ICS 75.160.10
CCS D20/29

团　体　标　准

P/CIQA-135-2023

加压流体萃取仪检测技术规范

Test technical specification for pressurized fluid extractor

（征求意见稿）

2024-XX-XX 发布　　2024-XX-XX 实施

中国出入境检验检疫协会 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。

本文件由中国出入境检验检疫协会综合质量服务标准化技术委员会（CIQA/TC12）归口。

本文件起草单位：中检西南计量有限公司、中国海关科学技术研究中心、北京林电伟业电子技术有限公司、临沧市质量技术监督综合检测中心、北京市药品检验研究院（北京市疫苗检验中心）、维科托（北京）科技有限公司、内蒙古自治区人民医院、内蒙古华溯测试科技有限公司。

本文件主要起草人：赵荣、刘鼎、肖俊杰、邱烨、朱娟、祝天宇、刘桂宝、李程康、罗云才、何正华、柳青、张华珺、朱玉平、张进辑、李智慧、史俊稳、郭洁、李文兵、刘会新、刘鹏飞、赵祥茹、宋启睿、杨阳。

加压流体萃取仪检测技术规范

1 范围

本标准规定了加压流体萃取仪的检测参数和检测特性方法。

本标准适用于加压流体萃取仪的性能测定。

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 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

加压流体萃取仪 pressurized fluid extractor

又称为快速溶剂萃取仪、加速溶剂萃取仪。指利用高温高压萃取溶剂实现固体、半固体样品中有机物组分快速萃取的一类前处理设备。

3.2

萃取温度 extraction temperature

加压流体萃取仪内部加热炉的温度。

3.3

萃取压力 extraction pressure

加压流体萃取仪萃取样品时，连通萃取池的液路压力。

3.4

静态萃取时间 static extraction time

加压流体萃取仪萃取样品流程中，从加热时间结束至一次萃取循环结束所保持的时间。

4 要求

4.1 正常工作条件

仪器正常工作条件如下：

a） 仪器环境具有良好的通风和照明；

b） 环境温度：4～40℃；

c） 相对湿度：20%～95%，仪器放置环境内无明显酸碱、有机等腐蚀性气体；

d） 电源电压：（220±22）V，频率为（50±1）Hz，电源插座具有良好的接地；

e） 气源参数：压缩氮气或空气，分压要求不低于 1MPa；

f） 被检仪器应远离强电磁场及冲击振动源；设备后部距墙或其它设备应有至少 50 cm 的空间。

g） 被检仪器应放置于坚固稳定的平台上（平台承重不低于 100 kg），避免阳光直射。

4.2 外观

加压流体萃取仪的外形结构应完好，标识应清晰，表面涂覆色泽均匀，不应由明显划痕、露底、裂纹、起泡、毛刺等现象。

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 试验方法

5.1 设备及试剂

除非另有说明，本方法所使用的水均为 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1.1 温度记录装置：可承受压力范围 10~15MPa，测量温度范围 0~150℃，最大允许误差±0.1℃。

5.1.2 无水乙醇（C_2H_6O）：化学纯。

5.1.3 石英砂：粒径为 0.600～0.850mm（20～30 目）。使用前放入马弗炉中 450 ℃烘干 4h，冷却后装入干燥玻璃瓶中保存。

5.1.4 温度记录装置：可承受压力范围 10～15 MPa，测量温度范围 0～150 ℃，最大允许误差 ±0.1 ℃。

5.1.5 分析天平，感量 0.001g。

5.2 试验条件

5.2.1 连接气源、电源，通过待测仪器的开机自检。在仪器无任何报警或错误提示的前提下开展性能测定。

5.2.2 测试选取的萃取池规格需保持一致。建议选取 34mL 或相近体积规格的萃取池开展测试。

5.3 外观检查

目视和手动检查。

5.4 技术参数检测

5.4.1 萃取温度检测

以无水乙醇（5.1.2）为萃取溶剂，萃取压力设为10MPa，加热时间和静态萃取时间均为10min（也可根据设备实际控温情况适当延长加热时间和静态萃取时间）。将萃取温度分别设为50℃、100℃、150℃和厂家建议的仪器最高使用温度Tmax。运行仪器从室温升至设定温度。在温度示值达到设定值1min后，开始每隔20s记录一次温度示值。以开始计时的时间为第1次，共记录2min。

5.4.2 数据处理

5.4.2.1 温度偏差

按公式（1）计算各设定温度值偏差，取其中最大值ΔT_{max}作为温度偏差。

$$\Delta T_i = \overline{T_{ic}} - T_{is} \cdots\cdots (1)$$

式中：

ΔT_i —温度i点的偏差值，其最大为温度偏差，℃；

$\overline{T_{ic}}$—温度i点的全部实测温度的平均值，℃；

$\overline{T_{is}}$—温度i点的设定温度，℃。

5.4.2.2 温度均匀度

对于可给 1 个以上萃取池同时加热的加压流体萃取仪，各测量点 2 min 内每次测量中实测最高温度与最低温度之差的算术平均值。

$$\Delta T_{iu} = \sum_{j=1}^{n} (T_{ij\max} - T_{ij\min})/n_i \cdots\cdots (1)$$

式中：

ΔT_{iu} —温度i点时的温度均匀度，℃；

T_{ijmax}—温度i点时，各测量点在第j次测得的最高温度，℃；

T_{ijmin}—温度i点时，各测量点在第j次测得的最低温度，℃；

n_i —温度i点时的测量次数。

5.4.2.3 温度重复性

对于萃取池依次加热的加压流体萃取仪，设定萃取温度为100℃，萃取压力设为10MPa，加热时间和静态萃取时间均为10min，运行萃取程序。待程序运行完毕后，读取无线温度记录器记录的温度、时间数据，记录温度达到平衡后的实测平均温度值作为萃取温度值。待萃取池温度降至室温后，重复上述测量5次，按公式（3）计算萃取温度重复性。

$$\mathrm{RSD} = \sqrt{\frac{\sum_{i-1}^{n}(T_i-\overline{T})^2}{(n-1)}} \times \frac{1}{\overline{T}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

RSD ———萃取温度重复性，%；

n ———测量次数；

T_i———第 i 次测量的实测萃取温度值，℃；

$\overline{T}$———6 次测量所得实测萃取温度值的算术平均值，℃；

i———测量序号。

5.4.3 萃取压力检测（过压保护）

以 5 g （精确至 0.001 g）石英砂（5.1.3）作为萃取样品，无水乙醇（5.1.2）为萃取溶剂。

将萃取方法中的萃取压力设为高于上限的某值，观察并记录仪器是否出现警告、提示、无法设定的情况。

如可以正常设置上述压力值并升压，观察并记录升压过程结束后，压力示值是否会升至上限以上。

注：不能设置萃取压力的萃取仪不进行此项测试。