



中华人民共和国国家标准

GB/T 30430—XXXX
代替 GB/T30430-2013

气相色谱仪测试用标准色谱柱

Standard column used for evaluating gas chromatography

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
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/T30430—2013《气相色谱仪测试用标准色谱柱》，与 GB/T30430—2013 相比主要技术变化如下：

- 去掉了“大口径毛细管柱”的相关内容；
- 去掉了 FPD 及 FPD(P)、FPD(S)的相关内容；
- 将标准柱分类更改为填充柱和毛细管柱，修改相应参数；
- 增加了分离度的术语及公式、指标，评价报告中增加分离度；
- 修正标准柱参数中柱长度误差为“ ± 0.05 ”；
- 增加试验设备压力表；
- 改进样器温度为气化室温度；
- 去掉了“每米有效板数”的相关内容；
- 按实际的操作顺序调整了部分试验程序；
- 重新修正附录 A 中标准谱图示意图，删除图中溶剂峰。
- 删除附录 A.1.2、A.1.3。

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分析仪器分技术委员会（SAC/TC124/SC6）归口。

本标准负责起草单位：

本标准主要起草人：

本标准所替代标准的历次版本发布情况为：

- GB/T30430—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、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于气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、缩略语

GB/T 4946-2008界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 拖尾因子 (T) tailing factor

拖尾因子是评价峰形（参见图1）的参数，按公式（1）计算：

$$T = \frac{W_{0.05h}}{2d_1} \quad \text{-----} \quad (1)$$

式中：

T ——拖尾因子

$W_{0.05h}$ ——0.05峰高处的峰宽，单位为毫米（mm）

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，单位为毫米（mm）。

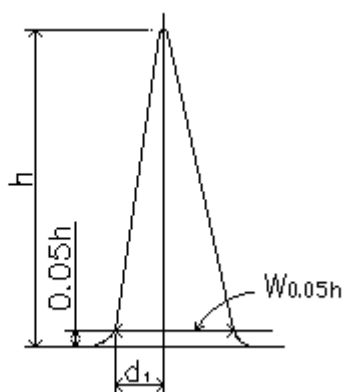


图1 拖尾因子计算所需色谱峰要素示意图

3.2 分离度 (R) 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表示。

3.3 缩略语

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	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 (100-120)目
毛细管柱	0.25	30.00 ± 0.05	石英毛细管	聚二甲基硅氧烷

5 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 技术参数

填充柱技术参数见表 2。

表2 填充柱技术参数

检测器	柱效能 每米理论板数	柱气阻 MPa	分离度	保留时间 min
FID	≥1200(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 技术参数

毛细管柱技术参数见表 3。

表3 毛细管柱技术参数

分类	柱效能 每米理论板数	酸碱比 (P/A)	拖尾因子	分离度
毛细管柱	≥3500(正十二烷)	1±0.1	≤1.20(正辛醇)	≥3*
*: 不包含正辛醇与5-壬酮的分离度。				

5.3 标准柱评价报告

标准柱评价报告应包括柱号、柱长、柱温、柱压、检测器、进样量、谱图、保留时间、分离度，柱效能（参见附录 A），也可以报告拖尾因子、酸碱比等内容。

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，配有填充柱进样口；
- 微量注射器，1μL 或 10μL；或者自动进样器；
- 色谱数据工作站；
- 0.5 级压力表。

6.1.1.2 标准试样

标准试样所用溶剂和溶质均为色谱纯级，标准试样组分见表4，溶剂为异辛烷。

表4 填充柱标准试样

检测器	组分含量 g/μL			相对扩展不确定度 %, $k=2$
	正十四烷	正十五烷	正十六烷	
FID	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 ℃	气化室温度 ℃	检测器温度 ℃	载气流速 (N ₂) 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1μL,得到色谱图(参照附录A中图A.1),按公式(2)计算各相邻标准试样的分离度。

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

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)。

按公式(3)计算正十六烷的每米理论板数。

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

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。标准柱后流速 30 mL/min ，输出压力表为0.5级，压力范围为（ $0\sim 0.4$ ）MPa，读取图2中序号8的压力，柱气阻应 $\leq 0.07\text{ MPa}$ 。

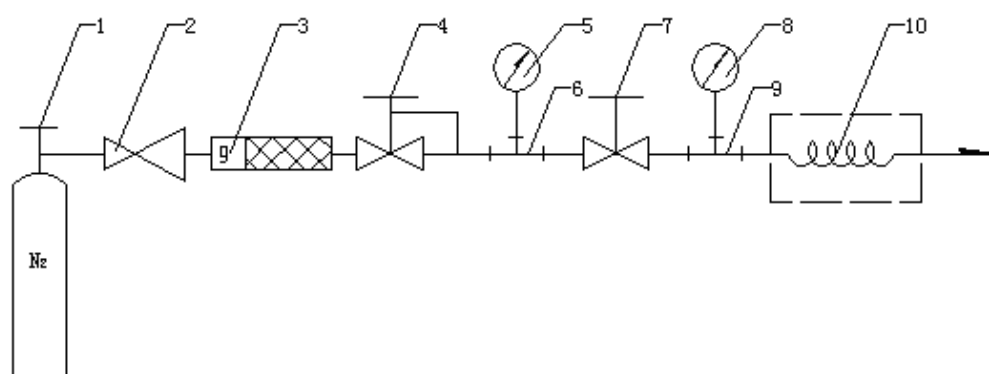


图2 柱气阻测量示意图

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

6.1.3 评价报告

试验后，参照附录A中表A.1填写测试结果，完成评价报告。

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：

- 经检合格的气相色谱仪，配有分流/不分流进样口；
- 微量注射器： $1\mu\text{L}$ 或 $10\mu\text{L}$ ；或者自动进样器；
- 色谱数据工作站。

6.2.1.2 标准试样

标准试样所用溶剂和溶质均为色谱纯级，标准试样组分见表6，溶剂为异辛烷。

表6 毛细管柱标准试样

序号	组分名称	组分含量 g/ μ 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 $^{\circ}$ C	气化室温度 $^{\circ}$ C	检测器温度 $^{\circ}$ C	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 μ L，得到色谱图（参照附录A中图A.2），按公式（2）计算除正辛醇与5-壬酮之外每相邻标准试样的分离度，按公式（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，按公式（1）计算拖尾因子 (T)。

6.2.3 评价报告

试验后，参照附录A中表A.2填写测试结果，完成评价报告。

7 检验规则

7.1 标准柱应经检验合格后方能出厂，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：

- a) 编号；
- b) 固定相名称及与载体的配比；
- c) 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%。

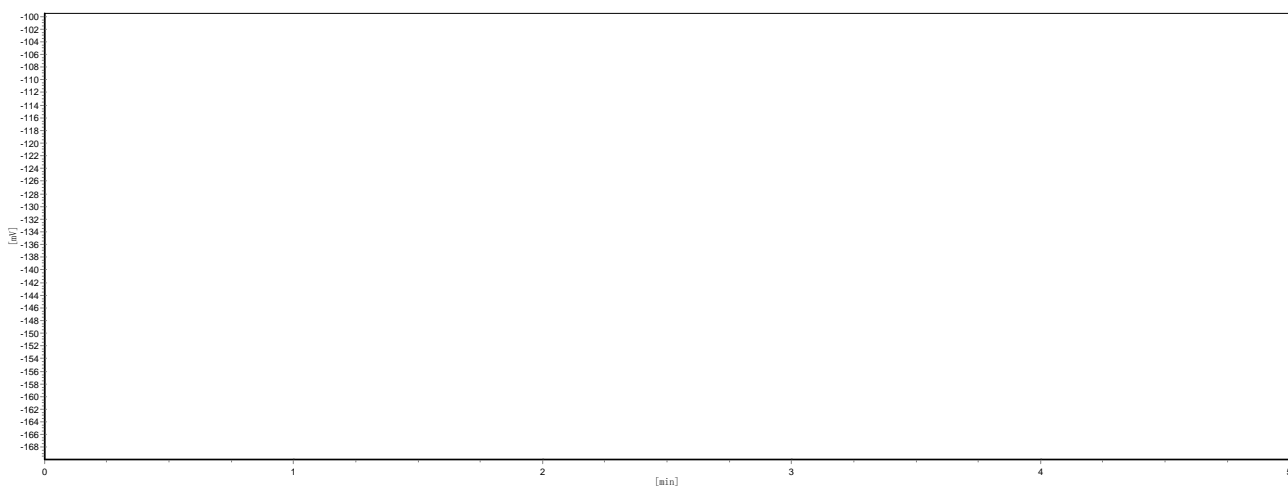
附 录 A
(资料性附录)
标准柱评价报告

A.1 填充柱评价报告

填充柱参数

柱号：
柱温 (°C)：
检测器：FID

柱长 (m)：
柱压 (MPa)：
进样量(μL)：



1. 正十四烷；2. 正十五烷；3. 正十六烷

图A.1 填充柱柱效测试色谱图

按图A.1填写表A.1。

表 A.1 测试结果

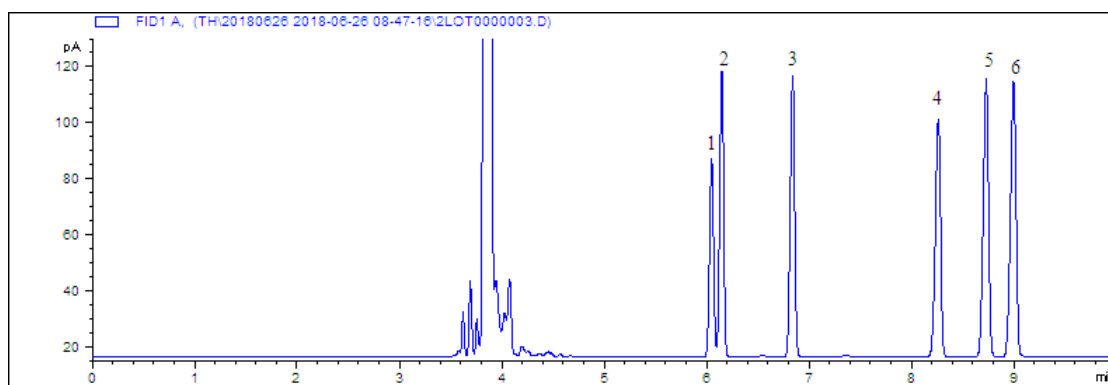
名称	保留时间 min	每米理论板数	分离度
正十四烷			/
正十五烷			
正十六烷			

A.2 毛细管柱柱评价报告

毛细管柱参数

柱号：
柱温（℃）：
进样量(μL)：

柱长（m）：
检测器：FID



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(95%聚二甲基硅氧烷)柱性能测试色谱图

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						