

甲酸，乙酰丙酸和 2，5-呋喃二甲酸（C18 色谱柱）

分析报告

一、检测方法：

福立方法。

二、客户要求：

样品中甲酸，乙酰丙酸和 2，5-呋喃二甲酸含量测定。

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，外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 甲醇：色谱纯

4.1.2 纯水：

4.1.3 磷酸：分析纯

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 0.0001 g

4.2.3 微孔滤膜：0.45μm

五、样品溶液的制备

5.1 甲酸溶液：称取福立提供的甲酸 0.6333g，用甲醇溶解并稀释至 10mL，再用流动相稀释 200 倍，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

5.2 乙酰丙酸溶液：称取客户提供的乙酰丙酸 0.3303g，用甲醇溶解并稀释至 10mL，再用流动相稀释 100 倍，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

5.3 2,5-呋喃二甲酸溶液：称取客户提供的 2,5-呋喃二甲酸 8.8mg，用甲醇溶解并稀释至 10mL，

再用流动相稀释 5 倍，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

5.4 甲酸、乙酰丙酸和 2,5-呋喃二甲酸混合标准溶液：分别移取 5.1 甲酸储备甲醇溶液 25 μL 、5.2 乙酰丙酸储备甲醇溶液 50 μL 和 2,5-呋喃二甲酸储备甲醇溶液 1000 μL 于 5mL 容量瓶，用流动相稀释至刻度，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

5.5 客户第一次样品：由客户提供。直接进样。

5.6 ①样品：称取客户提供的①样品 0.4766g，用甲醇溶解并稀释至 10mL，再用流动相稀释 5 倍，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

六、仪器条件

a) 色谱柱: Sunniest C18-AQ，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm

b) 流动相: 甲醇: 0.1%磷酸水溶液=20: 80

c) 流速: 1.0 mL/min

d) 检测器: 检测波长: 时间波长:

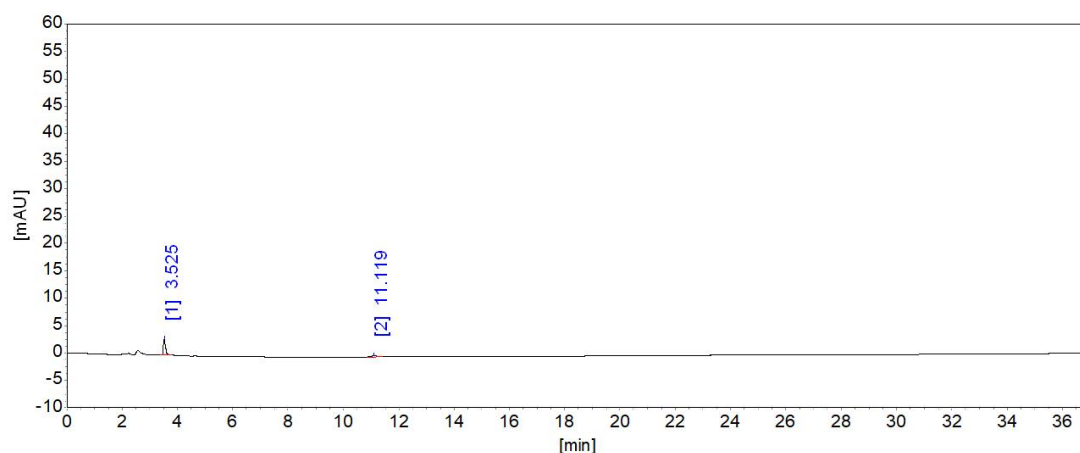
序号	时间[min]	波长[nm]	组分
1	0.0	210.0	甲酸、乙酰丙酸
2	8.0	254.0	2,5-呋喃二甲酸

e) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$

f) 进样量: 10 μL

七、分析结果

7.1 空白谱图

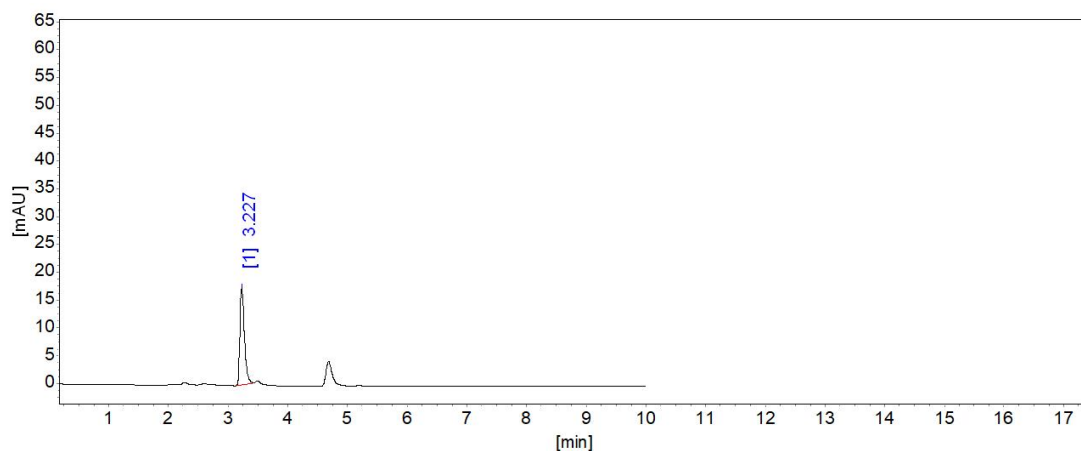


分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [ug/mL]
1		3.525	2922.9	15728.7	0.0000
2	2, 5-呋喃二甲酸	11.119	291.5	4029.8	0.0377
总计:			3214.4	19758.4	0.0377

说明: 空白中检出 2,5-呋喃二甲酸的干扰物质, 但含量极低对测定结果不产生影响。

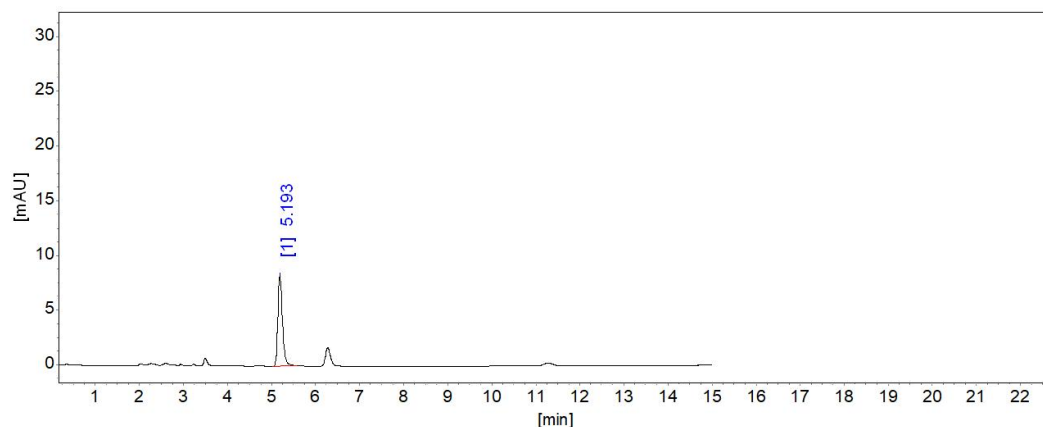
7.2 甲酸谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	甲酸	3.227	17529.9	91294.4
			17529.9	91294.4

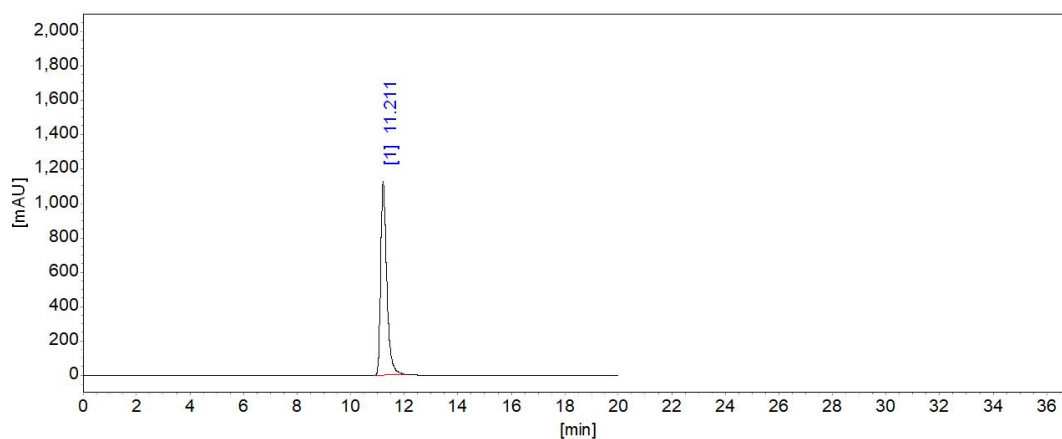
7.3 乙酰丙酸谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	乙酰丙酸	5.193	8288.2	59755.1
			8288.2	59755.1

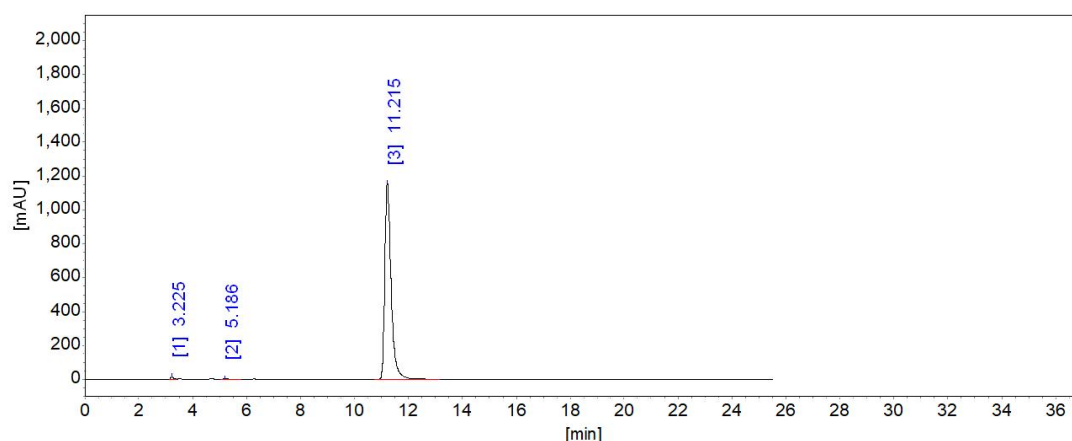
7.4 2,5-呋喃二甲酸谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	2, 5-呋喃二甲酸	11.211	1111977.9	17664646.3
			1111977.9	17664646.3

7.5 甲酸、乙酰丙酸和 2,5-呋喃二甲酸混合标液谱图及结果



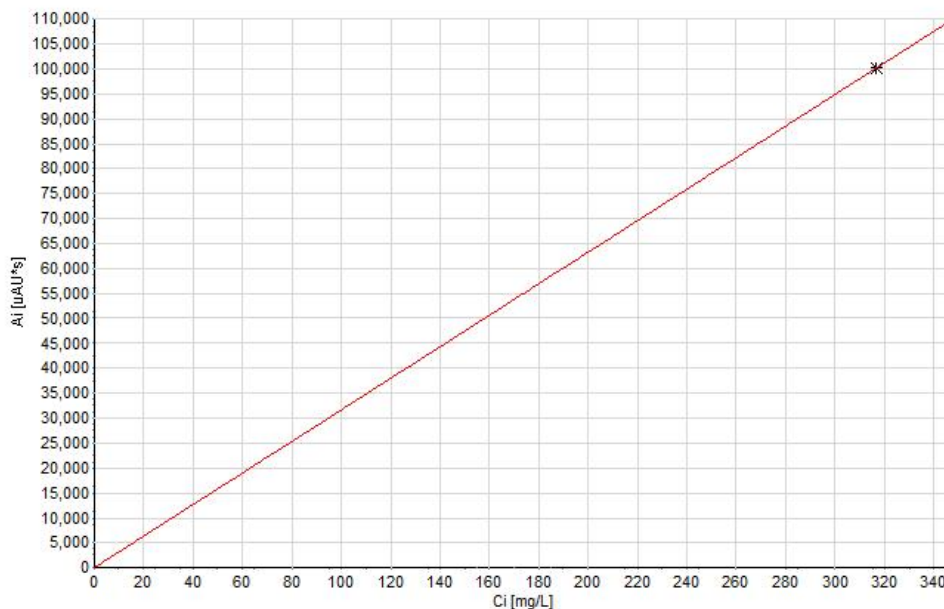
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [ug/mL]
1	甲酸	3.225	17785.4	100197.0	316.6495
2	乙酰丙酸	5.186	7447.9	57472.9	330.2998
3	2, 5-呋喃二甲酸	11.215	1158325.5	18814614.5	176.0000
总计:			1183558.8	18972284.4	822.9493

7.6 甲酸、乙酰丙酸和 2,5-呋喃二甲酸混合标液单点校正曲线

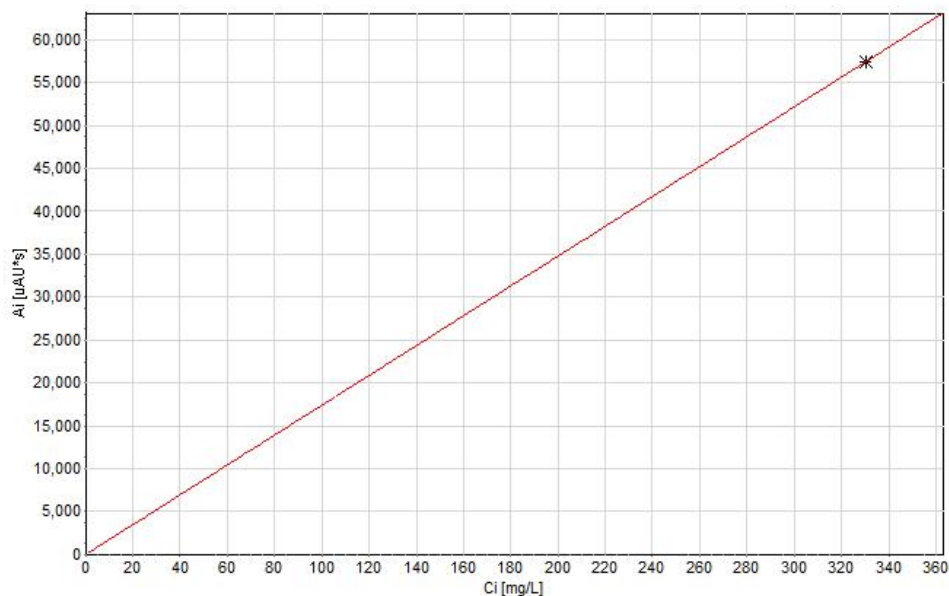
组分[甲酸]: 曲线方程: $C_i = 0.00316027 * A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=0.00316027$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$



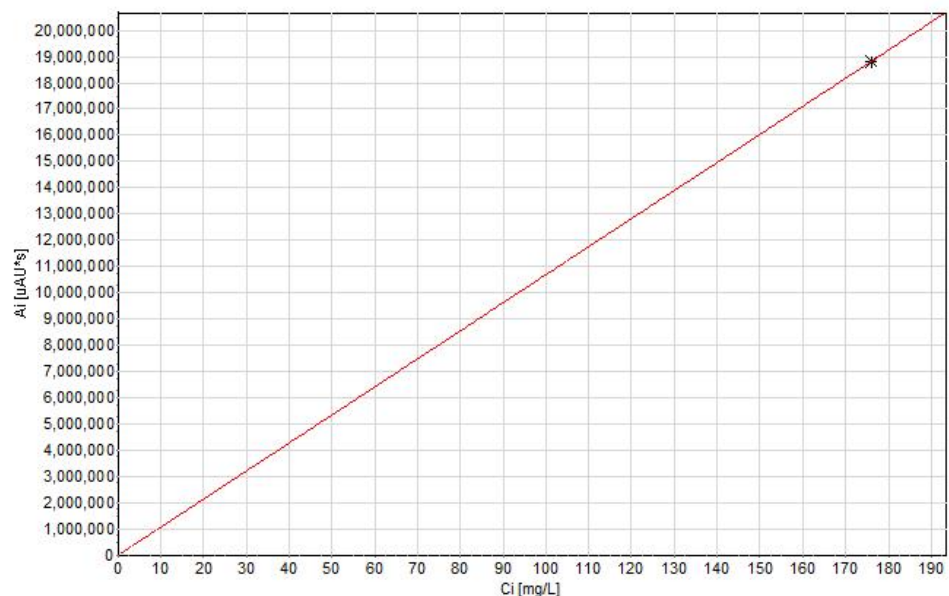
谱图文件	面积Ai	浓度C	纯度Wi [mg]	Yi=Ai	Xi=Ci	偏差%
(006-040-01) 西安科技大学呋喃二甲酸[混标].std	100197.0	316.65	0.0031665	100197	316.65	0.000

组分[乙酰丙酸]: 曲线方程: $C_i = 0.00574705 \cdot A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=0.00574705$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$


谱图文件	面积Ai	浓度C	纯度Wi [mg]	Yi=Ai	Xi=Ci	偏差%
(006-040-01) 西安科技大学咪唑二甲酸[混标].std	57472.9	330.3	0.003303	57472.9	330.3	0.000

组分[2, 5-咪唑二甲酸]: 曲线方程: $C_i = 9.35443E-006 \cdot A_i$

校正因子: $f_0=0$, $f_1=9.35443E-006$ 相关系数: $r^2 = 1.00000$


谱图文件	面积Ai	浓度C	纯度Wi [mg]	Yi=Ai	Xi=Ci	偏差%
(006-040-01) 西安科技大学咪唑二甲酸[混标].std	18814614.5	176	0.00176	1.88146E007	176	0.000

地址: 四川省成都市成华区成致路50号3栋2单元3楼

分析员: 刘海侠

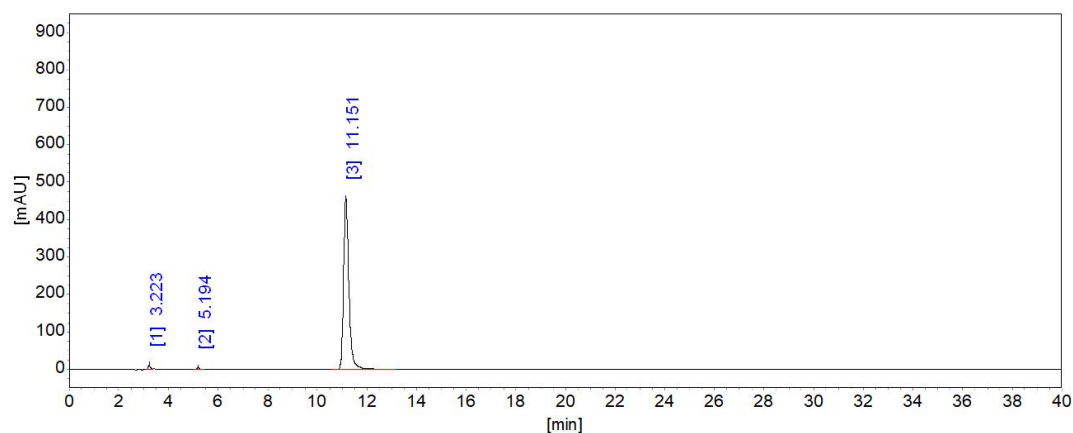
电话: 15657600027

邮编: 610052

审核: 金迁

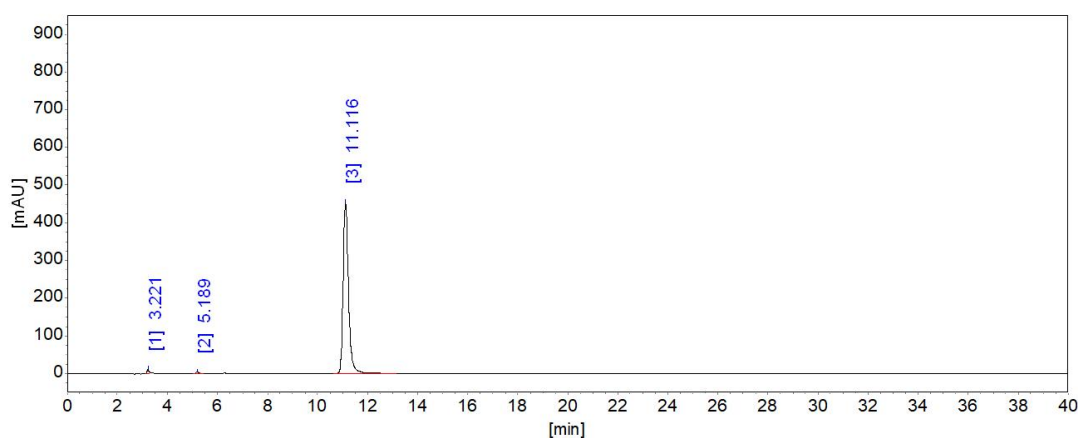
日期: 2023.8.28

7.6 客户第一次样品谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [ug/mL]
1	甲酸	3.223	11154.6	53746.5	169.8533
2	乙酰丙酸	5.194	4779.2	33022.5	189.7822
3	2, 5-呋喃二甲酸	11.151	457034.9	6823656.3	63.8314
总计:			472968.7	6910425.3	423.4670



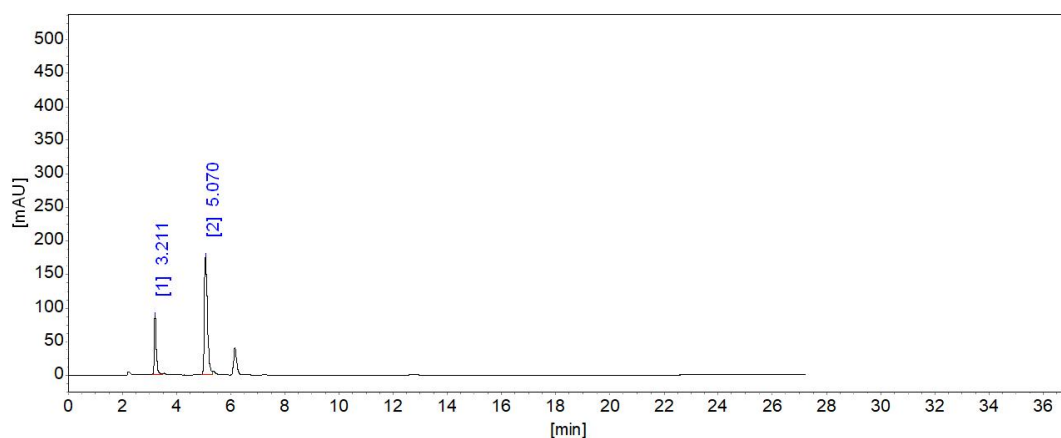
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [ug/mL]
1	甲酸	3.221	11137.4	52699.3	166.5440
2	乙酰丙酸	5.189	4843.4	33516.2	192.6191
3	2, 5-呋喃二甲酸	11.116	455312.4	6778329.6	63.4074
总计:			471293.2	6864545.1	422.5705

7.7 ①样品谱图及结果

地址: 四川省成都市成华区成致路50号3栋2单元3楼
 分析员: 刘海侠
 电话: 15657600027

邮编: 610052
 审核: 金迁
 日期: 2023.8.28



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	含量 [%]
1	甲酸	3.211	88774.3	462073.5	15.3197
2	乙酰丙酸	5.070	177608.4	1411698.5	85.1144
总计:			266382.7	1873772.0	100.4341

以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系。