



中华人民共和国国家标准

GB/T 30430—2019
代替 GB/T 30430—2013

气相色谱仪测试用标准色谱柱

Standard column used for evaluating gas chromatographs

2019-10-18 发布

2020-05-01 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 30430—2013《气相色谱仪测试用标准色谱柱》，与 GB/T 30430—2013 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了“大口径毛细管柱”的相关内容(见 2013 年版的 3.1、4.1、4.2、5.2.2、8.1.3)；
- 删除了 FPD 及 FPD(P)、FPD(S) 的相关内容(见 2013 年版的 3.3、5.1.2、6.1.1.2、6.1.1.3、6.1.2.4、附录 A 中 A.1.2、附录 A 中 A.1.3)；
- 增加了分离度的术语及公式、指标及试验方法(见 3.1.2、5.1.2、5.2.2、5.3、6.1.2.2、附录 A 中 A.1、附录 A 中 A.2)；
- 增加了标准柱固定液液膜厚度参数，修改柱长度及其误差参数(见 4.2、2013 年版的 4.2)；
- 删除了“每米有效板数”的相关内容(见 2013 年版的 5.1.2、5.2.2、6.1.2.2.3)；
- 增加了试验设备压力表(见 6.1.1.1)；
- 修改了“载气流速”为“载气流量”(见 6.1.1.3、附录 A 中 A.1，2013 年版的 6.1.1.3、附录 A 中 A.1.1)；
- 修改了试验程序(见 6.1.2.3、6.1.2.4，2013 年版的 6.1.2.3、6.1.2.4)；
- 修改了柱气阻测量示意图，增加试验方法的陈述(见 6.1.2.4，2013 年版的 6.1.2.3)；
- 修改了萘的质量浓度(见 6.2.1.2，2013 年版的 6.2.1.2)；
- 修改了“标准柱能承受 400 °C 高温”的规定(见 8.1.1，2013 年版的 8.1.1)；
- 修改了填充柱柱性能测试色谱图和毛细管柱柱性能测试色谱图，删除了溶剂峰标记(见附录 A 中 A.1、附录 A 中 A.2，2013 年版的附录 A 中 A.1.1、附录 A 中 A.2)。

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和控制标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准负责起草单位：中国计量科学研究院、上海星铍色谱仪器科技有限公司、北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司、浙江福立分析仪器股份有限公司、上海市计量测试技术研究院、天津博纳艾杰尔科技有限公司、大连依利特分析仪器有限公司、山东鲁南瑞虹化工仪器有限公司、北京市计量检测科学研究院、大连计量检测研究院有限公司。

本标准主要起草人：陶红、赵国宏、苏福海、周加才、林雪志、张敏、王宛、张学云、程晋祥、栗冠媛、林文杰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 30430—2013。

气相色谱仪测试用标准色谱柱

1 范围

本标准规定了气相色谱仪测试用标准色谱柱的术语、缩略语、分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于评价气相色谱仪产品质量性能的标准色谱柱(以下简称标准柱)。

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 4946—2008 气相色谱法术语

3 术语和定义、缩略语

3.1 术语和定义

GB/T 4946—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1.1

拖尾因子 tailing factor

T

评价峰形(见图 1)的参数,按式(1)计算:

$$T = \frac{W_{0.05h}}{2d_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

T ——拖尾因子;

$W_{0.05h}$ ——0.05 h 峰高处的峰宽,单位为秒(s);

d_1 ——从峰顶点作垂线,与 $W_{0.05h}$ 峰宽线相交点至峰前伸沿的距离,单位为秒(s)。

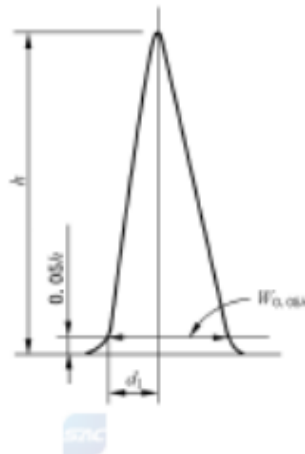


图 1 拖尾因子计算所需色谱峰要素示意图

3.1.2

分离度 resolution

R

两个相邻色谱峰的分离程度,以两个组分保留时间之差与其平均峰宽值之比表示。

注:改写 GB/T 4946—2008,术语 5.12。

3.2 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

FID:氢火焰离子化检测器(Flame ionization Detector)

4 分类

4.1 标准柱分类

标准柱可分为填充柱和毛细管柱。

4.2 标准柱参数

标准柱参数见表 1。

表 1 标准柱参数

标准柱分类	柱内径 mm	固定液液膜厚度 μm	柱长度 m	材质	固定相配比/固定液
填充柱	2.0 ± 0.1	—	0.6 ± 0.1	不锈钢	5%聚二甲基硅氧烷/酸洗硅烷化 白色硅藻土担体 $125 \mu\text{m} \sim 150 \mu\text{m}$ (100 目~120 目)
毛细管柱	0.25、0.32	0.25	30.0 ± 0.1	石英毛细管	聚二甲基硅氧烷

5 技术要求

5.1 填充柱

5.1.1 外观

填充柱表面及两端应光滑,无划痕、毛刺、裂缝等缺陷。

5.1.2 技术指标

填充柱技术指标见表 2。

表 2 填充柱技术指标

项目	柱效能 每米理论板数	柱气阻 MPa	分离度	保留时间 min
要求	$\geq 1\ 200$ (正十六烷)	≤ 0.07	≥ 1.5	3.5 ± 0.5 (正十六烷)

5.2 毛细管柱

5.2.1 外观

毛细管柱外涂层光滑、无气泡、颜色均匀。

5.2.2 技术指标

毛细管柱技术参数见表 3。

表 3 毛细管柱技术指标

项目	柱效能 每米理论板数	酸碱比(P/A)	拖尾因子	分离度
要求	$\geq 3\ 500$ (正十二烷)	1.0 ± 0.1	≤ 1.20 (正辛醇)	≥ 3 (不含正辛醇与 5-壬酮的分离度)

5.3 标准柱评价报告

根据测试结果,完成标准柱评价报告。评价报告应包括柱号、柱长、柱温、柱压、检测器、载气流量、进样量、谱图、保留时间、分离度、柱效能、拖尾因子(参见附录 A)。

6 试验方法

6.1 填充柱

6.1.1 试验条件

6.1.1.1 试验仪器及工具

填充柱试验用仪器和工具如下:

- 经检定合格的气相色谱仪,配有填充柱进样器;
- 微量注射器,1 μL 或 10 μL ;或者自动进样器;
- 色谱数据工作站;
- 0.5 级压力表,压力范围为 0 MPa~0.4 MPa。

6.1.1.2 标准试样

标准试样所用溶剂为色谱纯级的异辛烷,标准试样质量浓度见表 4。

表 4 填充柱标准试样

项目	质量浓度 g/ μL			相对扩展不确定度 $k=2$ %
	正十四烷	正十五烷	正十六烷	
要求	3.0×10^{-7}	3.0×10^{-7}	3.0×10^{-7}	3

6.1.1.3 仪器试验条件

仪器试验条件见表 5。

表 5 仪器试验条件

色谱柱温度 ℃	进样器温度 ℃	检测器温度 ℃	载气(N ₂)流量 mL/min
140~160	250	280	20~30

6.1.2 试验程序

6.1.2.1 外观

目测。

6.1.2.2 分离度和柱效能

用 6.1.1.2 标准试样,按表 5 试验条件进样 1 μL,得到填充柱柱性能测试色谱图(参见附录 A 中图 A.1),按式(2)计算各相邻标准试样的分离度。

$$R = 2 \left(\frac{t_2 - t_1}{W_1 + W_2} \right) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

R ——分离度;

t_1 ——组分 1 的保留时间,单位为秒(s);

t_2 ——组分 2 的保留时间,单位为秒(s);

W_1 ——组分 1 的峰宽,单位为秒(s);

W_2 ——组分 2 的峰宽,单位为秒(s)。

按式(3)计算正十六烷的每米理论板数。

$$N = \frac{n}{L} = \frac{16(t_R/W)^2}{L} = \frac{5.54(t_R/W_{1/2})^2}{L} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

N ——每米理论板数;

n ——理论板数;

L ——柱长,单位为米(m);

t_R ——保留时间,单位为秒(s);

W ——峰宽,单位为秒(s);

$W_{1/2}$ ——半高峰宽,单位为秒(s)。

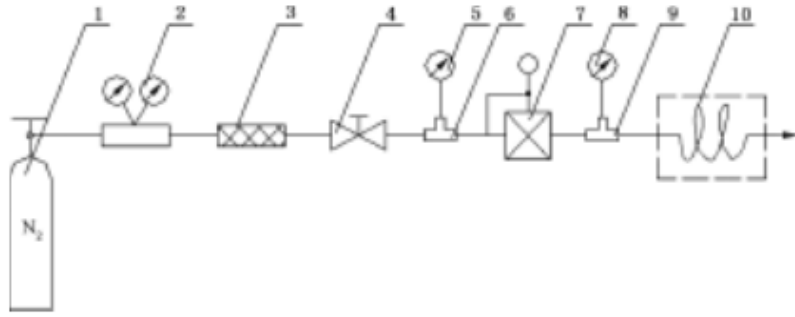
6.1.2.3 保留时间

根据 6.1.2.2 的测试中得到的色谱图,记录正十六烷保留时间。

6.1.2.4 柱气阻

按图 2 的系统连接。调节图 2 中序号 4 所示稳压阀,使图 2 中序号 5 所示压力表输出压力为 0.2 MPa~0.4 MPa,此时,调节图 2 中序号 7 所示稳流阀,使标准柱后流量 30 mL/min,读取图 2 中序号 8 的压力。

注:柱后流量可以从仪器上读出,也可以采用气体流量计测量。



说明:

- 1 —— 氮气瓶;
- 2 —— 减压阀;
- 3 —— 净化管;
- 4 —— 稳压阀;
- 5 —— 压力表;
- 6 —— 三通;
- 7 —— 稳流阀;
- 8 —— 输出压力表;
- 9 —— 三通;
- 10 —— 标准柱。

图 2 柱气阻测量示意图

6.2 毛细管柱

6.2.1 试验条件

6.2.1.1 试验仪器及工具

毛细管柱试验用仪器和工具如下:

- a) 经检定合格的气相色谱仪,配有分流/不分流进样器;
- b) 微量注射器:1 μL 或 10 μL ;或者自动进样器;
- c) 色谱数据工作站。

6.2.1.2 标准试样

标准试样所用溶剂为色谱纯异辛烷,标准试样质量浓度组分见表 6。

表 6 毛细管柱标准试样

序号	组分名称	质量浓度 $\text{g}/\mu\text{L}$	相对扩展不确定度 %
1	正辛醇	1.0×10^{-6}	3
2	5-壬酮	1.5×10^{-6}	
3	2,6-二甲基苯酚(P)	1.5×10^{-6}	
4	2,6-二甲基苯胺(A)	1.5×10^{-6}	
5	萘	1.5×10^{-6}	
6	正十二烷	2.0×10^{-6}	

6.2.1.3 仪器试验条件

仪器试验条件见表 7。

表 7 仪器试验条件

色谱柱温度 ℃	进样器温度 ℃	FID 检测器温度 ℃	分流进样分流比	色谱柱载气流速 cm/s
130	250	280	(60 : 1)~(100 : 1)	10~15

6.2.2 试验程序

6.2.2.1 外观

目测。

6.2.2.2 分离度和柱效能

用 6.2.1.2 标准试样,按表 7 试验条件进样 1 μL ,得到毛细管柱柱性能测试色谱图(参照附录 A 中图 A.2),按式(2)计算除正辛醇与 5-壬酮之外每相邻标准试样的分离度,按式(3)计算正十二烷的每米理论板数。

6.2.2.3 酸碱比

试验程序同 6.2.2.2。2,6-二甲基苯酚(P)与 2,6-二甲基苯胺(A)的峰面积比即为酸碱比。

6.2.2.4 拖尾因子

试验程序同 6.2.2.2。取正辛醇色谱峰,按式(1)计算拖尾因子(T)。

6.3 评价报告

试验后,参考附录 A 中表 A.1、表 A.2 检查报告的内容完整性。

7 检验规则

7.1 标准柱应经检验合格后方可出厂,并附有评价报告和使用说明书。

7.2 出厂检验为全数检验。

7.3 判定规则:凡有一项不合格,则判为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 标准柱上应有明显的标识,标识所能承受的最高温度。

8.1.2 填充柱标志应包括:

- 编号;
- 固定相名称及与载体的配比;
- 载体名称及目数;

- d) 柱长；
- e) 柱内径。

8.1.3 毛细管柱标志应包括：

- a) 编号；
- b) 固定液名称；
- c) 柱长；
- d) 柱内径；
- e) 固定液液膜厚度。

8.2 包装

8.2.1 包装应防震、防挤压。

8.2.2 包装箱(盒)应采用不易褪色的颜料或墨汁标注。内容包括：

- a) 标准柱名称和规格；
- b) 包装储运图示标志：“易碎物品”“怕雨”等应符合 GB/T 191—2008 规定；
- c) 制造厂名称和地址。

8.2.3 随柱文件应包括：

- 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,应防止剧烈振动和碰撞。

8.4 贮存

贮存时,环境温度在 0℃~50℃,相对湿度不大于 85%。

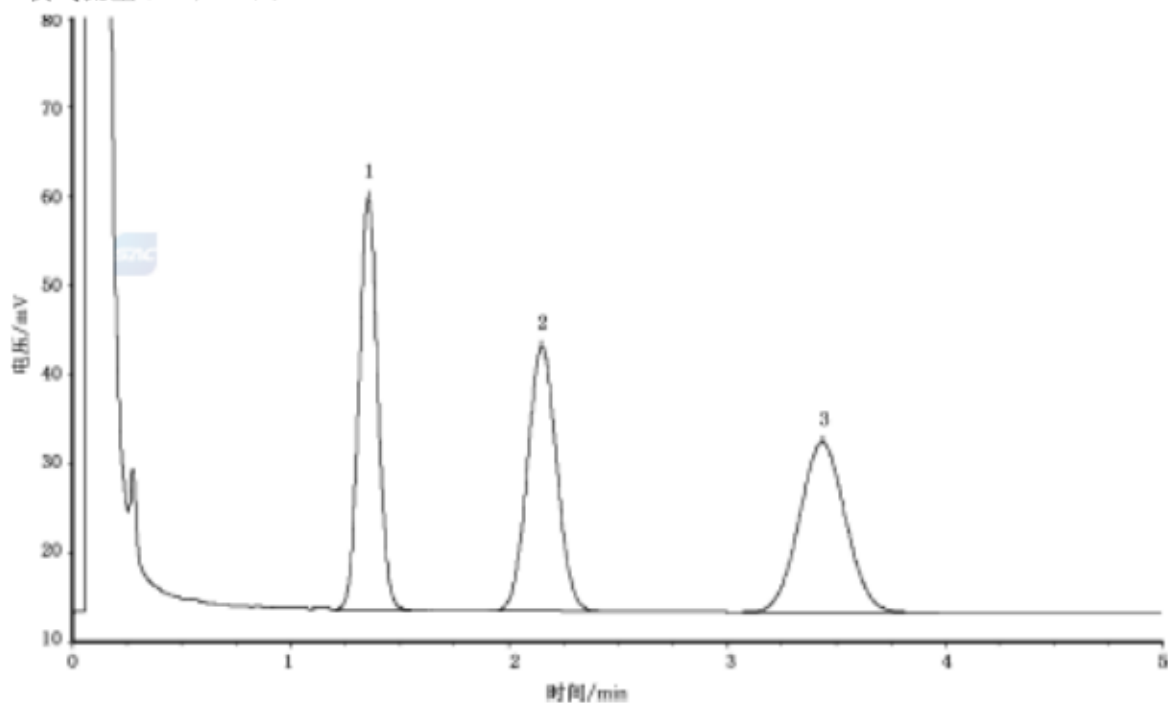


附录 A
(资料性附录)
标准柱评价报告

A.1 填充柱评价报告

填充柱参数

柱号：
柱温(°C)：
检测器：FID
载气流量(mL/min)：
柱长(m)：
柱压(MPa)：
进样量(μL)：



说明：

- 1——正十四烷；
- 2——正十五烷；
- 3——正十六烷。

图 A.1 填充柱柱性能测试色谱图

按图 A.1 填写表 A.1。

表 A.1 测试结果

名称	保留时间 min	每米理论板数	分离度
正十四烷			—
正十五烷			
正十六烷			

A.2 毛细管柱柱评价报告

毛细管柱参数

柱号:

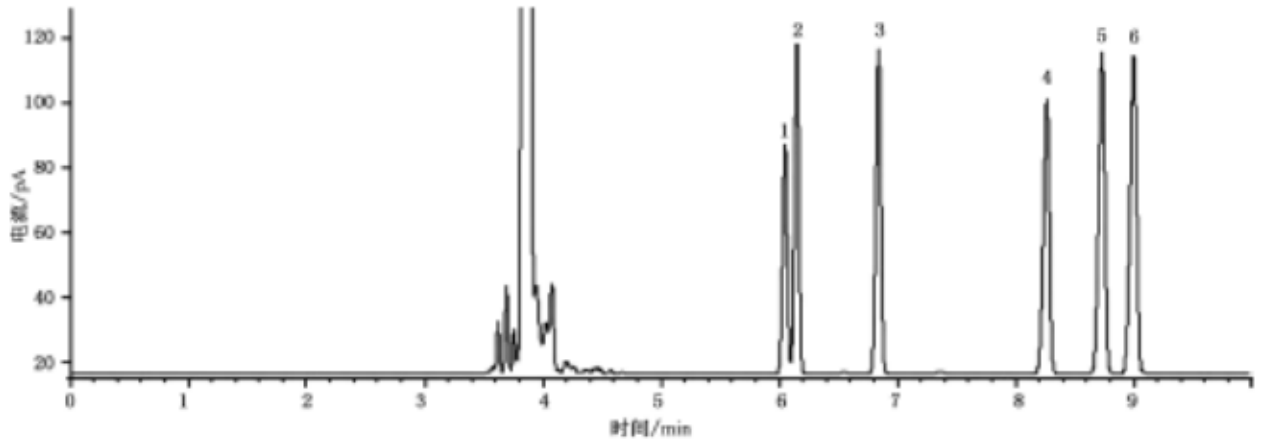
柱长(m):

柱温(°C):

检测器:FID

进样量(μL):

柱载气流速(cm/s):



说明:

1——正辛醇;

2——5-壬酮;

3——2,6-二甲基苯酚;

4——2,6-二甲基苯胺;

5——萘;

6——正十二烷。

图 A.2 毛细管柱柱性能测试色谱图

按图 A.2 填写表 A.2。

表 A.2 测试结果

序号	名称	保留时间 min	峰高	半高峰宽	每米理论 板数	拖尾因子	分离度
1	正辛醇						—
2	5-壬酮						
3	2,6-二甲基苯酚						
4	2,6-二甲基苯胺						
5	萘						
6	正十二烷						