



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 25963—2010

## 含脂肪酸甲酯中间馏分芳烃含量的测定 示差折光检测器高效液相色谱法

Determination of aromatic hydrocarbon types in middle distillates containing  
fatty acid methyl esters—High performance liquid chromatography method  
with refractive index detection

2011-01-10 发布

2011-05-01 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

本标准修改采用欧洲标准 EN 12916:2006《石油产品 中间馏分芳烃含量测定法 示差折光检测器高效液相色谱法》。

本标准根据 EN 12916:2006 重新起草。

为了适合我国国情,本标准在采用 EN 12916:2006 时进行了修改。本标准与 EN 12916:2006 的结构差异为:本标准 13.1 第 1 段的内容对应 EN 12916:2006 第 1 章第 3 段的内容;其余章条结构无差异。本标准与 EN 12916:2006 的主要差异如下:

- 将 EN 12916:2006 中第 1 章范围中的警告内容置于本标准的开始部分,以符合我国标准编写规定;
- 将 EN 12916:2006 第 2 章中的引用标准 EN 14214《车用燃料 用于柴油机的脂肪酸甲酯 (FAME) 要求和测试方法》,用我国相应国家标准 GB/T 20828《柴油机燃料调合用生物柴油(BD100)》代替,以方便使用。

本标准还作了如下编辑性修改:

- 删除了 EN 12916:2006 中目次和前言的内容。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油燃料和润滑剂分技术委员会(SAC/TC 280/SC 1)归口。

本标准起草单位:中国石化集团洛阳石油化工工程公司。

本标准主要起草人:林玉、白正伟、李铎。

# 含脂肪酸甲酯中间馏分芳烃含量的测定

## 示差折光检测器高效液相色谱法

**警告:**本标准涉及某些危险的材料、操作和设备,但是并未对与此有关的安全问题提出建议。用户在使用本标准前,应建立适当的安全防护措施,并制订相应的规章制度。

### 1 范围

本标准规定了用高效液相色谱法测定含脂肪酸甲酯(FAME)体积分数小于5%的柴油和馏程在150℃~400℃的石油馏分中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量的方法。多环芳烃含量由双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得,总芳烃含量由单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得。

本标准适用于测定含脂肪酸甲酯(FAME)体积分数小于5%的柴油和馏程在150℃~400℃的石油馏分中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量。在试样单环芳烃含量(质量分数)为6%~30%,双环芳烃含量(质量分数)为1%~10%,三环+芳烃含量(质量分数)为0~2%,多环芳烃含量(质量分数)为1%~12%,总芳烃含量(质量分数)为7%~42%的范围,进行了方法精密度确定。试样中含有硫、氮和氧的化合物可能对测定结果有影响。单烯烃对测定结果无影响,但是共轭二烯烃和共轭多烯烃,可能对测定结果有影响。

注1:在本标准中,用%(质量分数)表示质量百分含量,%(体积分数)表示体积百分含量。

注2:通常,芳烃类型是根据它们在特定的液相色谱柱上的洗脱性质与模型化合物相比较来定义的,单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃的含量用外标物的工作曲线进行定量。本标准中单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃各用一个单独的芳烃化合物作为外标物,这些化合物可能代表(也许不能代表)样品中存在的芳烃。其他方法对每种芳烃类型的定义和定量与本方法可能不同。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998,eqv ISO 3170:1988)

GB/T 12806—199 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)

GB/T 20828 柴油机燃料调合用生物柴油(BD100)

SY/T 5317 石油液体管线自动取样法(SY/T 5317—2006,ISO 3171:1988,IDT)

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**非芳烃 non-aromatic hydrocarbon**

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数单环芳烃短的化合物。

#### 3.2

**单环芳烃 mono-aromatic hydrocarbon**

**MAH**

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数非芳烃长但是比大多数双环芳烃短的化合物。

3.3

双环芳烃 di-aromatic hydrocarbon

DAH

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数单环芳烃长但是比三环<sup>+</sup>芳烃短的化合物。

3.4

三环<sup>+</sup>芳烃 tri<sup>+</sup>-aromatic hydrocarbon

T<sup>+</sup>AH

定义为在特定的极性柱上,保留时间比大多数双环芳烃长但是比蒎短的化合物。

3.5

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbon

POLY-AH

定义为双环芳烃(DAH)和三环<sup>+</sup>芳烃(T+AH)的和。

3.6

总芳烃 total aromatic hydrocarbon

定义为单环芳烃(MAH)、双环芳烃(DAH)、三环<sup>+</sup>芳烃(T+AH)的和。

注:已公开和未公开的数据表明各种类型的烃类主要组成如下:

- a) 非芳烃:非环烷烃和环烷烃(链烷烃、环烷烃)、单烯烃(如果存在);
- b) 单环芳烃:苯、四氢萘和更高的环烷基苯(如八氢菲)、噻吩、苯乙烯、共轭多烯烃;
- c) 双环芳烃:萘、联苯、茚、芴、蒹、苯并噻吩、二苯并噻吩;
- d) 三环<sup>+</sup>芳烃:菲、苝、荧蒹、蒎、苯并菲、苯并蒹。

3.7

脂肪酸甲酯 fatty acid methyl ester

FAME

由动植物油脂与甲醇经酯交换反应制得的脂肪酸甲酯,以 BD100 表示。

4 方法概要

已知量的试样用正庚烷稀释后,取一定量的试样溶液注入装有极性柱的高效液相色谱系统。极性柱对非芳烃几乎没有亲和力而对芳烃有很好的选择性。因此,芳烃与非芳烃被分开,并根据环的结构分离成单环芳烃、双环芳烃和三环<sup>+</sup>芳烃的谱带。

色谱柱连接到示差折光检测器上,当组分被洗脱出来后进行检测。从检测器产生的电信号被数据处理器持续监测。由试样溶液中芳烃产生的信号大小与预先测定的标准溶液的信号进行对比,计算出单环芳烃、双环芳烃和三环<sup>+</sup>芳烃含量。多环芳烃含量由双环芳烃和三环<sup>+</sup>芳烃含量加和求得,总芳烃含量由单环芳烃、双环芳烃和三环<sup>+</sup>芳烃含量加和求得。

5 试剂和材料

**警告:**在处理芳烃化合物时应该戴防护手套。

注:尽量采用能得到的最高纯度的标准试剂,液相色谱级试剂可以从供应商处购买。

5.1 环己烷:纯度(质量分数)不低于 99%。

注:环己烷可能含有苯杂质。

5.2 正庚烷:高效液相色谱(HPLC)级,作为液相色谱流动相。

注1:流动相的批与批之间水分含量、黏度、折光指数和纯度的变化可能会导致不可预测的柱行为,对流动相脱水(如通过活化的 5 A 分子筛)和过滤有助于降低微量杂质的影响。

注2:推荐对流动相脱气,可以采用氮气吹扫、真空脱气或者超声波搅动。脱气不好可能导致负峰。

- 5.3 十二烷基苯,纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.4 邻二甲苯:纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.5 六甲基苯:纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.6 萘:纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.7 芴:纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.8 菲:纯度(质量分数)不低于 98%。
- 5.9 二苯并噻吩:纯度(质量分数)不低于 95%。
- 5.10 9-甲基蒽:纯度(质量分数)不低于 95%。
- 5.11 蒾:纯度(质量分数)不低于 95%。
- 5.12 脂肪酸甲酯,符合 GB/T 20828 的要求。

## 6 仪器

6.1 液相色谱仪:可以使流动相以 0.5 mL/min~1.5 mL/min 的流速进入系统、在第 8 章规定的条件下精密度优于 0.5%、波动小于满偏刻度 1%的任何高效液相色谱仪都可以使用。

6.2 进样系统:能够注入 10  $\mu$ L 试样溶液,重复性优于 1%的进样系统都可以使用。

注 1:试样溶液和标准溶液推荐采用相同的进样量。只要操作正确,满足重复性要求的手动和自动进样系统(可以是部分充满进样环也可以是全部充满进样环)都可以使用。当采用部分充满进样方式时,推荐进样量要小于环体积的一半。当采用全部充满进样方式时,至少充满进样环 6 次才能获得好的结果。

进样系统的重复性可以通过至少注射 4 次系统校正标准溶液(见 8.3),然后比较它们的峰面积求得。

注 2:进样量可以不是 10  $\mu$ L(一般是 3  $\mu$ L~20  $\mu$ L),只要满足进样重复性要求、示差折光检测器的灵敏度和线性要求(见 9.4)和柱分辨率要求(见 8.9),都可以使用。

6.3 试样过滤器:如果需要(见 10.1),推荐采用孔径不大于 0.45  $\mu$ m 的微过滤器除去试样溶液中的颗粒,要求微过滤器对烃类溶剂是惰性的。

6.4 柱系统:只要满足 8.6、8.7 和 8.9 规定的分辨率要求,任何填充有氨基键合(或者极性氨基/氰基键合)的硅胶固定相、粒径为 3  $\mu$ m、5  $\mu$ m 或者 10  $\mu$ m 的高效液相色谱不锈钢柱都可以使用。参考附录 A 来选用合适的柱子。

6.5 温度控制:高效液相色谱柱温箱要求能够在 20  $^{\circ}$ C~40  $^{\circ}$ C 范围内保持恒温( $\pm 1$   $^{\circ}$ C),可以采用加热块、空气循环或者其他恒温方法,如恒温实验室。

注:示差折光检测器对流动相温度的突然或者逐渐变化都很敏感,建议采取相应的措施保持高效液相色谱系统温度恒定。根据固定相对温度进行预先进行优化。

6.6 示差折光检测器:折光指数检测范围在 1.3~1.6 内、在测定范围内线性响应并能输出合适的信号到数据系统的示差折光检测器都可以使用。

注:如果示差折光检测器有单独的温控装置,将它设定到与柱温箱相同的温度。

6.7 计算机或积分仪:只要与示差折光检测器相匹配、最小采集速率 1 Hz、能测量峰面积和保留时间的数据系统都可以使用。数据系统要能进行如基线校正和重新积分等后处理基本功能。

注:推荐采用能进行自动峰检测和识别并可以从峰面积计算试样浓度的数据系统,但这不是必须的。

6.8 容量瓶:容量为 10 mL 和 100 mL,准确度满足 GB/T 12806 规定的 B 级要求。

6.9 分析天平:感量为 0.1 mg。

## 7 取样

用于实验室分析的试样要有代表性,除非在产品标准中另有说明,试样应根据 GB/T 4756 或 SY/T 5317 或者等同的方法取得。

## 8 仪器准备

8.1 根据相应的手册连接(见图1)液相色谱仪(6.1)、进样系统(6.2)、色谱柱(6.4)、示差折光检测器(6.6)、积分仪(6.7)。如果有柱温箱(6.5),色谱柱要装在柱温箱中。进样阀要与试样溶液的温度相同,通常是室温。

注:为保持系统稳定,建议对液相色谱仪以及组件进行定期维护。过滤器、过滤器板、注射器针头、进样阀的泄漏或者部分堵塞都会引起流动相的流速不稳或者进样系统的进样量重复性变差。

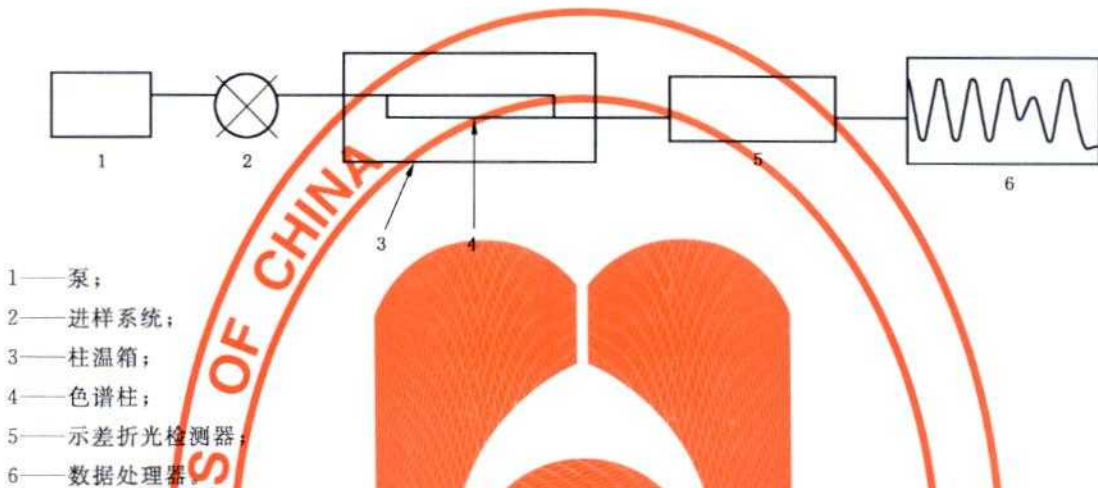


图1 液相色谱示意图

8.2 调节流动相的流速在0.8 mL/min至1.2 mL/min之间并保持恒定,保证示差折光检测器的参考池内充满流动相(见注)。如有温控装置,保持色谱柱的温度和示差折光检测器的温度稳定。

注:保持参考池内充满流动相,可以使基线漂移最小。有两种合适的方法:1)在分析前使流动相通过参考池,然后封闭以防止挥发。2)持续向参考池以恒定的流速补充流动相以补偿溶剂的挥发。预先优化补充流速以便使由液体挥发(参考池)、温度或压力梯度(参考池或者分析池,取决于检测器类型)引起的参考池和分析池的不匹配最小。对一些检测器,可以把补充流速设置为分析流速的十分之一来满足要求。

8.3 配制系统校正标准溶液1(SCS1):称量1.0 g±0.1 g环己烷(5.1)、0.1 g±0.01 g十二烷基苯(5.3)、0.5 g±0.05 g邻二甲苯(5.4)、0.1 g±0.01 g六甲基苯(5.5)、0.1 g±0.01 g萘(5.6)、0.05 g±0.005 g二苯并噻吩(5.9)、0.05 g±0.005 g 9-甲基蒽(5.10),精确到0.000 1 g,置于100 mL容量瓶中,用超声波的方法使所有组分溶解于环己烷和邻二甲苯中,用正庚烷稀释至刻度。

注:如果容量瓶密封较好,且在冷暗条件下保存(如冰箱中),系统校正标准溶液SCS1可以使用一年。

8.4 配制系统校正标准溶液2(SCS2):称量0.4 g±0.1 gFAME(5.12)、0.04 g±0.01 g蒯(5.11),精确到0.000 1 g,置于100 mL容量瓶中,用正庚烷(5.2)补充至刻度,用超声波的方法并保持温度在35℃溶解标准溶液,确保组分全部溶解,没有残留。

注1:25 min可以确保组分全部溶解。

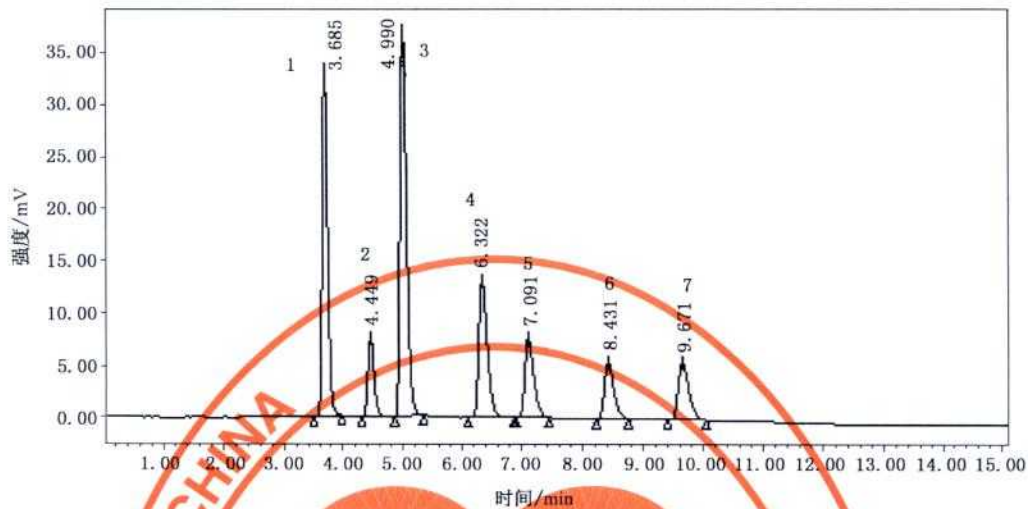
注2:如果容量瓶密封较好,且在冷暗条件下保存(如冰箱中),系统校正标准溶液SCS2可以使用一年。

8.5 操作条件稳定后(基线水平后),向色谱进样系统注入10 μL系统校正标准溶液SCS1(8.3),记录谱图,确保在分析周期内,基线漂移不应超过环己烷峰高的0.5%。

注:如果超出此值,可能是色谱柱和示差折光检测器的温控有问题,和(或)色谱柱上的极性材料流失。

8.6 确保系统校正标准溶液SCS1的组分按照以下顺序流出:环己烷、十二烷基苯、邻二甲苯、六甲基苯、萘、二苯并噻吩和9-甲基蒽。

8.7 确保所有组分达到基线分离(见图2)。



- 1—环己烷；  
2—十二烷基苯；  
3—邻二甲苯；  
4—六甲基苯；  
5—萘；  
6—二苯并噻吩；  
7—9-甲基蒽。

图2 系统校正标准溶液色谱图

8.8 测量环己烷、十二烷基苯、邻二甲苯、六甲基苯、萘、二苯并噻吩和9-甲基蒽的保留时间。

8.9 确保环己烷和邻二甲苯的分辨率在5.7~10之间(见11.2)。

8.10 用11.3条所述的方法确定切割时间。

8.11 确保系统校正标准溶液SCS2(8.4)样品均匀,向色谱进样系统注入10  $\mu\text{L}$  SCS2标准溶液,使蒽刚好在FAME的第一个峰前流出或者与其一起流出。

确保蒽的保留时间比9-甲基蒽长。

注:开始使用新的色谱柱,色谱柱使用一段时间活性下降或者要分析含FAME的试样时,先用系统校正标准溶液SCS2检查色谱柱的性能。

## 9 校正

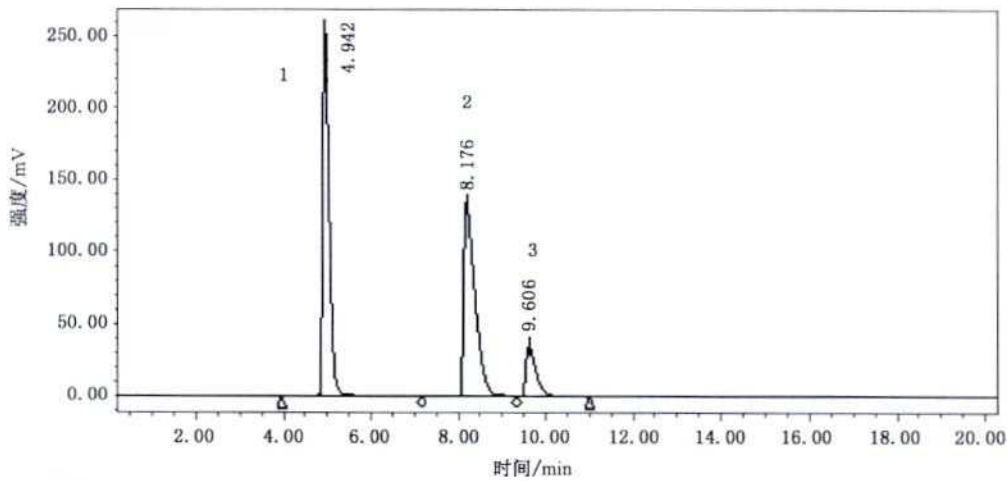
9.1 参照表1的浓度配制标准溶液A、B、C和D,称量标准物质,精确到0.000 1 g,并置于100 mL容量瓶中,用正庚烷(5.2)稀释至刻度。

注:如果容量瓶(如100 mL容量瓶)密封较好,且在冷暗条件下保存(如冰箱中),标准溶液可以使用六个月。

9.2 操作条件稳定后(见8.4),进10  $\mu\text{L}$ 标准溶液A,记录谱图,测量各个标准物质的峰面积(见图3)。

表1 标准溶液的浓度

标准物质	邻二甲苯 g/100 mL	芴 g/100 mL	菲 g/100 mL
A	4.0	2.0	0.4
B	1.0	1.0	0.2
C	0.25	0.25	0.05
D	0.05	0.02	0.01



- 1—邻二甲苯；  
2—芴；  
3—菲。

图3 标准溶液A色谱图

9.3 用标准溶液B、C、D重复9.2的步骤,如果标准溶液D中的菲面积太小不能准确测量,制备一个新的、含有较高浓度菲的标准溶液D<sup>+</sup>(如0.02 g/100 mL)。

9.4 用各个芳烃标准物质(邻二甲苯、芴、菲)的浓度(g/100 mL)对峰面积作图。工作曲线应为直线,相关系数要大于0.999,截矩要小于±0.01 g/100 mL。

注:可以用计算机或数据处理系统来制作工作曲线。

## 10 试验步骤

10.1 称量0.9 g~1.1 g(精确到0.001 g)试样,置于10 mL容量瓶中,用正庚烷(5.2)稀释至刻度。用力摇动使试样溶液混合均匀后,放置10 min,如果有必要,过滤除去试样溶液中的颗粒物(6.3)。

有些试样的芳烃浓度超出工作曲线范围,要根据情况配制更浓(如2 g/10 mL)或更稀(如0.5 g/10 mL)的试样。

注:如果采用了与上述不同的稀释倍数,可能会使保留时间和算出的含量改变。

10.2 当操作条件稳定(见8.4)且与制作工作曲线时的条件相同时(第9章),向色谱进样系统注入10 μL试样溶液(10.1),采集数据。

10.3 正确区分单环芳烃、双环芳烃和三环<sup>+</sup>芳烃:

- 单环芳烃的保留时间在 $t_b$ 点和 $t_c$ 点之间(见11.3);
- 双环芳烃的保留时间在 $t_c$ 点和 $t_d$ 点之间(见11.3);
- 三环<sup>+</sup>芳烃的保留时间在 $t_d$ 点和 $t_e$ 点之间(见11.3)。

10.4 从非芳烃峰的开始处(图4中A,  $t_a$ )到三环<sup>+</sup>芳烃峰的刚结束处(图4中E,  $t_e$ )作基线,在E处信号回到基线值(等于经过补偿基线漂移后A点处的值,8.5)。

如果试样溶液不含双环芳烃和(或)三环<sup>+</sup>芳烃,E点应该前移,只要信号回到基线值(等于经过补偿基线漂移后A点处的值,8.5)。

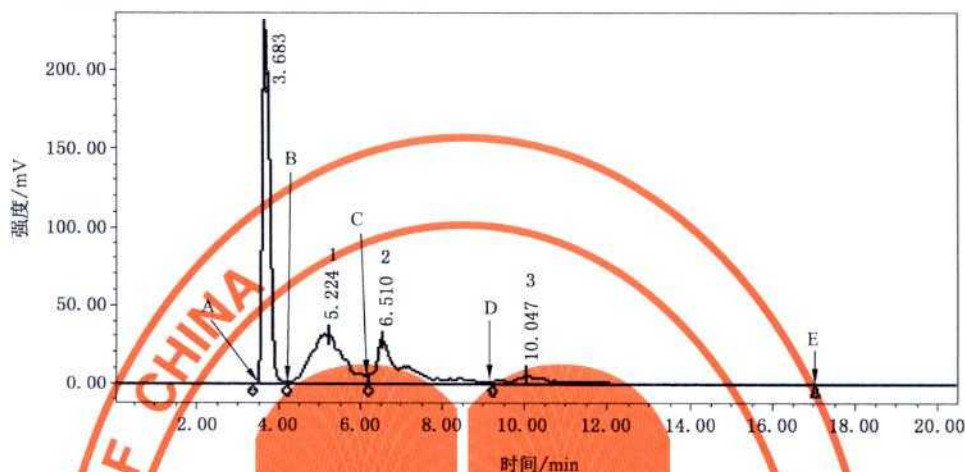
10.5 从非芳烃峰和单环芳烃峰的峰谷处(图4中B,  $t_b$ )作基线的垂线(10.4),如果有很多峰谷,选择离 $t_b$ 最近的那个(见11.3)。

10.6 从单环芳烃峰和双环芳烃峰的峰谷处(图4中C,  $t_c$ )作基线的垂线(10.4),如果有很多峰谷,选择离 $t_c$ 最近的那个(见11.3)。

10.7 从双环芳烃峰和三环<sup>+</sup>芳烃峰的峰谷处(图4中D,  $t_d$ )作基线的垂线(10.4),如果有很多峰谷,选择离 $t_d$ 最近的那个(见11.3)。



- 10.8 从 B 点到 C 点进行积分,此为单环芳烃。
- 10.9 从 C 点到 D 点进行积分,此为双环芳烃。
- 10.10 从 D 点到 E 点进行积分,此为三环+芳烃。
- 10.11 如果色谱数据处理是自动进行的,要检查峰识别和峰面积积分是否正确。



- 1——单环芳烃;
- 2——双环芳烃;
- 3——三环+芳烃。

图 4 柴油试样色谱图

## 11 计算

### 11.1 标准物质的保留时间

从系统校正标准溶液 SCS1(8.7)的色谱图上测得的保留时间是:

- 环己烷的保留时间( $t_1$ ),s;
- 十二烷基苯的保留时间( $t_2$ ),s;
- 邻二甲苯的保留时间( $t_3$ ),s;
- 六甲基苯的保留时间( $t_4$ ),s;
- 萘的保留时间( $t_5$ ),s;
- 二苯并噻吩的保留时间( $t_6$ ),s;
- 9-甲基蒽的保留时间( $t_7$ ),s。

### 11.2 柱分辨率

环己烷和邻二甲苯的分辨率  $R$  由式(1)计算:

$$R = \frac{2(t_3 - t_1)}{1.699(y_1 + y_3)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $t_1$ ——环己烷的保留时间,单位为秒(s);
- $t_3$ ——邻二甲苯的保留时间,单位为秒(s);
- $y_1$ ——环己烷的半峰宽,单位为秒(s);
- $y_3$ ——邻二甲苯的半峰宽,单位为秒(s);
- 2——平均峰宽系数 1/2 的倒数;

1.699——峰宽/半峰宽的系数。

### 11.3 切割时间

切割时间由下述方法确定:

$t_a$  是基线上刚好在非芳烃峰前的那一点;

$$t_b = 0.5(t_1 + t_2);$$

$t_c$  是  $t_4$ ;

$$t_d = t_5 + 0.4(t_7 - t_6);$$

$t_e$  是基线上所有三环+芳烃峰后的那一点。

11.4 各类芳烃的含量

单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量(质量分数) $C$ ,用数据系统直接得到或者由式(2)计算:

$$C = \frac{[(A \times S) + I] \times V}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$A$  ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的峰面积;

$S$  ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的工作曲线的斜率(g/100 mL 对峰面积);

$I$  ——单环芳烃或双环芳烃或三环+芳烃的工作曲线的截距;

$m$  ——试样量,单位为克(g)(10.1);

$V$  ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL)(10.1)。

11.5 多环芳烃和总芳烃的含量

试样中多环芳烃含量由双环芳烃含量和三环+芳烃含量加和求得(即 DAH 和 T+AH 之和);总芳烃含量由单环芳烃、双环芳烃和三环+芳烃含量加和求得(即 MAH,DAH 和 T+AH 之和),各类芳烃含量均以 %(质量分数)表示。

12 结果表示

报告单环芳烃、双环芳烃、三环+芳烃、多环芳烃和总芳烃含量,均以质量分数表示,精确到 0.1%。

13 精密度

13.1 总述

本标准用单环芳烃含量(质量分数)为 6%~30%,双环芳烃含量(质量分数)为 1%~10%、三环+芳烃含量(质量分数)为 0~2%、多环芳烃含量(质量分数)为 1%~12%、总芳烃含量(质量分数)为 7%~42%范围,含有 FAME 和不含 FAME 的柴油确定精密度。

用下述规定判断试验结果的可靠性(95%置信水平)。

13.2 重复性

同一操作者用同一仪器对同一试样重复测定的两个结果之差不应大于表 2 的值。

13.3 再现性

不同操作者在不同的实验室对同一试样各自测定,所得两个单一和独立结果之差不应大于表 2 的值。

表 2 精密度

芳烃类型	含量(质量分数)/%	重复性(质量分数)/%	再现性(质量分数)/%
单环芳烃	6~30	0.032X-0.161	0.144X-0.344
双环芳烃	1~10	0.151X-0.036	0.363X-0.087
三环+芳烃	0~2	0.092X+0.098	0.442X+0.471
多环芳烃	1~12	0.074X+0.186	0.185X+0.465
总芳烃	7~42	0.040X-0.070	0.172X-1.094

注: X 为所比较的两个结果的平均值(质量分数),%。

#### 14 试验报告

试验报告至少包括以下内容：

- 试样名称；
- 使用标准；
- 试验结果(见第 12 章)；
- 与规定步骤的偏离；
- 试验日期。

附录 A  
(资料性附录)  
色谱柱选择和使用

比较适用的色谱柱的柱长为 150 mm~300 mm、内径为 4 mm~5 mm。最好采用保护柱(如规格为 4.6 mm×30 mm,装有氨基键合的硅胶柱),并定期更换。

一些商品固定相由于批与批之间的差别,会使柱分辨率和对芳烃的选择性有差异。因此建议实验室在购买色谱柱前要对每根色谱柱进行测试,确保满足分辨率和选择性的最低要求。

新色谱柱里的流动相可能与本标准不同,因此应该用本标准中的流动相进行冲洗老化。推荐最少要在 1 mL/min 的流速下冲洗 2 h,但是有时需要冲洗 2 d。也可以在低流速下(0.25 mL/min)至少冲洗 12 h。

在进行精密度测试时采用的色谱柱都能够在长时间内保持稳定,柱寿命可以达到 2 y 甚至更长。但是,在缺乏相应的质控手段时,色谱柱性能的细小变化可能无法察觉。推荐日常记录柱前压和标准物质的保留时间并用作系统和色谱柱性能的检测手段。建议参加实验室比对和(或)采用质量控制试样评价色谱柱性能。

使用过的色谱柱,如果不能满足本标准要求,可以用极性溶剂(如二氯甲烷,1 mL/min 的流速下冲洗 2 h)反冲洗,然后像新色谱柱那样老化。在废弃旧色谱柱前,要仔细检查色谱系统的死体积和色谱柱以外的组件是否泄漏或堵塞,因为过滤器、过滤器板、注射器针头、管路、密封圈、进样阀的问题也会引起系统性能变差。

中华人民共和国  
国家标准  
含脂肪酸甲酯中间馏分芳烃含量的测定  
示差折光检测器高效液相色谱法  
GB/T 25963—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

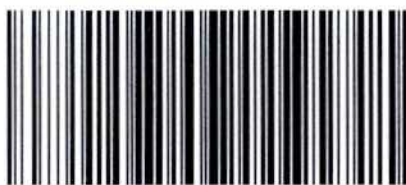
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字  
2011年4月第一版 2011年4月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-42086 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 25963-2010