

石化样品前处理方案选择指南

针式过滤器 · SPE 固相萃取柱 · 保护柱 · 样品净化技术选型手册

版本：V1.0 (2026年2月)

发布单位：[PRONOVATION 普诺实验商城](#)

适用对象：炼化实验室、第三方检测机构、石油化工质检中心、科研院所

重要法律声明

- 本指南仅供实验室专业人员参考。
- 文中所述方法、参数、推荐货号均基于公开技术资料及行业通用实践，不构成对任何特定分析结果的承诺。
- 实际应用时，请务必结合您的具体样品基质、目标物性质、仪器配置及方法验证要求进行优化。
- 本指南不替代 ASTM、ISO、GB/T 等标准方法的原始文本，合规性以现行有效标准为准。
- PRONOVATION 普诺实验商城保留对本指南的最终解释权，不对任何因不当使用本指南信息导致的技术或法律后果承担责任。

第 1 章 石化样品前处理：为什么是“生命线”？

1.1 石化样品基质特性矩阵

样品类型	典型基质特征	主要干扰物	目标分析物示例	前处理难度
原油	高粘度、深色、沥青质/胶质含量高	不溶性颗粒、硫化物、重金属	模拟蒸馏、硫含量、镍/钒	★★★★★
馏分油 (汽油/柴油)	中等粘度、挥发性强	烯烃、芳烃、添加剂	苯系物、多环芳烃、脂肪酸甲酯	★★★
润滑油/基础	高粘度、长链烃	抗氧化剂、清净分散	添加剂元素、水分、	★★★★★

样品类型	典型基质特征	主要干扰物	目标分析物示例	前处理难度
油		剂、磨损金属	酸值	
渣油/沥青	极高粘度、近乎不透明	沥青质、胶质、碳质颗粒	四组分、金属元素	★★★★★
石化废水	低浓度、基质复杂	悬浮物、溶解性有机物	VOCs、SVOCs、酚类	★★★
工艺催化剂	固体粉末、吸附性强	载体材料、积碳	贵金属含量、中毒元素	★★★★★

核心结论：90%以上的色谱柱失效与进样口污染，根源在前处理环节。

第2章 针式过滤器 (Syringe Filter) : 第一道物理防线

2.1 滤膜材质选型决策树

样品是否含强有机溶剂 (丙酮、二氯甲烷、正己烷等) ? | 是 → 是否含强酸/强碱 ? | 是 → PTFE (聚四氟乙烯) — 万能选择 | 否 → PTFE Nylon (尼龙, 性价比更高) | 否 (水性体系) → 是否需低蛋白吸附 ? | 是 → PES (聚醚砜) | 否 → CA (醋酸纤维素) 或 Nylon

2.2 四大主流滤膜材质技术对比表

滤膜材质	化学兼容性	耐温性	蛋白吸附	典型应用 (石化行业)	局限性
PTFE (聚四氟乙烯)	极优——耐受所有有机溶剂、强酸强碱	260°C	低	石化首选——油品、芳烃、卤代烃、腐蚀性样品	疏水，水相需预润湿
Nylon (尼龙)	良好——耐受多数有机溶剂，不耐强酸	180°C	中	常规油品、醇类、乙腈体系	不可用于浓酸
PES (聚醚砜)	良好——水相体系首选	180°C	极低	石化废水、水溶性切削液	不耐多数有机溶剂

滤膜材质	化学兼容性	耐温性	蛋白吸附	典型应用 (石化行业)	局限性
CA (醋酸纤维素)	一般——仅限水相	130°C	低	缓冲盐体系、微生物检测	严禁用于有机溶剂

2.3 孔径选择标准 (绝对原则)

分析技术	推荐孔径	技术依据	风险提示
常规 HPLC	0.45 μm	去除颗粒物, 保护进样阀与色谱柱筛板	孔径过大会导致柱压升高、筛板堵塞
UHPLC / UPLC	0.22 μm	亚 2 μm 颗粒物必须截留, 防止柱头堵塞	0.45 μm 严禁用于 UHPLC
GC (气相色谱)	0.45 μm (油品)	去除不挥发残渣, 保护进样口衬管	需配合样品稀释, 高粘度样品可选用 0.8 μm 预过滤
离子色谱	0.22 μm	保护抑制器与分离柱	必须使用低本底滤膜

2.4 针式过滤器选型速查表 (石化典型应用)

应用场景	推荐材质	推荐孔径	直径选择	华元推荐货号
汽油/柴油中苯系物分析	PTFE	0.45 μm	13 mm (样品量 < 2 mL)	[HY-PTFE-1345]
润滑油添加剂元素分析	PTFE	0.45 μm	25 mm (高粘度样品)	[HY-PTFE-2545]
石化废水 VOCs 检测	PES	0.22 μm	13 mm	[HY-PES-1322]
原油模拟蒸馏前处理	PTFE	0.8 μm (预过滤)	25 mm	[HY-PTFE-2580]
多环芳烃 (PAHs) 分析	PTFE	0.45 μm	13 mm	[HY-PTFE-1345-H] (高回收)

技术提示：

- 高粘度油品（如润滑油、原油）建议稀释后过滤，或选用预过滤膜（0.8–1.0 μm）+ 0.45 μm 串联过滤，避免压力过载。
- 痕量分析（ppb 级）请选用高回收型滤膜，膜体经钝化处理，目标物吸附率 < 5%。

第 3 章 固相萃取（SPE）：化学净化核心武器

3.1 SPE 分离模式与石化应用匹配

SPE 模式	固定相	保留机制	典型应用（石化）	华元推荐
正相	Silica、Florisil、Alumina	极性相互作用	去除油品中极性干扰物（色素、抗氧化剂、极性添加剂）	[HY-SPE-Si500]
反相	C18、C8、SDB	非极性相互作用	从水相中富集有机污染物（酚类、PAHs、增塑剂）	[HY-SPE-C18-500]
离子交换	SAX、SCX	静电相互作用	测定油品中酸性/碱性添加剂、有机酸、胺类	[HY-SPE-SAX500]
混合模式	WCX、MCX、MAX	多机制协同	复杂基质中痕量目标物净化	需方法开发

3.2 石化行业 SPE 填料选型矩阵

目标分析物	样品基质	推荐 SPE 填料	作用	注意事项
多环芳烃（PAHs）	柴油、润滑油	Florisil / Silica	去除极性色素、脂肪醇	正己烷上样，二氯甲烷洗脱
多氯联苯（PCBs）	变压器油、废油	Florisil	分离非极性 PCBs 与极性干扰物	EPA 8082 方法适配
酚类化合物	石化废水	C18	富集、脱盐	调节 pH 至酸性，回收率 > 85%
有机酸（环烷酸）	柴油、航煤	SAX（强阴离子交换）	选择性保留酸性组分	酸性化样品，甲醇洗脱

目标分析物	样品基质	推荐 SPE 填料	作用	注意事项
含氮化合物	原油、馏分油	SCX (强阳离子交换)	保留碱性氮化物	二氯甲烷/甲醇体系
金属络合物	原油、渣油	Chelating 树脂	富集 Ni、V、Fe	方法开发中，建议标准方法验证

3.3 SPE 操作六步法 (标准流程)

1 活化 (Conditioning) — 正相：上样溶剂 (如正己烷) 反相：甲醇 → 水 (或缓冲盐) **2** 平衡 (Equilibration) — 上样溶剂 **3** 上样 (Loading) — 控制流速 1-2 mL/min **4** 淋洗 (Wash) — 去除弱保留干扰物
5 洗脱 (Elution) — 收集目标物 **6** 浓缩/复溶 — 氮吹/离心浓缩

石化样品特殊提示：

- 高粘度油品不可直接上样！必须用非极性溶剂 (正己烷、环己烷) 稀释 **5-50** 倍，降低粘度。
- **SPE** 柱容量有限：硅胶基质 SPE 柱推荐上样量 ≤ 5 mg/g 填料。超载将导致目标物穿透。

第 4 章 保护柱 (Guard Column)：色谱柱的“替死鬼”

4.1 为什么必须使用保护柱？

对比维度	使用保护柱	未使用保护柱
分析柱寿命	12-24 个月	3-6 个月
柱压上升速度	缓慢 (保护柱承担污染)	急剧 (筛板堵塞)
峰形劣化速度	保护柱更换后恢复	不可逆，需频繁切割柱头
单次分析成本	0.5-2 元/针	5-20 元/针 (含柱更换成本)

结论：保护柱是色谱分析中投资回报率最高的耗材。

4.2 保护柱配置选型指南

色谱类型	保护柱形式	柱芯长度	填料匹配原则	华元推荐方案
常规 HPLC	直连式保护柱套 + 可更换柱芯	10-20 mm	必须与主分析柱完全相同	[HY-GUARD-HPLC]
UHPLC	一体式 UHPLC 保护柱	5-10 mm	亚 2 μm 填料，耐高压	[HY-GUARD-UHPLC]
GC	保留间隙柱 / 集成式保护柱	1-5 m	脱活石英，膜厚匹配	[HY-GUARD-GC]

4.3 保护柱更换信号 (阈值标准)

出现以下任一情况，必须立即更换保护柱柱芯：

柱压升高 $\geq 15\%$ (相对于新保护柱安装时的初始压力)

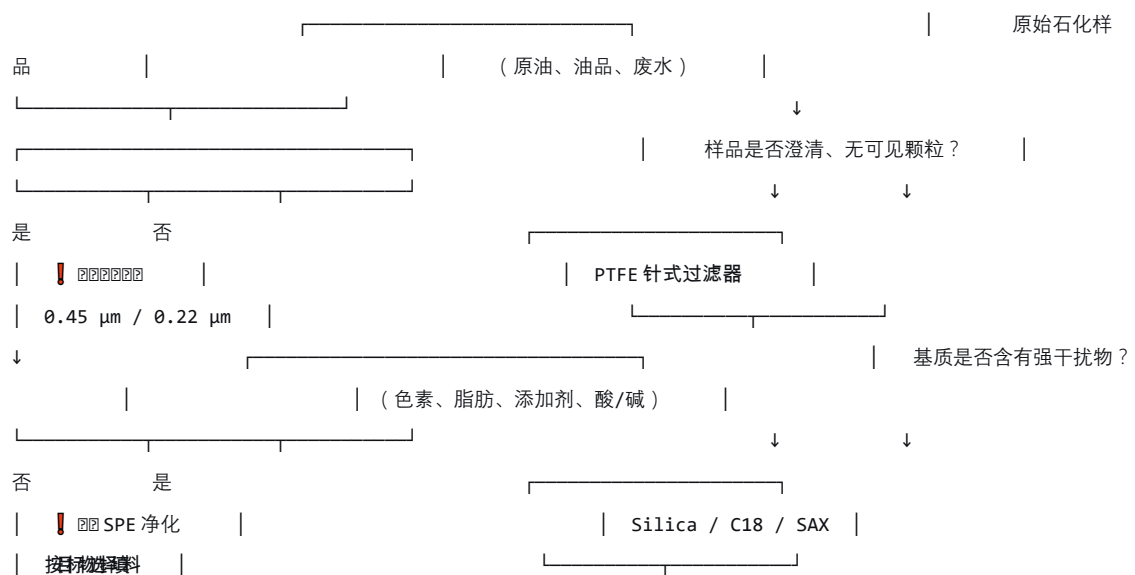
理论塔板数下降 $\geq 10\%$

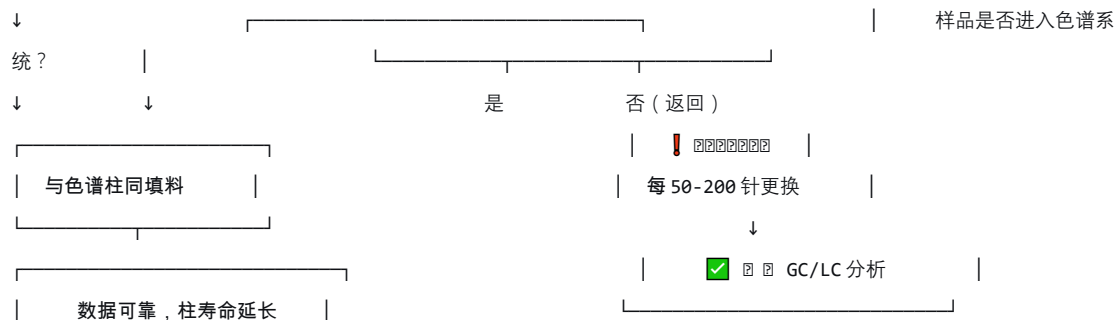
拖尾因子 (**Tailing Factor**) > 1.2 (且清洗进样口无效)

关键分离度 (**Rs**) < 1.5

保护柱已使用超过推荐进样次数 (通常 HPLC : 50-200 次 ; GC : 50-100 次)

第 5 章 完整前处理方案决策流程图





第 6 章 PRONOVATION 普诺实验商城前处理耗材解决方案速查表

前处理环节	推荐产品	核心参数	典型应用	货号
物理过滤	PTFE 针式过滤器	13mm/25mm , 0.45μm	所有有机相样品	[HY-PTFE-1345]
物理过滤	PES 针式过滤器	13mm , 0.22μm	石化废水、水相	[HY-PES-1322]
SPE 正相	Silica SPE 柱	500mg/6mL	PAHs、色素去除	[HY-SPE-Si500]
SPE 正相	Florisil SPE 柱	1g/6mL	PCBs、有机氯农药	[HY-SPE-FL1000]
SPE 反相	C18 SPE 柱	500mg/6mL	水中酚类、PAHs	[HY-SPE-C18-500]
SPE 离子交换	SAX SPE 柱	500mg/6mL	有机酸、酸性添加剂	[HY-SPE-SAX500]
HPLC 保护柱	C18 保护柱芯	4.6×10mm , 5μm	通用液相分析	[HY-GUARD-C18]
GC 保护柱	脱活石英保留间隙柱	5m , 0.53mm ID	脏样品 GC 分析	[HY-GUARD-GC-5M]

第 7 章 常见问题诊断与解决方案 (Q&A)

Q1：过滤时压力极高，甚至滤膜破裂，怎么办？

✅ 诊断：样品粘度过大或颗粒物过多。

✅ 方案：

将样品用正己烷、甲苯等溶剂稀释 **3-10** 倍；

选用更大直径滤膜（**25mm-33mm**），增加过滤面积；

采用预过滤（**0.8 μ m**）+ 精滤（**0.45 μ m**）串联。

Q2：SPE 回收率极低（< 50%），目标物去哪了？

✅ 诊断：

洗脱强度不足（目标物未洗脱）；

上样过程穿透（柱容量饱和）；

吸附剂选择错误（保留机制不匹配）。

✅ 方案：

检查并优化洗脱溶剂极性；

减少上样量或更换更大规格 SPE 柱；

查阅文献，确认目标物的 pKa、LogP 值，重新选择 SPE 模式。

Q3：换了新保护柱，柱压依然很高？

✅ 诊断：问题不在保护柱，在分析柱本身已堵塞。

✅ 方案：

反冲色谱柱（按厂家指导）；

若反冲无效，分析柱已不可逆损坏，需更换。

立即获取完整解决方案

PRONOVATION 普诺实验商城——您的石化分析前处理技术合作伙伴

技术咨询：提交您的样品类型、目标物、仪器配置，我们为您定制前处理方案。

样品测试：提供免费小样测试服务，验证耗材适配性。

企业采购：年度框架协议客户享专属库存锁定与阶梯折扣。

搜索关键词：

石化样品前处理，针式过滤器选型，SPE 固相萃取柱，保护柱更换标准，PTFE 滤膜，Silica SPE 柱，C18 保护柱，GC 样品净化，油品过滤，痕量分析前处理

版本历史：

版本	日期	修订内容	作者
V1.0	2026.02	首次发布	PRONOVATION 技术中心

让分析更精准，让实验更简单