

LS

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T XXXXX—XXXX

粮油检验 大米中矿物油的测定

Inspection of Grain and Oils—Determination of Mineral Oil Hydrocarbons in Rice

(征求意见稿)

XXXX—XX—发布

XXXX—XX—XX 实施

国家粮食和物资储备局 发布

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》的规定起草。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：北京市科学技术研究院分析测试研究所（北京市理化分析测试中心）、北京市粮油食品检验所、国粮武汉科学研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：武彦文、刘玲玲、李冰宁、尚艳娥、谢健、刘美辰。

粮油检验 大米中矿物油的测定

1 范围

本文件规定了大米中矿物油的气相色谱测定方法（第一法）及液相色谱-气相色谱联用测定方法（第二法）。

本文件适用于大米中矿物油的测定。其中第一法的定量限为2.5 mg/kg；第二法为0.1 mg/kg。

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 5491 粮食、油料检验扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

矿物油 mineral oil hydrocarbons, MOH

石油经过物理分离（如常压、减压蒸馏等）、化学转化（如裂解、氢化、烷基化和异构化等）和/或煤、天然气或生物质经过液化合成等过程，形成的一定碳数范围（C₁₀~C₅₀）碳氢化合物的总称。可分为饱和烃矿物油和芳香烃矿物油两大类。

3.2

饱和烃矿物油 mineral oil saturated hydrocarbons, MOSH

直链、支链烷烃以及（烷基取代的）环烷烃的总称。

3.3

芳香烃矿物油 mineral oil aromatic hydrocarbons, MOAH

含有至少1个苯环的（烷基取代的）芳香烃总称。

3.4

UCM 鼓包峰 unsolved complex mixture with hump peaks

矿物油中含有数以万计不同结构类型的化合物，其气相色谱图呈无法分离的复杂化合物（UCM）鼓包峰。

第一法 气相色谱法

4 原理

大米中的矿物油经正己烷提取、浓缩，银渍硅胶固相萃取柱净化、分离，得到饱和烃矿物油与芳香烃矿物油，分别浓缩后以配备氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定，内标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 正己烷 (C₆H₁₄, CAS 号: 110-54-3): 农残级。

注: 正己烷的纯度检查: 量取200 mL正己烷, 加入10 μL饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液(5.4.1.2)和2滴马来酸双(2-乙基己基)酯(5.1.6), 减压浓缩约1000倍(即浓缩至0.2 mL), 取1 μL注入气相色谱仪测定。要求正己烷浓缩液中矿物油的含量不超过10 mg/L。

5.1.2 硅胶(CAS 号: 112926-00-8): 100~200 目或 60~200 μm, 使用前置于马弗炉, 以(400±25) °C 活化 16 h, 冷却、取出, 放在干燥器中, 1 个月内使用。

5.1.3 硝酸银(AgNO₃, CAS 号: 7761-88-8)。

5.1.4 二氯甲烷(CH₂Cl₂, CAS 号: 75-09-2): 农残级。

注: 二氯甲烷的纯度检查: 量取200 mL二氯甲烷, 加入10 μL饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液(5.4.1.2)和2滴马来酸双(2-乙基己基)酯(5.1.6), 减压浓缩至近干, 用0.2 mL正己烷复溶, 取1 μL注入气相色谱仪测定, 要求二氯甲烷浓缩液中矿物油的含量不超过10 mg/L。

5.1.5 甲苯(C₆H₁₄, CAS 号: 108-88-3): 色谱纯。

5.1.6 马来酸双(2-乙基己基)酯(C₂₀H₃₆O₄, CAS 号: 142-16-5)。

5.2 试剂配制

5.2.1 正己烷-二氯甲烷-甲苯混合溶剂(75+20+5, 体积比): 分别量取 75 mL 正己烷(5.1.1)、20 mL 二氯甲烷(5.1.4)和 5 mL 甲苯(5.1.5)于烧杯中, 混匀。现用现配。

5.2.2 硝酸银溶液(10 g/L): 准确称取 1 g(精确到 0.01 g)硝酸银(5.1.3)于铝箔包裹外壁的烧杯中, 加入 100 mL(精确到 1 mL)水溶解、混匀。现用现配。

5.3 标准品

5.3.1 正十一烷(C₁₁H₂₄, CAS 号: 1120-21-4): 纯度≥98.0%。

5.3.2 正十三烷(C₁₃H₂₈, CAS 号: 629-50-5): 纯度≥97.0%。

5.3.3 环己基环己烷(C₁₂H₂₂, CAS 号: 92-51-3): 纯度≥99.0%。

5.3.4 戊基苯(C₁₁H₁₆, CAS 号: 538-68-1): 纯度≥96.0%。

5.3.5 1-甲基萘(C₁₁H₁₀, CAS 号: 90-12-0): 纯度≥95.0%。

5.3.6 2-甲基萘(C₁₁H₁₀, CAS 号: 91-57-6): 纯度≥97.0%。

5.3.7 1,3,5-三叔丁基苯(C₁₈H₃₀, CAS 号: 1460-02-2)。

5.3.8 5α-胆甾烷(C₂₇H₄₈, CAS 号: 481-21-0): 纯度≥97.0%。

5.3.9 芘(C₂₀H₁₂, 又名二萘嵌苯, CAS 号: 198-55-0): 纯度≥99.0%。

注：正十一烷、戊基苯分别用于监测饱和烃矿物油与芳香烃矿物油的挥发损失情况。环己基环己烷为饱和烃矿物油的定量内标物，正十三烷用于监测环己基环己烷的色谱峰响应值是否准确；相应地，2-甲基萘和1-甲基萘分别用于芳香烃矿物油的内标物及其响应值监测。5 α -胆甾烷、1,3,5-三叔丁基苯和芘是监测净化、分离情况的标记物，其中5 α -胆甾烷指示饱和烃矿物油的流出末端，1,3,5-三叔丁基苯和芘分别指示芳香烃矿物油的流出前端和末端。

5.3.10 n -C₁₀~ n -C₄₀ 正构烷烃混合溶液(1000 mg/L)：分别含有质量浓度 1000 mg/L 的 n -C₁₀、 n -C₁₁、……、 n -C₃₉、 n -C₄₀，用于仪器性能考察，也可直接购买有证标准物质。

5.3.11 n -C₁₀~ n -C₅₀ 碳数保留时间溶液(100 mg/L)：分别含有质量浓度 100 mg/L 的 n -C₁₀、 n -C₁₁、 n -C₁₃、 n -C₁₆、 n -C₂₀、 n -C₂₄、 n -C₂₅、 n -C₃₅、 n -C₄₀ 和 n -C₅₀，用于矿物油积分计算时划分碳数范围，也可直接购买有证标准物质。

5.3.12 液体石蜡（CAS 号：8012-95-1）：纯度 \geq 99.0%。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 饱和烃与芳香烃矿物油（MOSH/MOAH）混合标准溶液

5.4.1.1 单个标准储备溶液（10 mg/mL）：准确称取按其纯度折算为 100%质量的正十一烷（5.3.1）、正十三烷（5.3.2）、环己基环己烷（5.3.3）、戊基苯（5.3.4）、1-甲基萘（5.3.5）、2-甲基萘（5.3.6）、1,3,5-三叔丁基苯（5.3.7）各 100 mg（精确至 0.1 mg），分别置于 10 mL 容量瓶中，用甲苯溶解、定容、混匀。4℃下避光保存，6 个月内使用。

5.4.1.2 混合标准溶液（125~500 mg/L）：准确称取按其纯度折算为 100%质量的 5 α -胆甾烷（5.3.8）和芘（5.3.9）各 50 mg（精确至 0.1 mg），置于 100 mL 容量瓶中；然后，分别准确移取 2.5 mL 正十一烷、环己基环己烷、戊基苯、1-甲基萘、2-甲基萘、1,3,5-三叔丁基苯的标准储备溶液（5.4.1.1）和 1.25 mL 正十三烷标准储备溶液（5.4.1.1）于同一个 100 mL 容量瓶中，用甲苯稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，6 个月内使用。也可直接购买有证标准物质。

5.4.2 n -C₁₀~ n -C₄₀ 正构烷烃混合溶液（100 mg/L）：准确移取 1.00 mL 质量浓度均为 1000 mg/L 的 n -C₁₀~ n -C₄₀ 正构烷烃混合溶液（5.3.10）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，2 周内使用。

5.4.3 液体石蜡溶液

5.4.3.1 储备溶液（100 mg/mL）：准确称取 1 g（精确至 0.1 mg）液体石蜡（5.3.12），置于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，6 个月内使用。

5.4.3.2 工作溶液（10 mg/mL）：准确移取 1.00 mL 液体石蜡储备溶液（5.4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，2 周内使用。

5.5 材料

5.5.1 固相萃取柱柱管：玻璃材质，柱长 7~11 cm，内径 11~13 mm，底部可有烧结筛板。

5.5.2 1%银渍硅胶：称取 99 g（精确到 0.01 g）硅胶于外壁包裹铝箔的 1 L 圆底烧瓶或其他容器，用一次性玻璃滴管逐滴加入 100 mL 的 10 mg/mL 硝酸银溶液，边加液体边晃动烧瓶以充分混合，溶液滴加完成后再混合 1 h（可将圆底烧瓶安置于旋转蒸发仪，进行匀速旋转混合）；然后放入恒温干燥箱中，于 70℃干燥 1 h，然后于 80℃干燥 1 h，最后于 90℃干燥 12 h，冷却后取出，放入棕色干燥器避光保存，1 年内使用。

5.5.3 0.3%银渍硅胶：称取 33 g（精确到 0.01 g）1%银渍硅胶和 66 g（精确到 0.01 g）硅胶于外壁包裹铝箔的 1 L 圆底烧瓶或其他容器，充分混合 12 h（可将圆底烧瓶安置于旋转蒸发仪匀速旋转混合），取出、放入棕色干燥器避光保存，2 周内使用。也可购买等效的商用银渍硅胶。

注：硝酸银见光容易分解，包裹铝箔的目的是避光。

5.5.4 固相萃取柱：取底部有烧结筛板或垫有圆形滤纸或玻璃棉（滤纸或玻璃棉需事先以正己烷清洗至无矿物油残留）的固相萃取柱柱管（5.5.1），用铝箔包裹柱管外壁，装入 3 g（精确到 0.01 g）0.3%银渍硅胶，轻轻敲实，备用。也可采用等效的商用成品净化柱。

注：固相萃取柱使用前需对净化性能进行考察，考察方法是：准确量取 20 μ L 的饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液（5.4.1.2）于样品瓶中，用正己烷稀释至约 1 mL，按照 7.2~7.3 步骤测定。以环己基环己烷为内标物计算 5 α -胆甾烷的含量，以 2-甲基萘为内标物分别计算戊基苯和 1,3,5-三叔丁基苯的含量。当 5 α -胆甾烷、戊基苯和 1,3,5-三叔丁基苯的回收率均超过 90% 时，则固相萃取柱的净化性能满足分析要求。

5.5.5 铝箔：需事先烘烤或以正己烷清洗至无矿物油残留。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪（配备氢火焰离子化检测器）。

6.2 气相色谱柱：100%聚二甲基硅氧烷耐高温毛细管色谱柱（15 m \times 0.25 mm \times 0.1 μ m）或性能相当的色谱柱，最高使用温度 \geq 400 $^{\circ}$ C。

6.3 分析天平：0.1 mg 和 0.01 g。

6.4 马弗炉。

6.5 恒温干燥箱。

6.6 涡旋混合器。

6.7 真空旋转蒸发仪：配备水浴锅和真空控制系统。

6.8 离心机。

7 操作步骤

7.1 提取

按照 GB/T 5491 对大米样品进行扦样、分样。

称取 20 g（精确到 0.01 g）大米样品至玻璃离心管中，加入 20 mL 正己烷、20 μ L 的饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液（5.4.1.2），超声振荡提取 30 min，静置 30 min（必要时以 3000 r/min 转速离心 20 min），吸取上清提取液，将残渣用 10 mL 正己烷重复提取 1 次，合并 2 次提取液，减压浓缩至约 1 mL，备用。

注：试样应采用干净玻璃瓶或去除矿物油的铝箔（5.5.5）保存。

7.2 净化

采用制备好的固相萃取柱（5.5.4）净化试样。首先加入 10 mL 正己烷淋洗固相萃取柱并弃去流出液。待柱床上方的溶剂液面高度接近 1~2 mm 时，一次性加入全部提取试液（7.1）；待液面高度接近 1~2 mm 时加入 6 mL 正己烷进行淋洗（此时开始量取流出液的体积）；待柱床上方液面高度接近 1~2 mm 时，加入 15 mL 正己烷-二氯甲烷-甲苯混合溶剂（5.2.1）淋洗。弃去先行流出的 2 mL，收集后续流出的 5 mL 得到饱和烃矿物油；然后收集后续流出 12~13 mL 得到芳香烃矿物油。分别将收集的饱和烃和芳香烃矿物油流出液浓缩至 0.3~0.5 mL。

7.3 测定

7.3.1 仪器条件（参考）

以不分流方式进样，进样口温度：360 °C；进样量：1 μL；柱温箱升温程序：起始柱温 60 °C，保持 3 min，然后以 15 °C/min 的速率升至 120 °C，再以 25 °C/min 的速率升至 360 °C，保持 6 min；载气为氮气（纯度≥99.999%），流速 1.8 mL/min；燃烧气：氢气（纯度≥99.99%），流速 40 mL/min；助燃气为空气（须去除水分和有机物），流速 400 mL/min；氢火焰离子化检测器的温度为 380 °C。也可采用对低沸点矿物油不造成挥发损失的大体积进样系统。

7.3.2 仪器性能考察

准确移取 1.00 mL 的 $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{40}$ 的正构烷烃混合溶液（5.4.2），适当稀释，取 1 μL 注入气相色谱仪，以 7.3.1 的仪器条件测定，得到正构烷烃的气相色谱图。以 $n\text{-C}_{20}$ 的峰面积为参照，分别计算 $n\text{-C}_{10}$ 、 $n\text{-C}_{11}$ 、……、 $n\text{-C}_{39}$ 、 $n\text{-C}_{40}$ 相对于 $n\text{-C}_{20}$ 的峰面积比值，比值应在 0.80~1.20。

准确移取 1.00 mL 液体石蜡工作溶液（5.4.3.2）于 10 mL 容量瓶中，加入 200 μL 的饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液（5.4.1.2），用正己烷稀释、定容、混匀。取 1 μL 注入气相色谱仪，以 7.3.1 的仪器条件测定。以环己基环己烷为内标物，积分计算液体石蜡的回收率，回收率应在 90%~110%。

7.3.3 试样测定

将试液（7.2）注入气相色谱仪，以 7.3.1 的仪器条件测定，分别得到饱和烃和芳香烃矿物油的色谱图，分别以环己基环己烷和 2-甲基萘为内标物计算饱和烃和芳香烃矿物油的含量（mg/kg）。

7.3.4 空白试验

除不加试样外，按照 7.1~7.3 进行操作。空白试验的气相色谱图应不含干扰矿物油测定的 UCM 鼓包峰，基线应近似平直。空白试验的谱图不能用于试样校正。

7.3.5 挥发损失考察

为了考察提取、浓缩、进样过程的挥发损失情况，分析 7.3.4 试验谱图，即以环己基环己烷为内标物计算正十一烷的含量，以 2-甲基萘为内标物计算戊基苯的含量，要求正十一烷和戊基苯的回收率均应超过 90%。

8 试验数据处理

8.1 矿物油的峰面积（ A_i ）计算

矿物油的气相色谱图呈现 UCM 鼓包峰形状。通常，饱和烃矿物油和芳香烃矿物油应在相同的保留时间段出现。计算矿物油的峰面积时，首先积分计算 UCM 鼓包峰及其上端尖峰的总面积 A_I ，谱图积分计算方法见图 1。

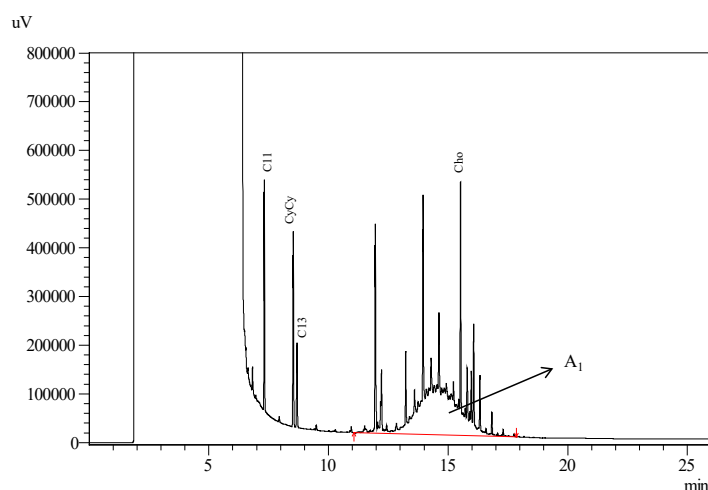


图1 矿物油 UCM 鼓包峰及其上端尖峰总面积 A_1 的积分计算方法

然后，积分计算 UCM 鼓包峰上尖峰的总面积 A_2 ，谱图积分计算方法见图 2。

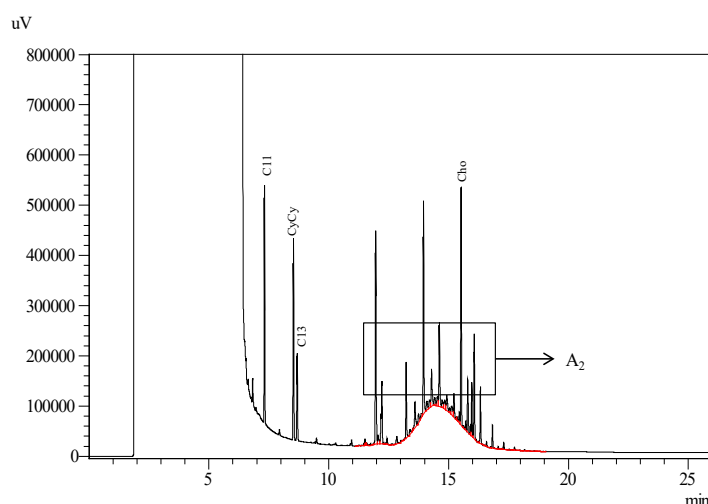


图2 矿物油 UCM 鼓包峰上尖峰总面积 A_2 的积分计算方法

上述两次计算的积分面积相减即得到矿物油的峰面积 (A_i)：

$$A_i = A_1 - A_2 \quad (1)$$

如果计算 $C_{10} \sim C_{16}$ 、 $C_{16} \sim C_{20}$ 、 $C_{20} \sim C_{25}$ 、 $C_{25} \sim C_{35}$ 、 $C_{35} \sim C_{40}$ 、 $C_{40} \sim C_{50}$ 范围（或自定义碳数范围）的矿物油含量，需要在相同仪器条件（7.3.1）下分析 $n\text{-}C_{10} \sim n\text{-}C_{50}$ 碳数保留时间溶液（5.3.11）。根据保留时间划定碳数范围，按照上述计算步骤，获得相应碳数范围的矿物油 UCM 鼓包峰面积。

8.2 结果计算

试样中饱和烃矿物油或芳香烃矿物油的含量以 X_i 计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按照 (2) 式计算：

$$X_i = \frac{A_i \times m_{IS} \times 1000}{A_{IS} \times m_i} \quad (2)$$

式中：

X_i ——试样中饱和烃矿物油或芳香烃矿物油的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

A_i ——试样中饱和烃矿物油或芳香烃矿物油峰面积；

m_{IS} ——内标物的质量，单位为毫克（mg）；

A_{IS} ——内标物的峰面积；

m_i ——试样的质量，单位为克（g）；

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留到小数点后两位。

9 精密度

当称样量为20 g，在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

10 其他

当称样量为20 g，饱和烃矿物油和芳香烃矿物油的定量限均为2.5 mg/kg。

第二法 液相色谱-气相色谱联用法

11 原理

大米中的矿物油经正己烷提取、浓缩，液相色谱-气相色谱联用仪（配备氢火焰离子化检测器）净化、分离和测定，其中液相色谱的正相色谱柱用于去除甘油三酯，同时分离饱和烃和芳香烃矿物油，随后通过阀切换和液相色谱-气相色谱接口技术（主要由预柱与溶剂放空阀组成）全部转移至气相色谱仪测定，内标法定量。

12 试剂和材料

除非另有说明，本标准所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

12.1 试剂

12.1.1 正己烷（C₆H₁₄，CAS 号：110-54-3）：农残级。

注：正己烷的纯度检查：量取30 mL正己烷，加入10 μL饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液（12.3.1.3）和2滴马来酸双（2-乙基己基）酯（5.1.6），减压蒸发浓缩至约0.2 mL，取50 μL注入液相色谱-气相色谱联用仪测定。要求正己烷浓缩液中的矿物油含量不超过0.2 mg/L。

12.1.2 二氯甲烷（CH₂Cl₂，CAS 号：75-09-2）：农残级。

注：二氯甲烷的纯度检查：量取50 mL二氯甲烷，加入10 μL饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液（12.3.1.3）和2滴马来酸双（2-乙基己基）酯（5.1.6），减压蒸发浓缩至近干，用0.2 mL正己烷复溶；取50 μL注入液相色谱-气相色谱联用仪测定。要求二氯甲烷浓缩液中的矿物油含量不超过0.4 mg/L。

12.1.3 甲苯（C₆H₁₄，CAS 号：108-88-3）：色谱纯。

12.2 标准品

同5.3。

12.3 标准溶液配制

12.3.1 饱和烃/芳香烃矿物油（MOSH/MOAH）混合标准溶液

12.3.1.1 单个标准储备溶液（10 mg/mL）：同 5.4.1.1。

12.3.1.2 混合标准储备溶液（125~500 mg/L）：同 5.4.1.2。

12.3.1.3 混合标准工作溶液（12.5~50 mg/L）：准确移取 1.00 mL 混合标准储备溶液（12.3.1.2）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，2 周内使用。

12.3.2 $n\text{-C}_7\sim n\text{-C}_{40}$ 正构烷烃混合溶液（100 mg/L）：同 5.4.2。

12.3.3 液体石蜡溶液

12.3.3.1 储备溶液（10 mg/mL）：准确称取 100 mg（精确至 0.1 mg）液体石蜡（5.3.12）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，6 个月内使用。

12.3.3.2 工作溶液（1 mg/mL）：准确移取 1.00 mL 液体石蜡储备溶液（12.3.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀。4℃下避光保存，2 周内使用。

13 仪器设备

13.1 液相色谱-气相色谱联用仪（配备紫外检测器、阀切换系统、液相色谱-气相色谱接口、氢火焰离子化检测器）。

13.2 液相色谱柱：250 mm×2.1 mm (*i.d.*)，粒径 5 μm 硅胶柱或性能相当者。

13.3 气相色谱预柱：10 m×0.53 mm (*i.d.*) 空柱或性能相当者，最高使用温度≥400℃。

13.4 气相色谱分析柱：100%聚二甲基硅氧烷耐高温毛细管色谱柱（15 m×0.25 mm×0.25 μm）或性能相当的色谱柱，最高使用温度≥400℃。

13.5 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。

13.6 涡旋混合器。

13.7 真空旋转蒸发仪：配备水浴锅和真空控制系统。

13.8 离心机。

14 操作步骤

整个操作过程应避免使用塑料制品，如塑料吸管、塑料移液器吸头等。

14.1 提取

操作方法同 7.1，只是添加标准溶液改为 40 μL 饱和烃/芳香烃矿物油混合标准工作溶液（12.3.1.3）。

14.2 测定

14.2.1 仪器条件（参考）

1) 进样量：50 μL；

2) 液相色谱：流动相为正己烷和二氯甲烷；流速 300 μL/min，反冲流速为 500 μL/min；

3) 气相色谱：

- 柱温：起始柱温 60 °C，保持 6 min，以 15 °C/min 升至 120 °C；然后以 25 °C/min 升至 370 °C 并保持 6 min；
- 载气：氢气（纯度≥99.999%）初始压力 80 kPa，关闭溶剂放空阀后压力升至 150 kPa；
- 燃烧气：氢气（纯度≥99.99%），流速 40 mL/min；助燃气为空气（须去除水分和有机物），流速 400 mL/min；
- 检测器温度 380 °C。

4) 其他条件可参考附录 A。

14.2.2 仪器性能考察

准确移取 100 μ L 的 n -C₁₀~ n -C₄₀ 正构烷烃混合溶液（12.3.2）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷稀释、定容、混匀；取 50 μ L 注入液相色谱-气相色谱联用仪，以 14.2.1 的仪器条件测定。以 n -C₂₀ 的峰面积为参照，分别计算 n -C₁₀、 n -C₁₁、……、 n -C₃₉、 n -C₄₀ 相对于 n -C₂₀ 的峰面积比值，比值应在 0.80~1.20。

准确移取 40 μ L 的饱和烃/芳香烃矿物油混合标准工作溶液（12.3.1.3），用正己烷稀释至约 1 mL，取 50 μ L 注入液相色谱-气相色谱联用仪，以 14.2.1 仪器条件测定。其中正十一烷、环己基环己烷、正十三烷和 5 α -胆甾烷应全部出现在饱和烃矿物油的气相色谱图中；戊基苯、1-甲基萘、2-甲基萘、1,3,5-三叔丁基苯和茚应当全部出现在芳香烃矿物油的气相色谱图中；此外，以环己基环己烷为内标物计算正十一烷的含量，以 2-甲基萘为内标物计算戊基苯的含量，正十一烷和戊基苯的含量不可低于实际值的 90%。

准确移取 0.5 mL 液体石蜡工作溶液（12.3.3.2）于 10 mL 容量瓶中，加入 40 μ L 的饱和烃/芳香烃矿物油混合标准储备溶液（12.3.1.2），用正己烷稀释、定容、混匀；取 50 μ L 注入液相色谱-气相色谱联用仪，以 14.2.1 仪器条件测定。以环己基环己烷为内标物，积分计算液体石蜡的回收率，回收率应在 90%~110%。

14.2.3 试样测定

将试液（14.1）注入液相色谱-气相色谱仪联用仪，以 14.2.1 的仪器条件测定，得到饱和烃和芳香烃矿物油的色谱图，分别以环己基环己烷和 2-甲基萘为内标物计算试样中饱和烃和芳香烃矿物油的含量（mg/kg）。

14.2.4 空白试验

除不加试样外，按照 14.1~14.3 进行操作。空白试验的气相色谱图应不含干扰矿物油测定的 UCM 鼓包峰，基线应近似平直。空白试验的谱图不能用于试样校正。

15 试验数据处理

同“8 试验数据处理”。

16 精密度

称样量 20 g，在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

17 其他

称样量 20 g，定容体积 1 mL 时，饱和烃矿物油和芳香烃矿物油的定量限均为 0.1 mg/kg。

附录 A

仪器参考条件

液相色谱仪的参考条件

进样量：50 μL ；
液相色谱柱：250 mm \times 2.1 mm (*i.d.*)，粒径 5 μm 正相硅胶柱或性能相当者；
流动相：正己烷、二氯甲烷；
液相色谱流动相的工作条件见附表 A.1。

表 A.1 液相色谱流动相的工作条件

时间 (min)	正己烷 (%)	二氯甲烷 (%)	流速 ($\mu\text{L}/\text{min}$)
0	100	0	300
0.02	100	0	300
1.50	70	30	300
6.20	70	30	300
6.30	0	100	500
15.20	0	100	500
15.30	100	0	500
25.00	100	0	500
25.10	100	0	300
30.00	100	0	300

通常，液相色谱部分配备紫外检测器用于监视流动相的工作情况，图 A.1 为液相色谱正常工作示意图，当花的保留时间发生漂移，表明液相系统异常。

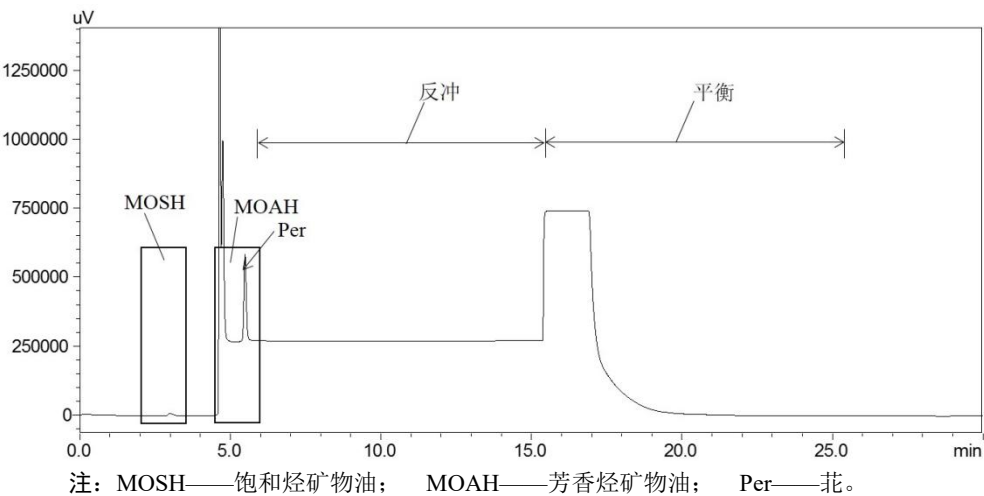


图 A.1 矿物油分析的紫外检测色谱图

附录 B

(资料性)

相关色谱图

相关色谱图见图 B.1~图 B.3

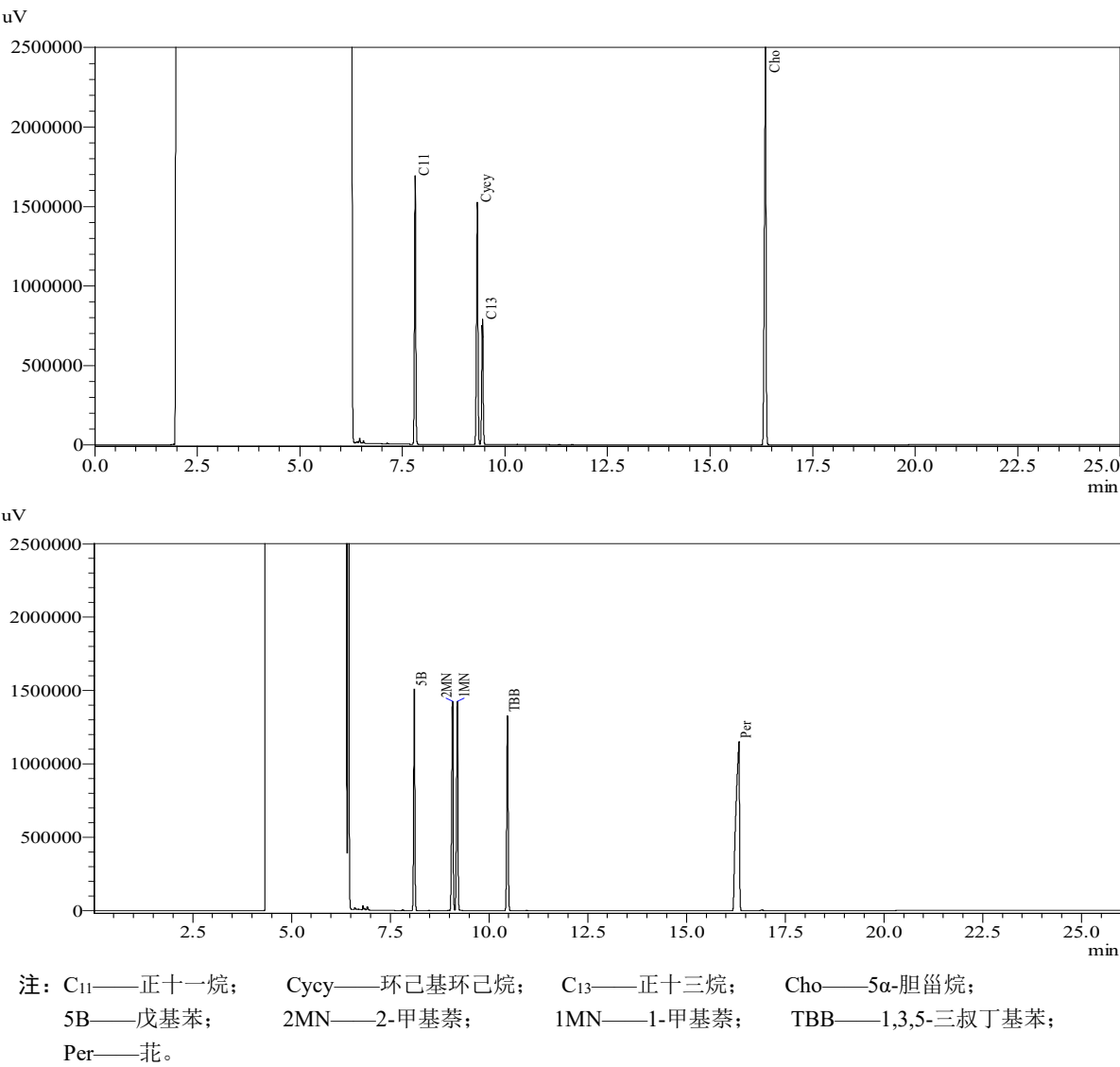


图 B.1 饱和烃/芳香烃矿物油混合标准溶液的气相色谱图
(上图：饱和烃矿物油部分；下图：芳香烃矿物油部分)

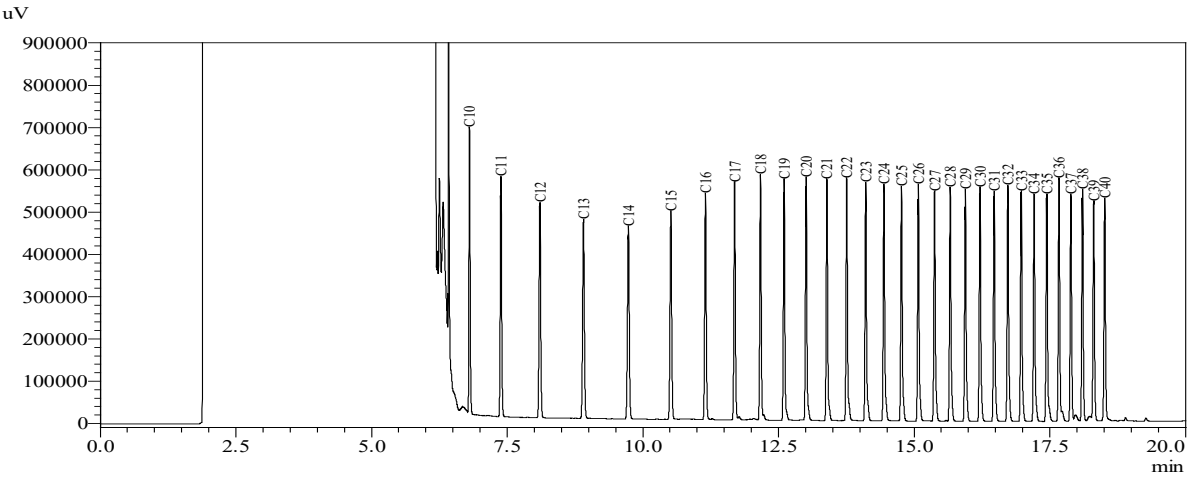
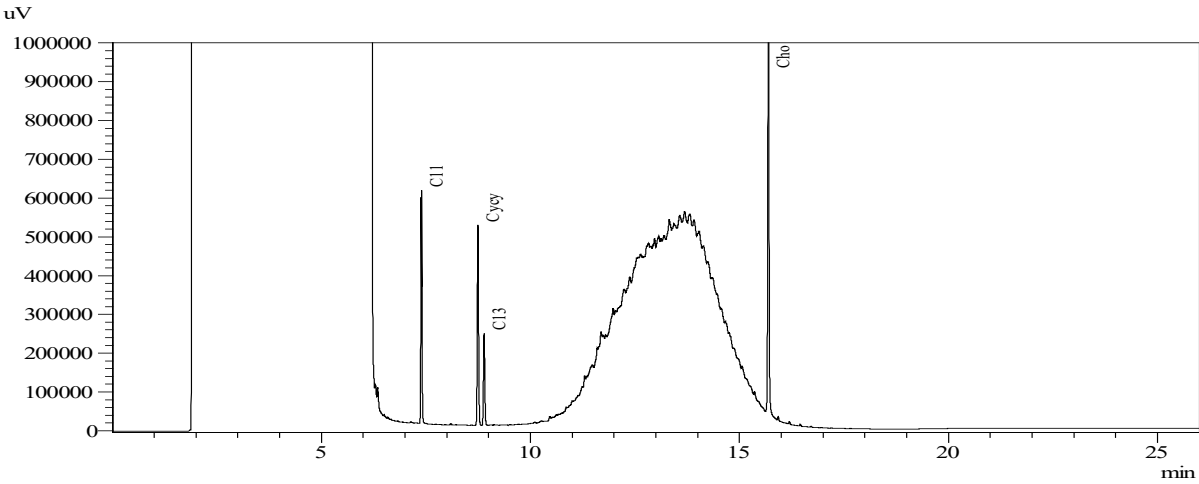


图 B.2 $n\text{-C}_{10}\sim n\text{-C}_{40}$ 正构烷烃混合溶液的气相色谱图



注：C₁₁——正十一烷； C_{ycy}——环己基环己烷； C₁₃——正十三烷； Cho——5 α -胆甾烷；

图 B.3 液体石蜡的气相色谱图