

聚己内酯 分析报告

1. 客户要求

样品中聚己内酯的含量测定。

2. 检测方法

福立提供。

3. 方法原理

试样经正相液相色谱分离，蒸发光检测器检测。

4. 试剂和材料

4.1. 试剂

4.1.1 乙酸乙酯：色谱级

4.1.2 二氯甲烷：色谱级

4.2. 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪: LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 四元低压/二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+蒸发光检测器)

5. 实验

5.1. 样品及标准溶液配制

5.1.1. 聚己内酯

5.1.1.1. 聚己内酯母液

准确称取 0.0992g 聚己内酯于 10 mL 容量瓶中，用乙酸乙酯溶解并定容至刻度，摇匀，配制得浓度为 9721.6 mg/L (浓度已按照 98%纯度折算) 的聚己内酯母液，过 0.45 μ m 有机滤膜，备用。

5.1.1.2. 标准系列溶液

5.1.1.2.1. 一级标准溶液

分别准确移取聚己内酯母液 (5.1.2.1) 40 μ L，加入 980 μ L 乙酸乙酯，摇匀，配制成聚己内酯浓度为 388.86 mg/L 的一级标准溶液，待进样。

5.1.1.2.2. 二级标准溶液

准确移取一级标准溶液 750 μ L, 与 750 μ L 乙酸乙酯混匀, 配制成聚己内酯浓度为 194.43 mg/L 的二级标准溶液, 待进样。

5.1.1.2.3. 三级标准溶液

准确移取二级标准溶液 750 μ L, 与 750 μ L 乙酸乙酯混匀, 配制成聚己内酯浓度为 97.22 mg/L 的三级标准溶液, 待进样。

5.1.1.2.4. 四级标准溶液

准确移取三级标准溶液 750 μ L, 与 750 μ L 乙酸乙酯混匀, 配制成聚己内酯浓度为 48.61 mg/L 的四级标准溶液, 待进样。

5.1.1.3. 样品溶液

准确称取样品 0.0931 g 于 10 mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并定容至刻度, 摇匀, 过 0.45 μ m 有机滤膜, 待进样。

5.1.1.4. 加标样品溶液

准确移取样品溶液 (5.1.2.3) 990 μ L, 加入聚己内酯母液 (5.1.2.1) 10 μ L, 摇匀, 待进样。

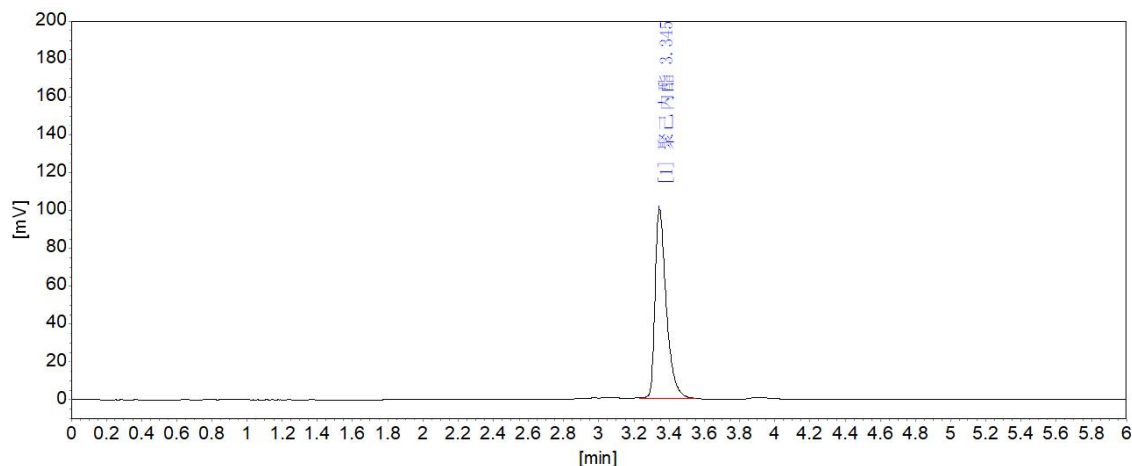
5.2. 色谱条件

- a) 色谱柱: Sunniest Silica 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m
- b) 流动相: 乙酸乙酯: 二氯甲烷=60: 40
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 柱温: 30 $^{\circ}$ C
- e) 蒸发光检测器: 流速: 3 mL/min; 温度: 60 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 20 μ L (满环进样)

5.3. 分析结果

5.3.1. 聚己内酯

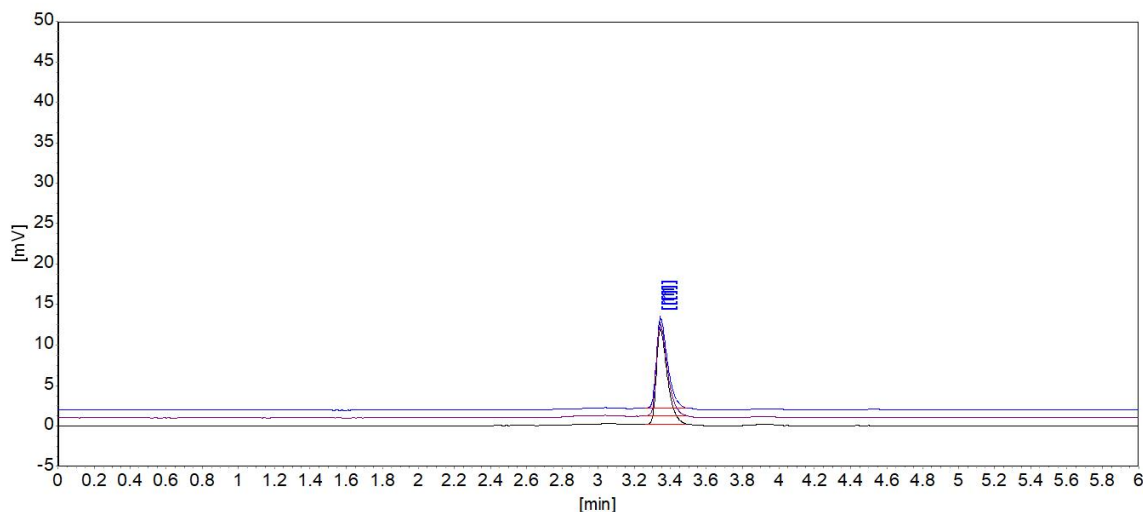
5.3.1.1. 一级标准溶液典型谱图及分析结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*min]	面积%
1	聚己内酯	3.345	99801	7389	100.0000
总计:			99801	7389	100.0000

5.3.1.2. 三级标准溶液连续 3 针重复性谱图及峰面积 RSD%数据



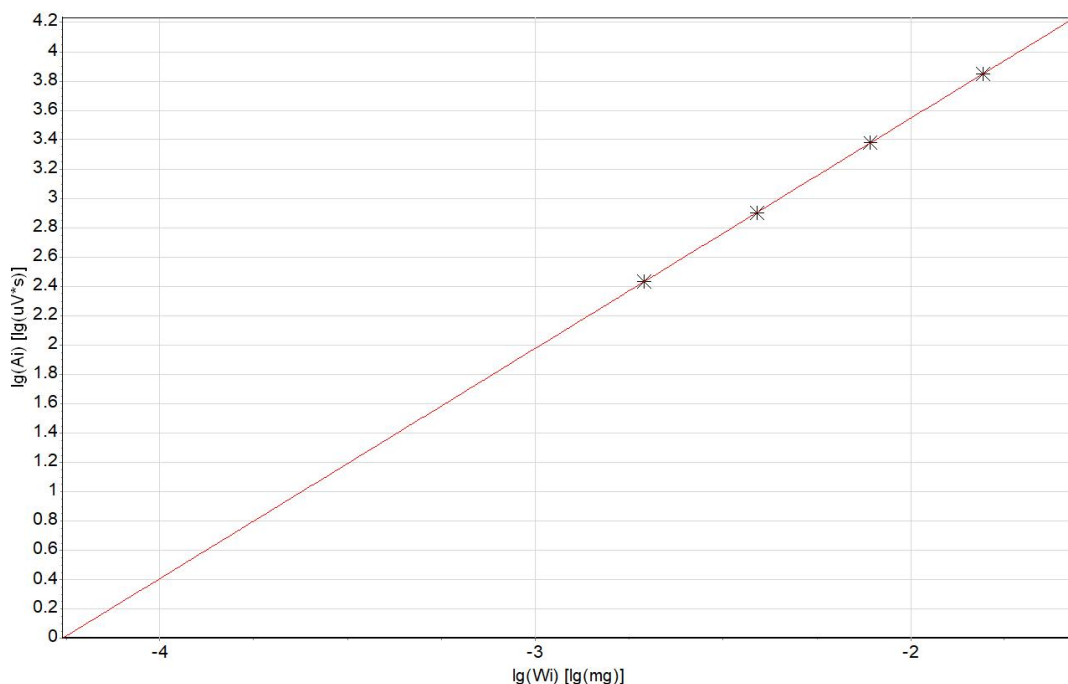
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uV*min]	面积 RSD [%]
1	聚己内酯	3.345	0.012	810	1.750

5.3.1.3. 线性曲线

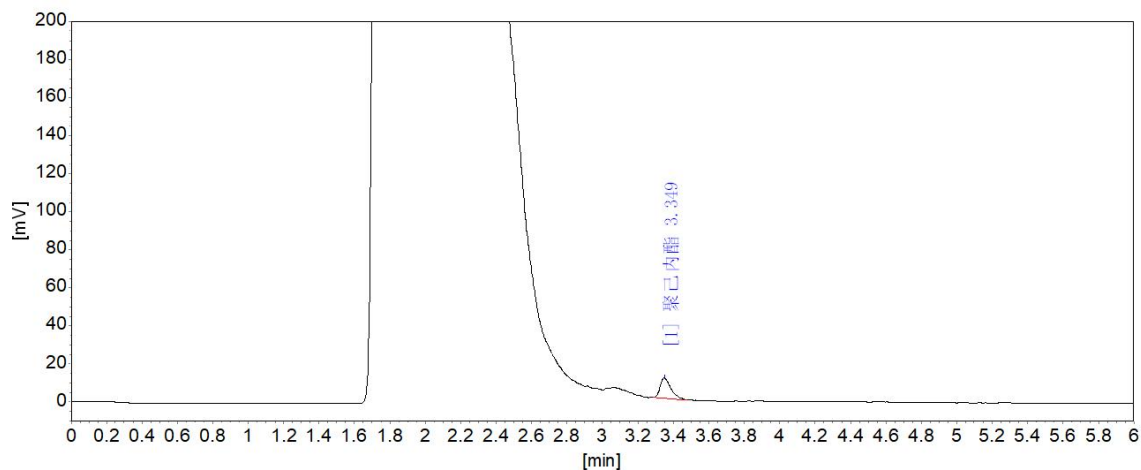
分别进样一级到四级系列标准溶液 20 μ L, 进行 HPLC 分析。然后以峰面积的对数为纵坐标,

以目标物含量的对数为横坐标，绘制标准曲线。

组分[聚己内酯]: 曲线方程: $\lg(W_i) = -4.25905 + 0.636519 \cdot \lg(A_i)$
校正因子: $f_0 = -4.25905$, $f_1 = 0.636519$ 相关系数: $r^2 = 0.99999$



5.3.1.4. 样品典型谱图及两针分析结果



分析结果表

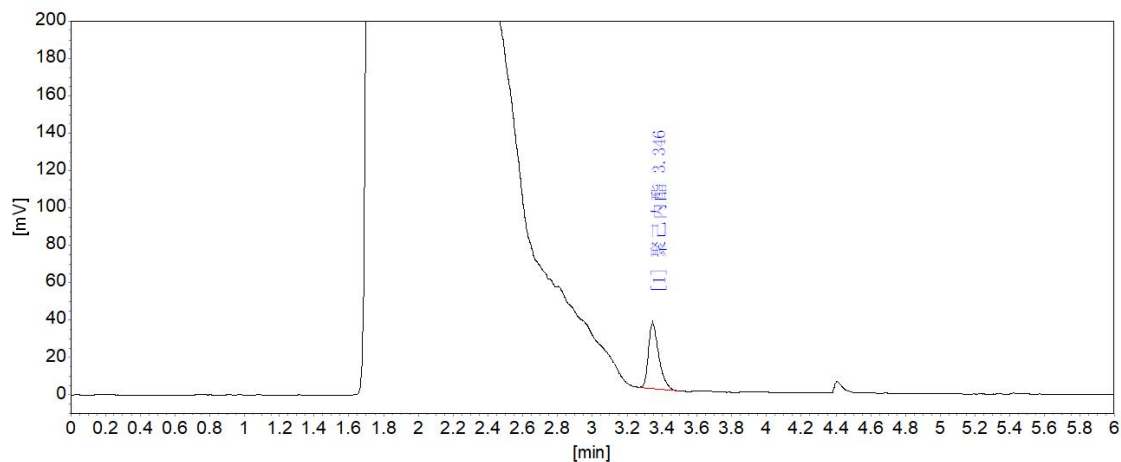
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*min]	面积%	含量 [%]
1	聚己内酯	3.349	10703	746	100.0000	0.9962
总计:			10703	746	100.0000	0.9962

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*min]	面积%	含量 [%]
1	聚己内酯	3.346	10184	719	100.0000	0.9734
总计:			10184	719	100.0000	0.9734

样品的平均含量为 0.9848%。

5.3.1.5. 加标谱图及 2 针回收率数据



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*min]	面积%	含量 [%]
1	聚己内酯	3.346	35012	2453	100.0000	2.1259
总计：			35012	2453	100.0000	2.1259

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uV]	峰面积 [uV*min]	面积%	含量 [%]
1	聚己内酯	3.345	35820	2423	100.0000	2.1095
总计：			35820	2423	100.0000	2.1095

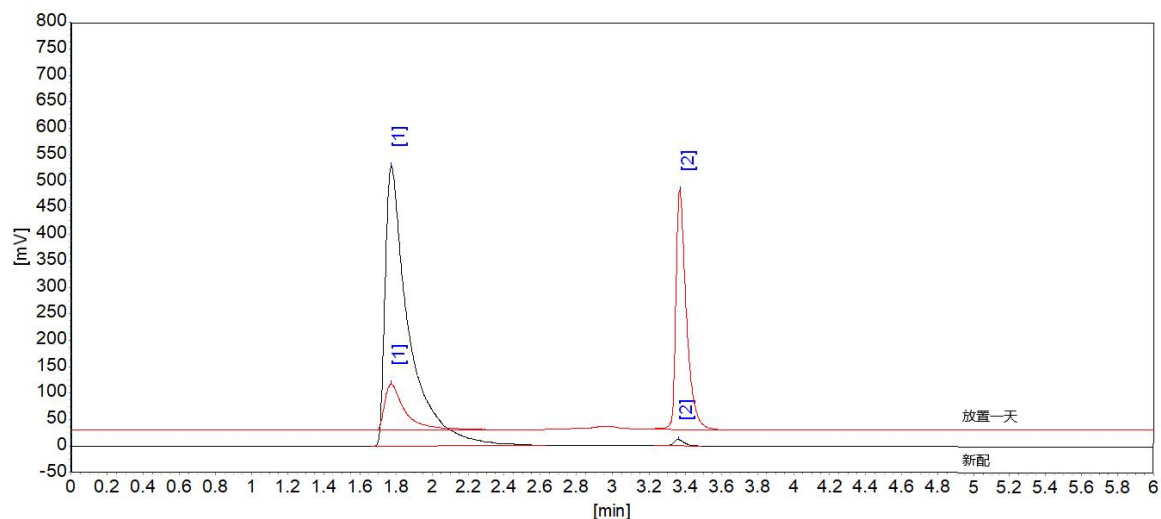
加标样品实际测得的平均含量为 2.1177%；

理论值为： $(990\mu\text{L}/10\text{mL} \times 0.0931\text{g} \times 0.9848\% + 10\mu\text{L} \times 9721.6 \text{ mg/L}) / (0.0931\text{g}/10) = 2.0192\%$ ；

回收率为 $2.1177/2.0192=104.88\%$

说明

1. 本实验中发现，氰基丙烯酸正丁酯样品在本实验条件下容易变质，放置一段时间后，峰的数量及含量差别较大，详见下图。建议采用气相色谱分析。



2. 以上数据仅供参考，如有问题，请电话联系。