

TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)的测定 分析报告

——枝江市楚怡化工有限公司

一、检测方法:

福立方法。

二、客户要求:

TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)的含量测定。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离, 紫外检测器检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 面积归一化法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 甲醇: 色谱纯

4.1.2 二氯甲烷: 色谱纯

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 四元低压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)

4.2.2 分析天平: 感量 0.0001g

五、样品制备

5.1 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#1 样品溶液: 称取 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#1 样品 19.2mg, 加 2.0mL 二氯甲烷超声溶解, 用甲醇稀释定容至 10mL, 过 0.45 μ m 有机滤膜, 待进样。

5.2 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#2 样品溶液: 称取 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#1 样品 20.6mg, 加 2.0mL 二氯甲烷超声溶解, 用甲醇稀释定容至 10mL, 过 0.45 μ m 有机滤膜, 待进样。

六、仪器条件

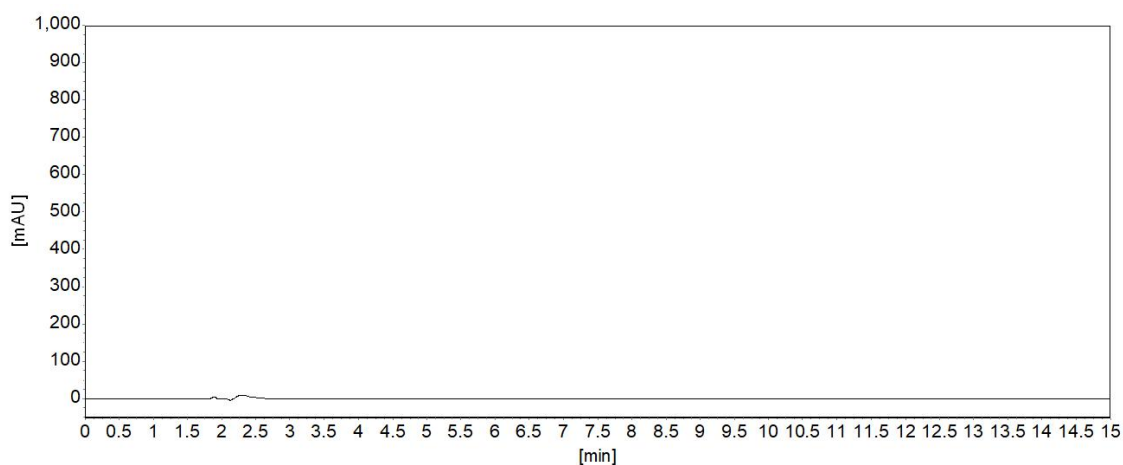
a) 色谱柱: Sunniest C8, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m

b) 进样量: 10 μ L

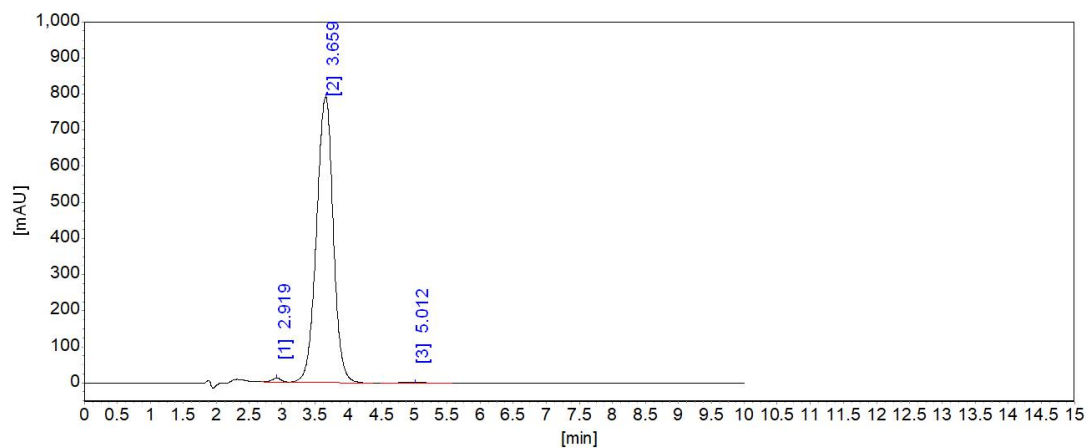
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV220 nm
- e) 柱温: 35°C
- f) 流动相: 以甲醇: 二氯甲烷=80: 20 为流动相

七、分析结果

7.1 试剂空白谱图

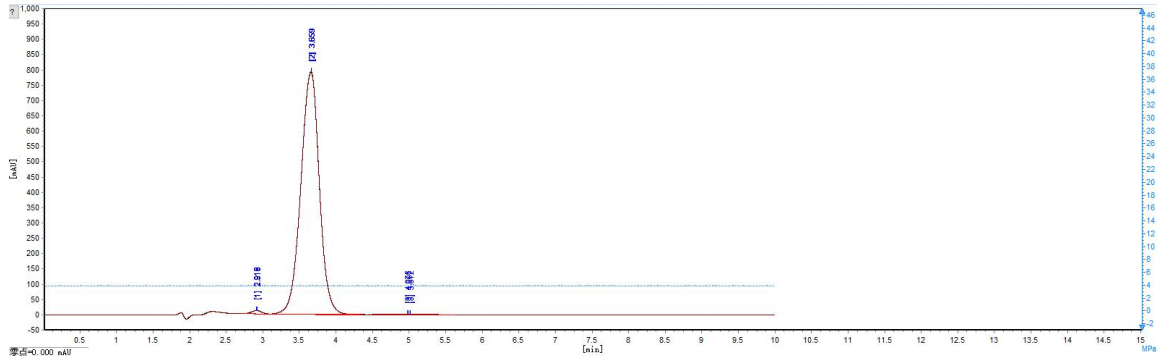


7.2 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#1 样品谱图及三针重复性结果



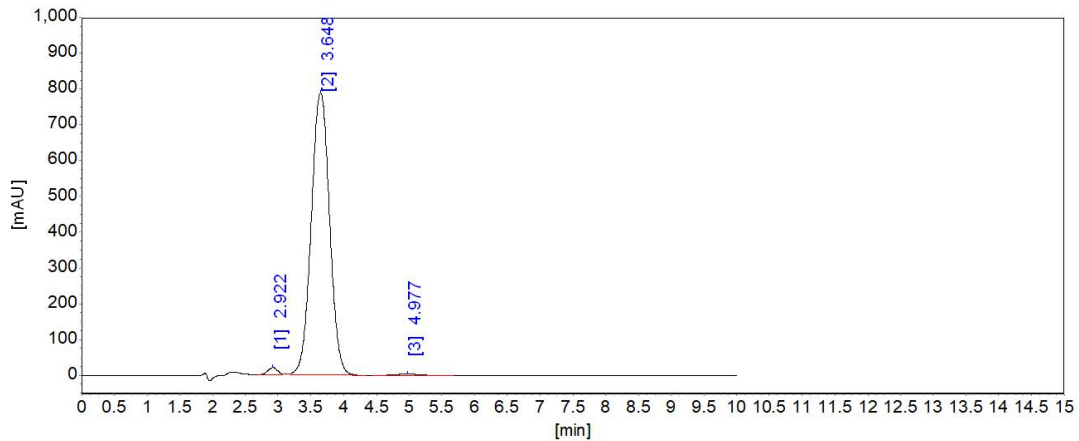
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		2.919	10750.6	101897.5	0.7251
2		3.659	791329.2	13897930.9	98.9025
3		5.012	1681.2	52329.3	0.3724
总计:			803761.0	14052157.8	100.0000



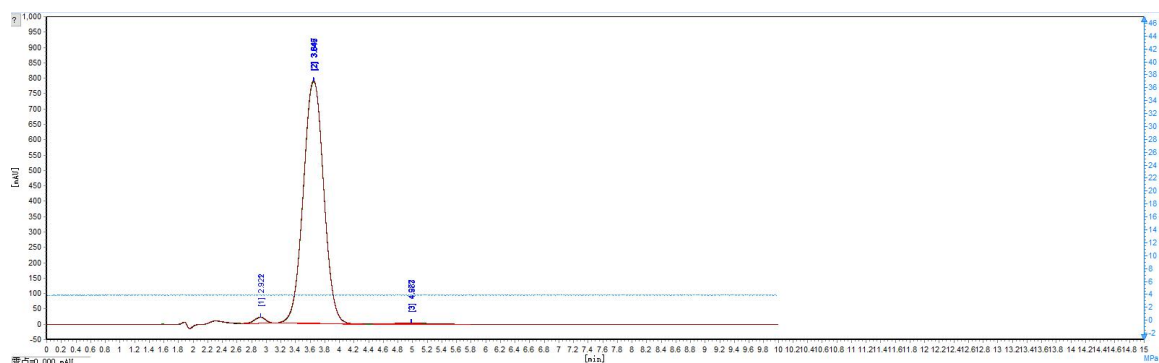
峰序	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	含量最小值	含量最大值	谱图数
1		2.918	0.017	102188.5	0.410	10740.8	0.236	0.7270	0.442	0.7251	0.7308	3
2		3.659	0.000	13900106.1	0.061	791342.4	0.092	98.8952	0.010	98.8843	98.9025	3
3		4.994	0.376	53090.0	1.695	1725.8	3.012	0.3777	1.717	0.3724	0.3849	3

7.3 TDTM(十三烷醇偏苯三酸酯)#2 样品谱图及三针重复性结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		2.922	19793.2	204795.1	1.3124
2		3.648	786548.5	15289460.6	97.9773
3		4.977	3317.4	110841.5	0.7103
总计:			809659.1	15605097.2	100.0000



峰序	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	含量最小值	含量最大值	谱图数
1		2.922	0.017	204512.1	0.317	19778.1	0.425	1.3077	0.369	1.3027	1.3124	3
2		3.648	0.023	15323538.2	0.208	787441.1	0.177	97.9819	0.013	97.9718	97.9965	3
3		4.977	0.107	111105.0	1.475	3268.8	2.674	0.7104	1.368	0.7008	0.7202	3

以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。