)}{V_0} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

S_s —— 取样体积误差, %;

\bar{V}_m —— 3次取样体积 V_m 的平均值 ($V_m = (W_1 - W_2)/\rho \times 1000$), μL ;

W_1 —— 样品瓶+总水重量, g;

W_2 —— 样品瓶+取样后水重量, g;

ρ —— 试验温度下流动相密度, g/mL;

V_0 —— 取样量设定值。

4.5 进样重复性

4.5.1 设备与试剂

包括:

- a) 检验合格高效液相色谱系统一套: 输液泵一台, 紫外检测器一台, 色谱数据工作站一套;
- 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) 1×10^{-4} g/mL的萘/甲醇溶液；
d) 纯甲醇。

4.5.2 试验方法

将进样器连入测试用高效液相色谱系统中，用C18色谱柱连接进样器出口与检测器入口，启动进样器，设置检测器波长为254 nm，以纯甲醇为流动相，流量设定为1.0 mL/min，平衡系统。启动进样器，排除管路气泡，清洗进样针，在进样瓶加入一定量的 1×10^{-4} g/mL的萘/甲醇溶液，放入自动进样器托盘指定位置。待系统完全稳定后，进样体积为10 μ L，连续进样11次，采集结束后保存色谱图。按式（5）计算萘峰面积相对标准偏差，作为进样重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{A}} \sqrt{\frac{\sum (A_i - \bar{A})^2}{n-1}} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

RSD ——相对标准偏差；

\bar{A} ——峰面积平均值，mAU·s；

A_i ——第*i*次进样峰面积，mAU·s；

n ——进样次数， $n=11$ 。

4.6 线性

4.6.1 设备与试剂

同4.5.1。

4.6.2 试验方法

进样重复性测试完毕后，设置进样器参数，依次设定进样体积为2 μ L、4 μ L、6 μ L、8 μ L、10 μ L、20 μ L、30 μ L、40 μ L、50 μ L（如样品环体积为100 μ L），每个体积连续测量三次，记录色谱峰面积，取算术平均值，与对应的取样体积做校准曲线，计算线性相关系数 r 。

注：如样品环体积非100 μ L，参照上述测试方法设定进样体积，选取合适间隔9个点，最大体积应为样品环一半体积。

4.7 样品残留

4.7.1 设备与试剂

同4.5.1。

4.7.2 试验方法

待系统完全稳定后，设置自动进样器参数，进样前后各清洗1次（清洗体积为系统体积3-5倍），依次注入20 μL 的 1.0×10^{-4} g/mL的萘/甲醇标准溶液和纯甲醇。重复进样三次，记录色谱峰面积，取算术平均值，按式（6）计算样品残留。

$$C_m = \frac{\bar{A}_{\text{空白}}}{\bar{A}_{\text{样品}}} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

C_m —— 样品残留，%；

$\bar{A}_{\text{空白}}$ —— 三次纯甲醇峰面积的平均值；

$\bar{A}_{\text{样品}}$ —— 三次萘/甲醇溶液峰面积的平均值。

4.8 安全

4.8.1 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。

4.8.2 保护接地

保护接地按GB/T 34065-2017的6.4有关规定进行试验。

4.8.3 介电强度

介电强度按GB/T 34065-2017的6.3有关规定进行试验。

4.9 运输、运输贮存

进样器在包装状态下，运输、运输贮存试验按GB/T 11606-2007中第15章、第16章和第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：出厂检验、型式检验。

5.2 出厂检验

出厂检验应符合以下要求：

- a) 每台进样器均应经检验合格，并附有合格证方能出厂；
- b) 出厂检验应按3.2～3.8要求进行。

5.3 型式检验

5.3.1 型式检验时机

进样器在下列情况之一时，应按3.2～3.9要求进行型式检验：

- a) 新进样器或老进样器转厂生产试制定型鉴定；
- b) 进样器正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响进样器性能时；
- c) 进样器正常生产时，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) 进样器长期停产，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 型式检验样品

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 型式检验规则

应按GB/T 2829-2002的规定进行，采取一次抽样方案。进样器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平（RQL）、判别水平（DL）、按表3规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表3 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	3.8	4.8	30	I	3	(0, 1)
2		保护接地						
3		介电强度						
4	B	密封性	3.3	4.3	65		3	(1, 2)
5		取样体积误差	3.4	4.4				
6		进样重复性	3.5	4.5				
7		线性	3.6	4.6				
8		样品残留	3.7	4.7				
9		运输、运输贮存	3.9	3.9				
10	C	外观	3.2	4.2	100			(2, 3)

5.3.4 不合格品处理

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，进样器停止出厂，待问题解决，型式检验合格后方可恢复出厂检验。

5.3.5 合格

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 进样器标志

每台进样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) 进样器型号；
- c) 进样器名称；
- d) 进样器输入电压、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 包装标识

进样器的包装标识规定如下：

- 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 进样器包装

进样器包装应符合GB/T 13384-2010中的防潮、防振包装规定。

6.2.2 随机文件

进样器的随机文件如下：

- a) 装箱单；

- b) 使用说明书;
- c) 出厂合格证书;
- d) 随机软件;
- e) 根据进样器技术条件规定的其他文件。

6.3 运输

进样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、暴晒及剧烈冲击。

6.4 贮存

进样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。
