

团 体 标 准

T/EJCCCSE XX-2024

制备液相色谱系统

Preparation type liquid chromatography system

(征求意见稿)

2024—XX—XX 发布

2024—XX—XX 实施

中国商业股份制企业经济联合会 发布

目 次

前言 3

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

 3.1 1

4 系统构成 1

 4.1 系统构成 1

 4.2 系统主要技术参数 1

 4.3 正常工作条件 2

5 技术要求 2

 5.1 外观 2

 5.2 整机性能 3

 5.3 流量设定值误差及流量稳定性 3

 5.4 线性梯度 3

 5.5 电气安全 3

 5.6 防爆要求 3

 5.7 外壳防护等级 3

6 试验方法 3

 6.1 试验条件 4

 6.2 外观 4

 6.3 整机性能 4

 6.4 流量设定值误差及流量稳定性 4

 6.5 线性梯度 5

 6.6 电气安全 5

 6.7 防爆 6

 6.8 外壳防护等级 6

7 检验规则 6

 7.1 检验分类 6

 7.2 组批 6

 7.3 出厂检验 6

7.4 型式试验 6

8 标志、包装、运输和贮存 6

8.1 标志 7

8.2 包装 7

8.3 运输和贮存 7

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》的规则起草。

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。

本文件由中国商业股份制企业经济联合会提出并归口。

本文件起草单位：常州瑞曦生物科技有限公司、南京和曦生物科技有限公司、维慕曦生物科技（常州）有限公司。

本文件主要起草人：李忠伟、焦灿、厉瑜。

本文件为首次制定。

制备液相色谱系统

1 范围

本文件规定了制备液相色谱系统的系统构成、技术要求、检验方法、检验规则、包装、运输和贮存。本文件适用于制备液相色谱系统（以下简称“系统”）。

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 3836.1 爆炸性环境 第1部分：设备 通用要求

GB 3836.5 爆炸性环境 第5部分：由正压外壳“p”保护的设备

GB/T 5226.1 机械电气安全 机械电气设备 第1部分：通用技术条件

GB/T 26792 高效液相色谱仪

3 术语和定义

下列术语和定义适合于本文件。

3.1

正压外壳 positive pressure shell

保持内部保护气体的压力高于外部环境大气压力的外壳。

4 系统构成

4.1 系统构成

制备液相色谱系统由制备泵、紫外—可见光检测器、色谱工作台、制备型动态混合器、动态轴向压缩柱、防爆柜、制备用启动工具包等单元构成。

4.2 系统主要技术参数

4.2.1 制备泵

密封性系统流路截止，系统压力达到或接近上限值的90%，保持10min，压力下降应 $\leq 3\text{MPa}$ 。

4.2.2 紫外—可见光检测器

主要技术参数如下：

a) 波长示值误差： $\pm 2\text{ nm}$ ；

- b) 波长重复性: $\leq 1 \text{ nm}$;
- c) 静态基线漂移: $\leq 5 \times 10^{-4} \text{ AU / h}$;
- d) 静态短期基线噪声: $\leq 3 \times 10^{-5} \text{ AU}$;
- e) 动态基线漂移: $\leq 1 \times 10^{-3} \text{ AU / h}$;
- f) 动态短期基线噪声: $\leq 5 \times 10^{-5} \text{ AU}$;
- g) 最小检测浓度: $\leq 2 \times 10^{-8} \text{ g / mL}$;
- h) 线性范围: $\geq 10^4$ 。

4.2.3 色谱柱恒温箱

主要技术参数如下:

- a) 温度设定值误差应不超过 $\pm 2^\circ\text{C}$;
- b) 控温稳定性应不大于 1°C/h 。

4.2.4 制备型动态混合器

主要技术参数如下:

- a) 腔体体积: $(260 \sim 1700) \mu\text{L}$;
- b) 最小体积 (小于混合体积): $260 \mu\text{L}$;
- c) 未填充填充物的体积 (动态): $880 \mu\text{L}$;
- d) 放入填充物后体积 (静态): $500 \mu\text{L}$;
- e) 滤网钼数: $3 \mu\text{m}$;
- f) 电源: $110 \text{ V} \sim 220\text{V}$ 。

4.2.5 动态轴向压缩柱

主要技术参数如下:

- a) 气压、油压表显示正常、稳定;
- b) 各阀门运行正确, 调节正常, 无渗漏;
- c) 动态轴向压缩柱密封性好, 活塞、端盖无泄漏;
- d) 柱筒粗糙度 $\leq 0.2 \mu\text{m}$ 。

4.3 正常工作条件

在下列条件下系统应能正常工作:

- a) 环境温度: $5^\circ\text{C} \sim 35^\circ\text{C}$;
- b) 相对湿度: $20\% \sim 80\%$;
- c) 大气压力: $86 \text{ kPa} \sim 106 \text{ kPa}$;
- d) 供电电源: 3 相 5 线交流 $380\text{V} \pm 38 \text{ V}$ 、 $50\text{Hz} \pm 1\text{Hz}$;
- e) 接地电阻 $\leq 4 \Omega$;
- f) 室内应有良好通风, 避免易燃、易爆和强腐蚀性气体及强烈的震动、电磁干扰等。

5 技术要求

5.1 外观

5.1.1 系统外表应平整光滑、字迹清晰, 表面涂覆色泽均匀, 不应有明显划痕、露底、裂纹、毛刺等现象。

5.1.2 各调节旋钮、按键、开关等工作应正常、无松动；指示、显示应清晰完整。

5.2 整机性能

5.2.1 定性测量重复性

应不大于 0.5%。

5.2.2 定量测量重复性

应不大于 3.0%。

5.3 流量设定值误差及流量稳定性

见表 1。

表 1 流量设定值误差及流量稳定性

流量设定值 F 大于 10mL/min	流量设定值误差 %	流量稳定性 %
系统最大流量的 20%	±2	±1.5
系统最大流量的 50%	±2	±1.5
系统最大流量的 80%	±3	±1.54

5.4 线性梯度

$R^2 \geq 0.99$ 。

5.5 电气安全

5.5.1 绝缘电阻

正常工作条件下绝缘电阻应大于 20 MΩ。

5.5.2 绝缘强度和泄漏电流

正常工作条件下，应能承受 1500 V 交流有效值连续 1 min 的电压试验，不应出现飞弧或击穿现象。泄漏电流应不大于 5 mA。

5.6 防爆要求

5.6.1 防爆柜性能应符合 GB 3836.1、GB 3836.5 的要求，并取得合法的防爆标志为 Ex 的防爆合格证。

5.6.2 柜内正压值 > 250Pa 时应能自动排气；柜内正压值在 50Pa~80Pa 范围时防爆柜蜂鸣器应能间歇报警；柜内正压值 < 50Pa 时防爆柜蜂鸣器应能连续报警。

5.7 外壳防护等级

应符合 GB4208 中 IP55 的规定。

6 试验方法

6.1 试验条件

应在下列条件下进行：

- a) 在正常工作条件下；
- b) 试验过程中室温变化应不超过 3℃。

6.2 外观

目视和手动检查。

6.3 整机性能

6.3.1 设备及试剂

设备及试剂应符合下列要求：

- a) 快速液相制备色谱仪一台；
- b) 色谱数据工作站一台；
- c) 1mL 规格注射器一支；
- d) 硅胶色谱柱一支：12g (21.2mm (ID) × 124.5 mm (L))，40-63 μm 或者 800g 正相硅胶柱 (78.2mm (ID) × 382.9 mm (L))，40-63 μm。
- e) 试样标准液：苯甲酸甲酯/邻苯二甲酸二甲酯/邻苯二甲酸二乙酯；
- f) 流动相：A 通道溶液：正己烷；B 通道溶液：乙酸乙酯。

6.3.2 试验程序

6.3.2.1 连接机器，色谱数据工作站与制备色谱仪无线连接，进入 ChemBeanGo App，设置样品信息和分离方法。将紫外检测器波长设定：UV1：254 nm；UV2：280 nm，输液泵流量设为 30mL/min。初始相润柱后进样（注入标准溶液 0.5 mL），记录保留时间，连续七次。

6.3.2.2 连接机器，色谱数据工作站与制备色谱仪无线连接，进入 ChemBeanGo App，设置样品信息和分离方法。将紫外检测器波长设定：UV1：254 nm；UV2：280 nm，输液泵流量设为 400mL/min。初始相润柱后进样（泵入标准溶液 50 mL），记录保留时间，连续七次。

6.4 流量设定值误差及流量稳定性

6.4.1 主要设备

主要设备应符合以下要求：

- a) 不低于二级(II)、实际分度值不大于 1 mg；
- b) 背压装置：在设定流量下可提供 3MPa 的背压；
- c) 合适规格的称量瓶。

6.4.2 试验程序

6.4.2.1 分别选取系统最大流量的 20%、50%、80%三个不同流量进行测定，设定流量，启动系统，系统流量和压力稳定以后，在流动相出口处用已称重洁净量杯收集流动相，并用天平称重，同时用秒表计时，收集时间为 3~5min。

6.4.2.2 按照式（1）计算流量设定值误差。

$$S_s = \frac{F_m - F_s}{F_s} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：
Ss —流量设定值误差，%；
Fm —流量实测值，单位为 mL/min；
Fs —流量设定值，单位为 mL/min。

6.4.2.3 按照式（2）计算流量稳定性：

$$SR = \frac{F_{max}}{F_{min}} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：
SR —流量稳定性，%；
Fmax—最大实测流量，单位为 mL/min；
Fmin—最小实测流量，单位为 mL/min。

6.5 线性梯度

6.5.1 设备及试剂

- 主要包括以下：
- a) 色谱数据工作站；
 - b) 背压装置：设定流量下可提供 3MPa 背压；
 - c) 流动相：水。

6.5.2 试验程序

6.5.2.1 按表 2 设置线性梯度。

表 2 线性梯度

时间	A (%)	B (%)
5	5	95
35	95	5

6.5.2.2 在 20%、40%、60%的流速下，压力保持在 3MPa 的条件下进行梯度测定。并在测试过程中记录 A、B 流速曲线；每 0.5min 从图中读取每个点的流速；最后依据时间和流速的数值作 excel 表格，得到线性曲线并计算出 R²。

6.6 电气安全

6.6.1 绝缘电阻

在不工作状态下，电源开关置于接通位置，用绝缘电阻表在电源插头的相、中连线和机壳（零线）之间施加 500 V 直流试验电压，稳定 5 s 后测量绝缘电阻。

6.6.2 绝缘强度和漏电电流

在不工作状态下，电源开关置于接通位置，将耐电压测试仪的击穿电流置于 5 mA 挡，在电源插头的相、中连线和机壳（零线）之间施加试验电压，试验电压应在 5 s~10 s 内从 0 逐渐上升到 1500V，保持 1 min，然后在 5 s~10 s 内平稳下降到零，泄漏电流应不大于 5mA。

6.7 防爆

目视检查是否具有 Ex 防爆标志。设置正压值后观察排气和蜂鸣情况。

6.8 外壳防护等级

按 GB4208 的规定进行防尘、防水试验。

7 检验规则

7.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 组批

以同型号、同批次稳定连续生产的产品为 1 批，批量为 50 台，不足 50 台亦为一批。

7.3 出厂检验

7.3.1 每套系统均应进行出厂检验合格，并附有系统检验合格证明方能出厂。

7.3.2 出厂检验项目为外观、整机性能、电气安全。

7.3.3 出厂检验项目中，电气安全项不合格不得复检，其它若有不合格项时允许复检，若复检结果仍不合格，则判出厂检验不合格。

7.4 型式试验

7.4.1 有下列情况之一时应进行型式检验：

- 新产品试制或老产品转厂生产的定型鉴定；
- 产品正式生产后，结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能；
- 产品停产一年后恢复生产；
- 出厂检验结果与上次型式检验差异较大时；
- 行业主管部门提出型式检验的要求时。

7.4.2 型式检验的项目为本文件第 5 章规定的全部项目。

7.4.3 型式检验项目全部合格，则判该批产品型式检验合格；否则判不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

每套系统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) 系统型号；
- c) 系统名称；
- d) 系统输入电压、频率、功率；
- e) 商标；
- f) 制造日期、系统编号；
- g) 其他国家法律法规规定的标识。

8.2 包装

8.2.1 包装应包含如下信息：

- a) 制造厂名称和地址；
- b) 系统名称；
- c) 商标；
- d) 系统质量，单位 kg；
- e) 外形尺寸：长×宽×高，单位为 mm×mm×mm；
- f) 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；
- g) 发货、收货单位名称和地址；
- h) 其他国家法律法规规定的标识。

8.2.2 产品内包装用泡沫塑料，外包装用木箱。

8.2.3 产品出厂时应随机携带合格证、使用说明书、装箱清单、备附件。

8.3 运输和贮存

8.3.1 产品可用一般交通工具，运输中应避免日晒雨淋和剧烈碰撞。

8.3.2 产品应贮存在通风干燥的室内。
