

苯基磷酸和苯基次磷酸 分析报告

——湖北武汉光谷生物城

一、检测方法：

福立方法。

二、客户要求：

样品苯基磷酸和苯基次磷酸分离条件的优化。

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，面积归一化定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 乙酸铵：分析纯

4.1.3 纯水：

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：0.45 μ m

五、样品溶液的制备

5.1 苯基磷酸溶液：苯基磷酸样品 2.9mg，用水溶解并稀释至 1.5mL，再用流动相稀释 10 倍，过 0.45 μ m 有机滤膜，待进样。

5.2 苯基次磷酸溶液：苯基次磷酸样品 3.1mg，用水溶解并稀释至 1.5mL，再用流动相稀释 10 倍，过 0.45 μ m 有机滤膜，待进样。

5.3 苯基磷酸和苯基次磷酸溶液：将苯基磷酸溶液 5.1 和苯基次磷酸溶液 5.2 等比例混合，用流动相稀释 10 倍，过 0.45 μ m 有机滤膜，待进样。

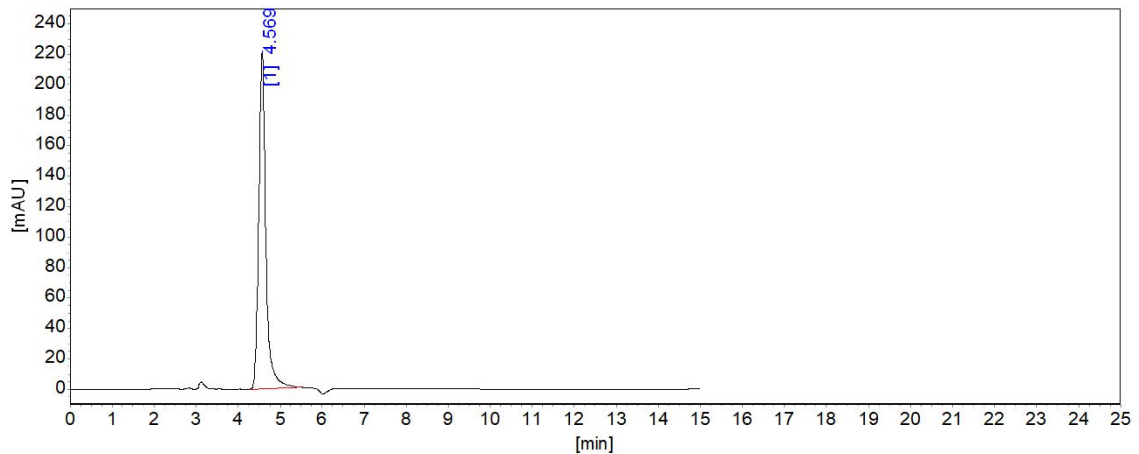
六、仪器条件

6.1 苯基磷酸和苯基次磷酸混合溶液的色谱条件

- a) 色谱柱：NuovaSil Diol C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m
- b) 流速：1.0mL/min
- c) 检测波长：225nm
- d) 柱温：35 $^{\circ}$ C
- e) 进样量：10 μ L
- f) 流动相：乙腈：20 mmol/L 乙酸铵水溶液=80：20

七、分析结果

7.1 苯基磷酸三针重复性谱图及结果



分析结果表

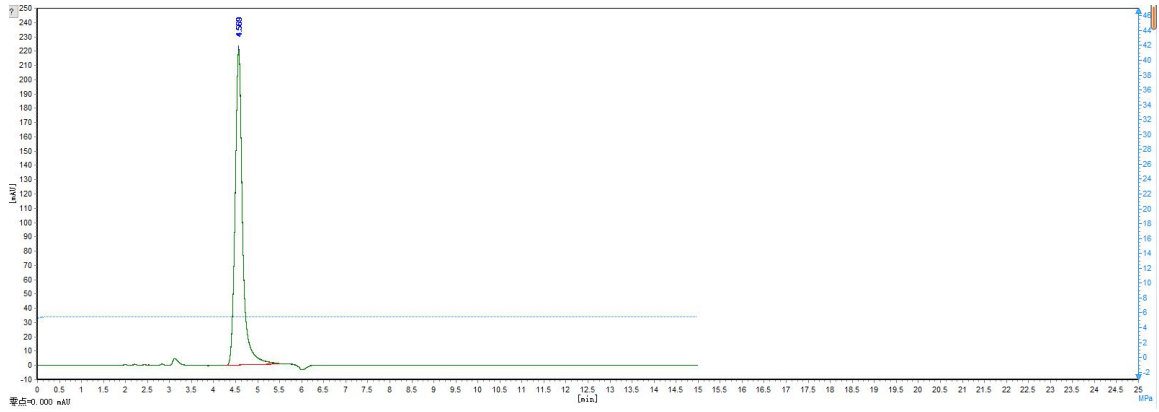
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		4.569	220430.5	2588951.3	100.0000
总计：			220430.5	2588951.3	100.0000

系统评价表

柱长：250mm

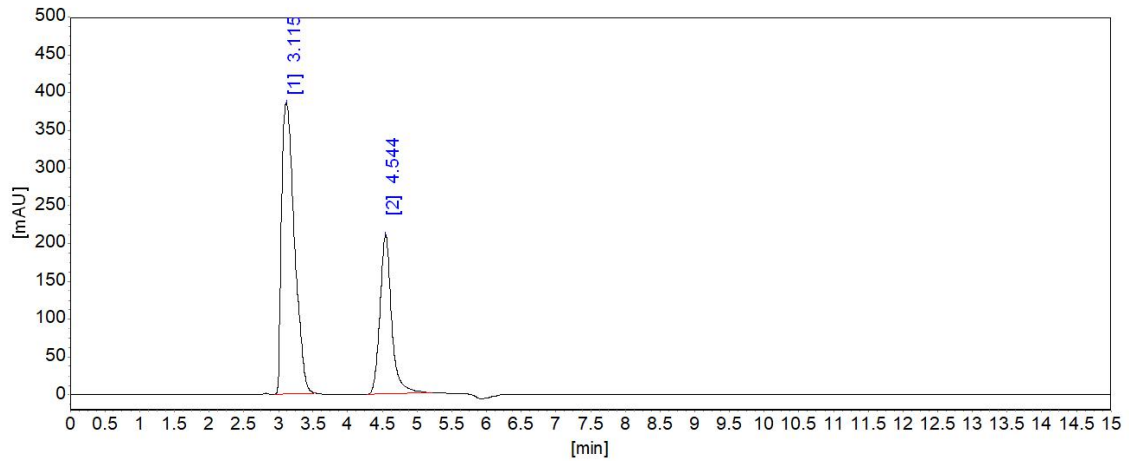
死时间：

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		4.569	0.16286	0.0000	4360	0	17439	0	0.000	1.271



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		4.569	0.007	2596771.5	0.264	220785.4	0.144	100.0000	0.000	100.0000	100.0000	3

7.2 苯基磷酸和苯基次磷酸混合溶液两针重复性谱图及结果

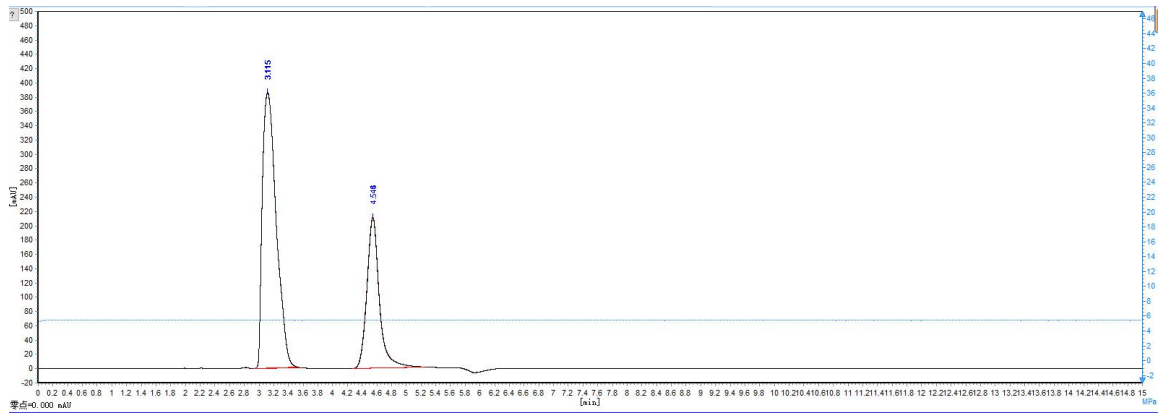


分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		3.115	385978.5	5051867.1	67.2663
2		4.544	210640.5	2458379.1	32.7337
总计:			596619.0	7510246.2	100.0000

系统评价表

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	理论塔 板/米	有效塔 板/米	分离度	拖尾 因子
1		3.115	0.20510	0.0000	1278	0	5113	0	0.000	1.664
2		4.544	0.16581	0.4586	4161	411	16643	1645	4.545	1.240



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		3.115	0.000	5058141.4	0.175	385677.9	0.110	67.2537	0.027	67.2410	67.2663	2
2		4.545	0.036	2462850.0	0.257	210638.2	0.002	32.7463	0.055	32.7337	32.7590	2

说明：（1）客户要求苯基磷酸和苯基次磷酸能够在色谱柱有所保留，并且两种物质能够有效分离，通过优化，已经达到客户的要求。

以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。