


| | | | | |
|--|-----------------------------------|----|-----------------|----------|
|  | 文件名称：岛津 LC-20AT 型高效液相色谱仪期间核查作业指导书 | | 编号：GGPT-SOP-206 | |
| | 编制 | 丁明 | 发布实施日期 | 2016-4-1 |
| <p>1、目的 对高效液相色谱仪运行情况进行检查，保证其正常使用，确保检验数据准确可靠。</p> <p>2、范围 适用于高效液相色谱仪在两次检定之间或修理后的运行检查。</p> <p>3、依据 GGPT-SOP-231 岛津 LC-20AT 型高效液相色谱仪操作规程； 岛津 LC-20AT 中文使用说明书； 岛津高效液相色谱 LCsolution 工作站操作说明书； JJG 705-2002 液相色谱仪检定规程。</p> <p>4、核查条件</p> <p>4.1 环境条件</p> <p>4.1.1 安装仪器的房间应清洁无尘，无易燃、易爆和腐蚀性气体，室内排风良好。</p> <p>4.1.2 仪器应平衡地放在工作台上，便于操作，周围无强烈的机械振动和电磁干扰，仪器接地良好。</p> <p>4.1.3 环境温度 10~30℃，8 小时内温度波动不超过±3℃，相对湿度低于 85%。</p> <p>4.2 电源要求</p> <p>4.2.1 电源电压：220±22V</p> <p>4.2.2 电源频率：50±0.5Hz</p> <p>4.2.3 UPS 正常工作。</p> <p>4.3 仪器与试剂</p> <p>4.3.1 电子天平，最大称重 110g，最小分度 0.1mg。</p> <p>4.3.2 容量瓶 50mL</p> <p>4.3.3 甲醇（色谱纯）。</p> <p>4.3.4 纯水</p> | | | | |

4.3.5 $1 \times 10^{-4} \text{g/mL}$ 萘/甲醇标准溶液4.3.6 $1 \times 10^{-6} \text{g/mL}$ 硫酸奎宁/高氯酸水溶液 4.3.7 $1 \times 10^{-3} \text{g/mL}$ 丙三醇水溶液

5、技术要求和核查方法

5.1 技术要求:

5.1.1 定性测量重复性误差 (8 次测量) RSD 定性 $\leq 5\%$ 5.1.2 定量测量重复性误差 (8 次测量) RSD 定量 $\leq 3.0\%$

5.2 核查方法

将仪器各部分连接好, 选用分析型色谱柱, 根据仪器配置的检测器, 选择流动相和检测参数;

5.2.1 紫外检测器用 100% 甲醇为流动相, 流量为 1.0mL/min , 检测波长为 254nm , 灵敏度由检测器自定, 基线稳定后由进样器进样 $5 \sim 10 \mu\text{L}$ 的 $1 \times 10^{-4} \text{g/mL}$ 萘/甲醇标准溶液;

5.2.2 荧光检测器用 85% 甲醇水为流动相, 流量为 1.0mL/min , 激发波长和发射波长分别为 345nm 和 455nm , 灵敏度由检测器自定, 基线稳定后由进样器进样 $5 \sim 10 \mu\text{L}$ 的 $1 \times 10^{-6} \text{g/mL}$ 硫酸奎宁/高氯酸水溶液;

5.2.3 视差折光检测器用 100% 水为流动相, 流量为 1.0mL/min , 灵敏度由检测器自定, 基线稳定后由进样器进样 $5 \sim 10 \mu\text{L}$ 的 $1 \times 10^{-3} \text{g/mL}$ 丙三醇水溶液; 样品, 记录保留时间和峰面积, 连续测量 8 次, 按式 (1), 计算相对标准偏差 RSD (%)。

$$\text{RSD 定性 (定量)} = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}{(n-1) \times \frac{1}{\bar{x}}} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

RSD 定性 (定量) 即为定性定量测量重复性相对标准偏差。

式中: X_i ---- 第 i 次测得的保留时间或峰面积;

\bar{X} ---- n 次测得结果的算术平均值;

I ---- 测量序号;

n ---- 测量次数。

6、核查结果与处理

6.1 应做好仪器参数、方法、测试结果记录, 核查合格后方可使用。

6.2 发现性能达不到规定要求, 应做好记录, 按本中心《设备管理程序》执行。

6.3 本仪器期间核查周期为半年。

7、相关记录

亚森尔复生