

维生素 A 醋酸酯中 DMF 的含量测定 分析报告

——安徽智新生化有限公司

一、检测方法：

福立方法。

二、客户要求：

维生素 A 醋酸酯样品中 DMF 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，外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯

4.1.2 水：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：0.22 μ m

五、样品溶液的制备

5.1 DMF 标准储备溶液制备：称取 DMF 标准溶液（99.5%）21.3mg，用水溶解稀释至 10mL，摇匀，即得。

5.2 DMF 标准中间溶液（100.0mg/L）：精密吸取 5.1DMF 标准储备溶液 470 μ L，用水稀释至 10mL，摇匀，即得。

5.3 DMF 系列标准溶液：精密吸取 5.2DMF 标准中间溶液（100.0mg/L）不同的体积，用水稀释制备成 0.01、0.05、0.50、1.00、5.00、10.0、50.0 和 100.0mg/L 的 DMF 系列标准溶液，待进样。

5.4 维生素 A 醋酸酯样品溶液：称取维生素 A 醋酸酯样品 0.5578g 于 25mL 容量瓶中，加 5mL

乙腈超声溶解，再加约 15mL 水，超声提取 15min，取出，冷却至室温，用水定容至刻度，转移至 50mL 离心管中，4000 转离心 10min，用 0.22 μ m 有机滤膜过滤，待进样。

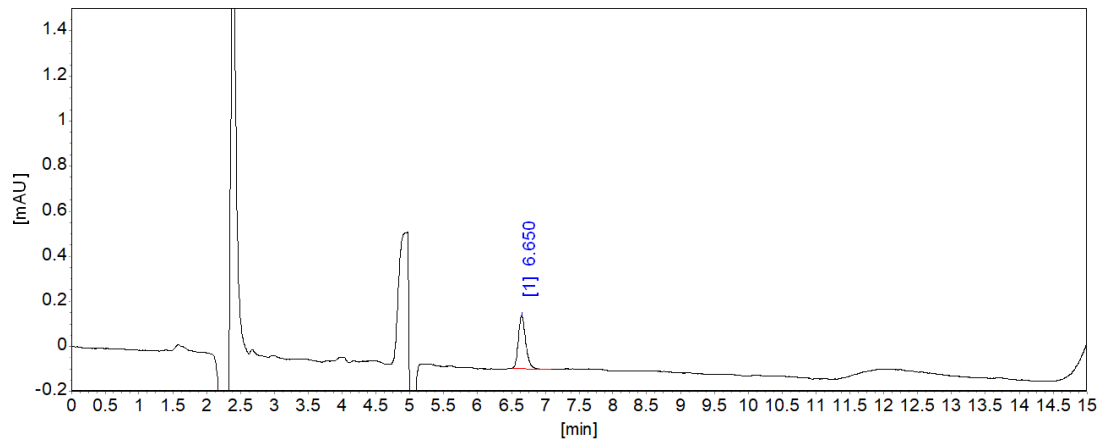
六、仪器条件

- a) 色谱柱: NuovaSil C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m
- b) 流动相: 乙腈: 水=5: 95
- c) 流速: 0.8 mL/min
- d) 检测器: UV210 nm
- e) 柱温: 30 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 10 μ L

七、分析结果

7.1 系列标准溶液谱图及结果

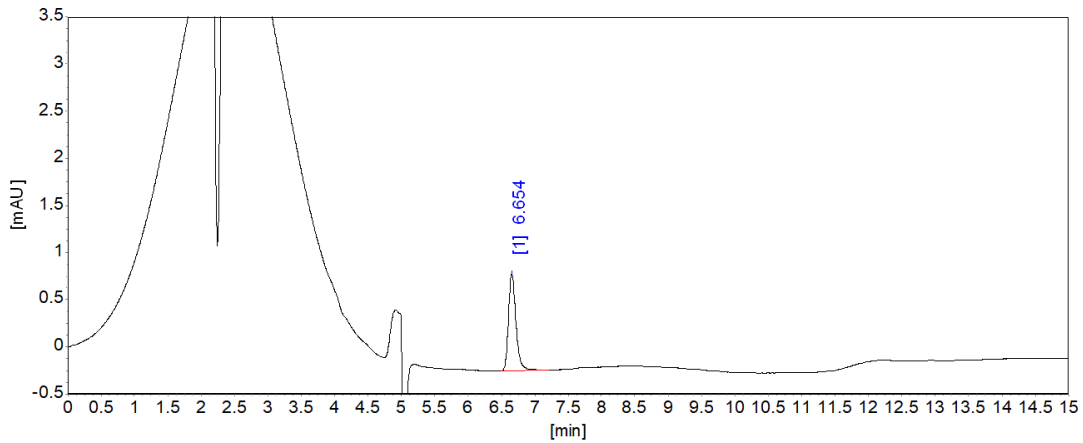
7.1.1 0.01mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.650	233.8	1767.9	100.0000
总计:			233.8	1767.9	100.0000

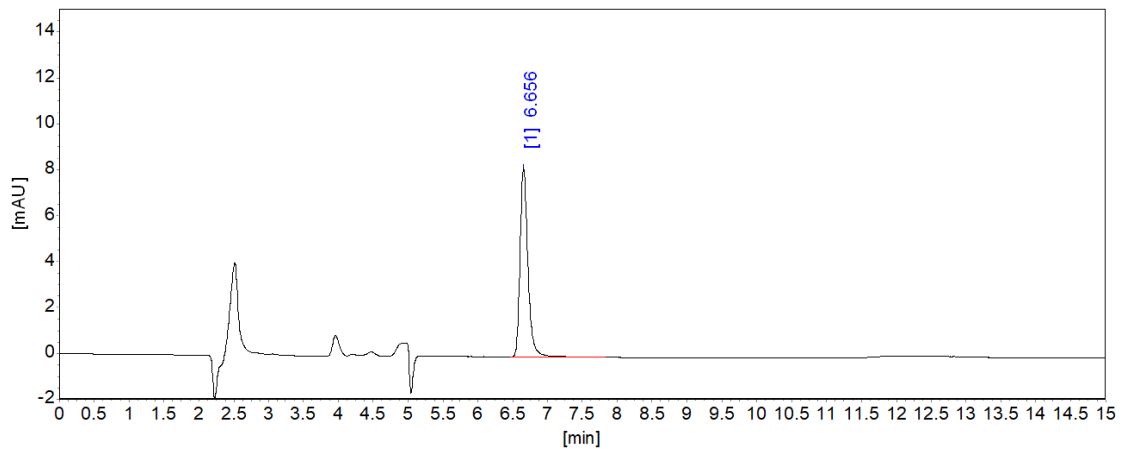
7.1.2 0.05mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.654	1031.0	7965.8	100.0000
总计:			1031.0	7965.8	100.0000

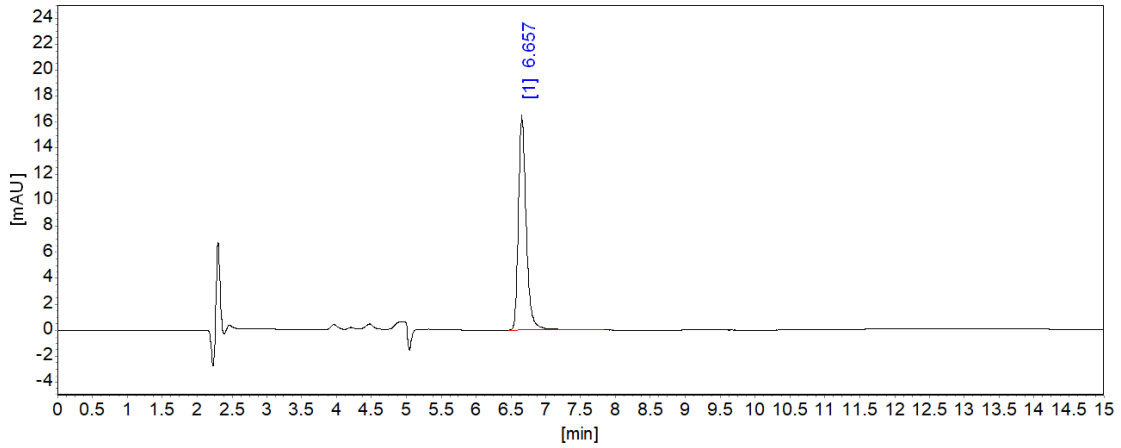
7.1.3 0.50mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.656	8228.1	64547.2	100.0000
总计:			8228.1	64547.2	100.0000

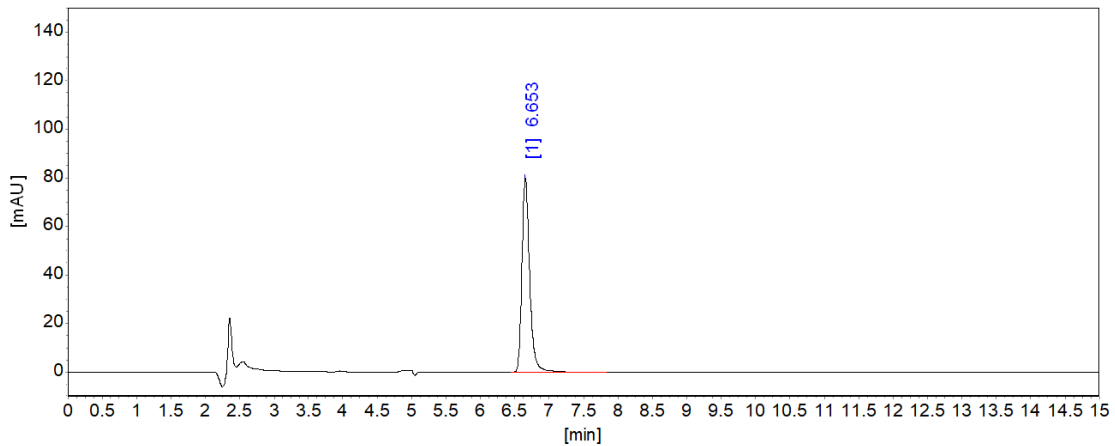
7.1.4 1.00/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.657	16276.3	127737.0	100.0000
总计:			16276.3	127737.0	100.0000

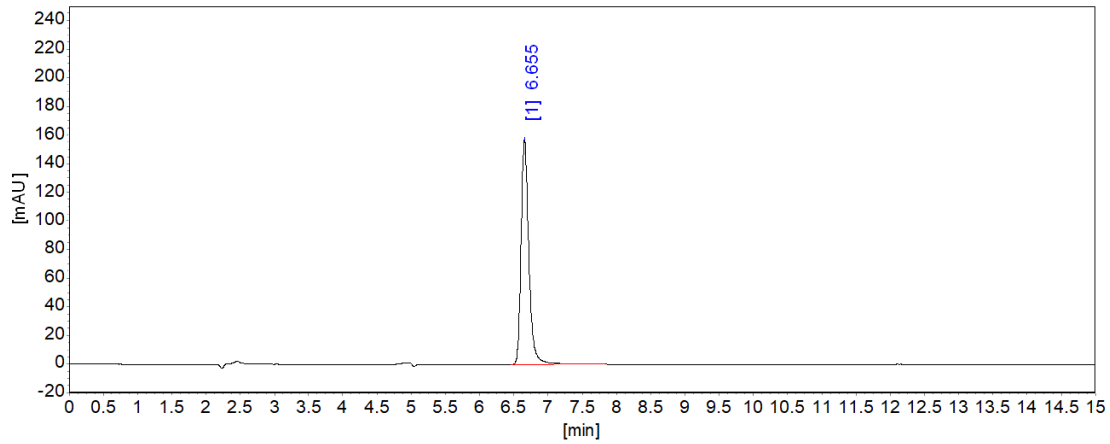
7.1.5 5.00mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.653	80014.0	627138.1	100.0000
总计:			80014.0	627138.1	100.0000

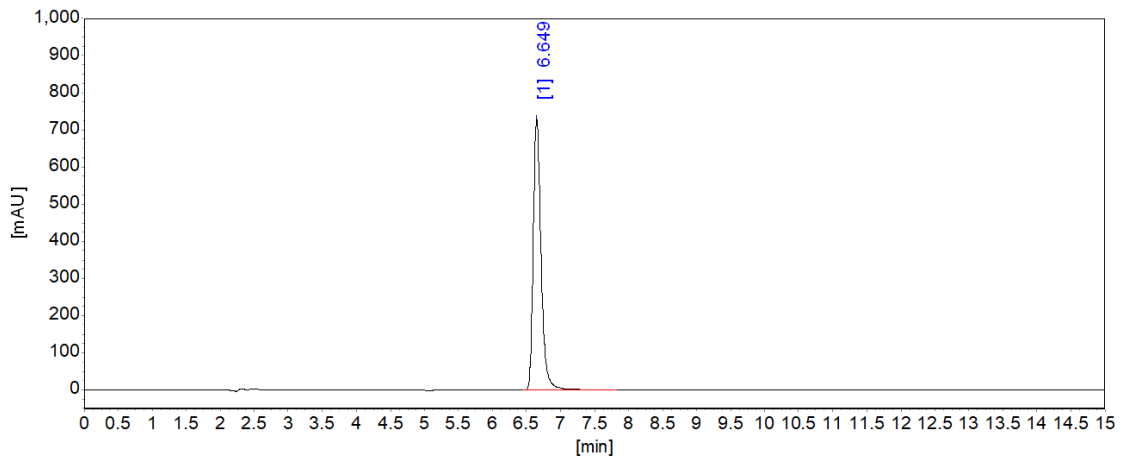
7.1.6 10.0mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.655	156752.5	1233126.0	100.0000
总计:			156752.5	1233126.0	100.0000

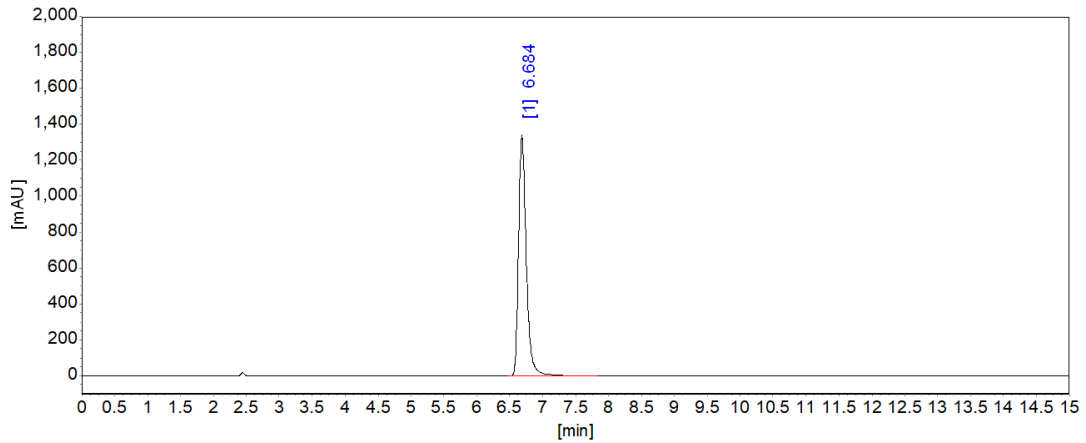
7.1.7 50.0mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.649	731302.2	5857872.8	100.0000
总计:			731302.2	5857872.8	100.0000

7.1.8 100.0mg/LDMF 标准溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	DMF	6.684	1326247.6	10906437.0	100.0000
总计:			1326247.6	10906437.0	100.0000

7.2 标准曲线方程及相关系数

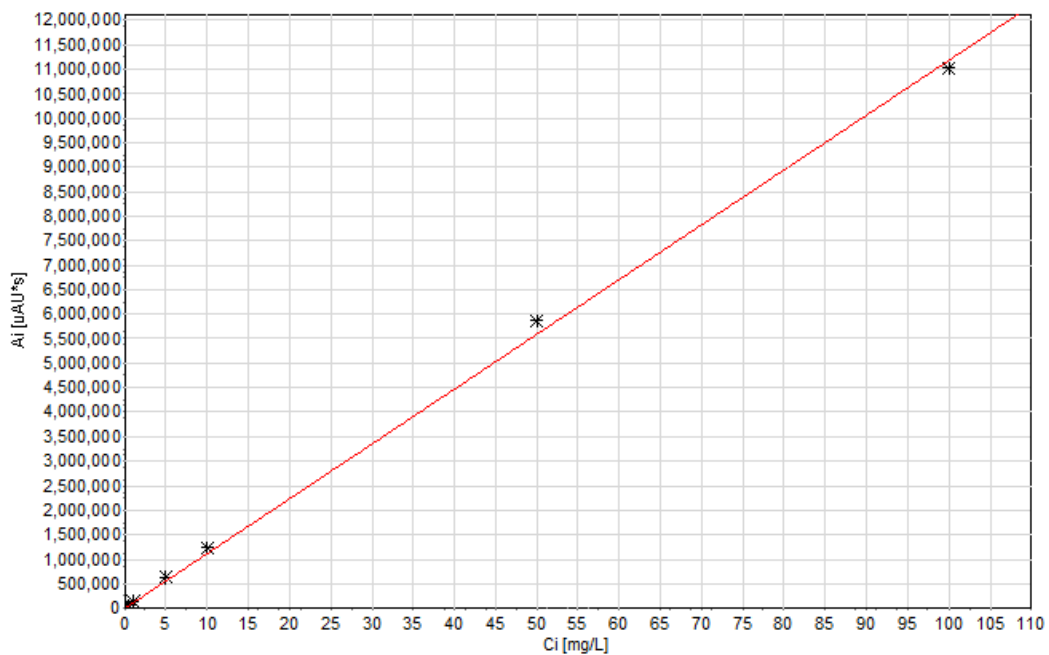
被校正的方法: DMF

校正时间: 2022-03-29 16:17:41

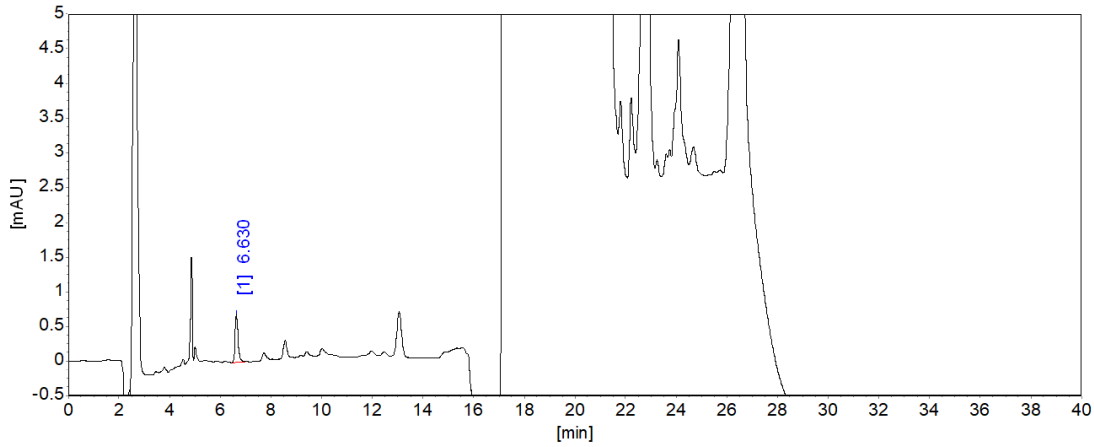
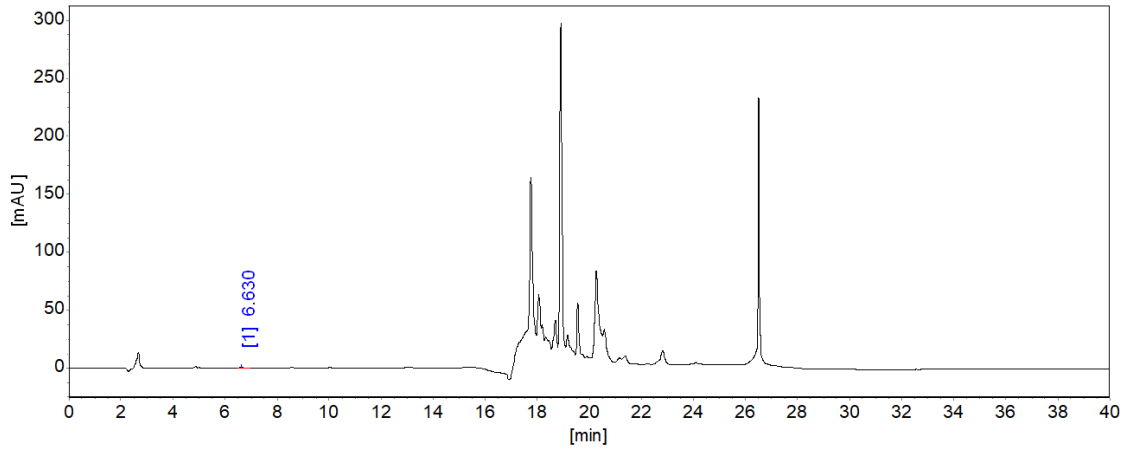
曲线类型: 直线(使用并过零点)

组分[DMF]: 曲线方程: $C_i = 8.94343E-006 * A_i$

校正因子: $f_0=0, f_1=8.94343E-006$ 相关系数: $r^2 = 0.99904$

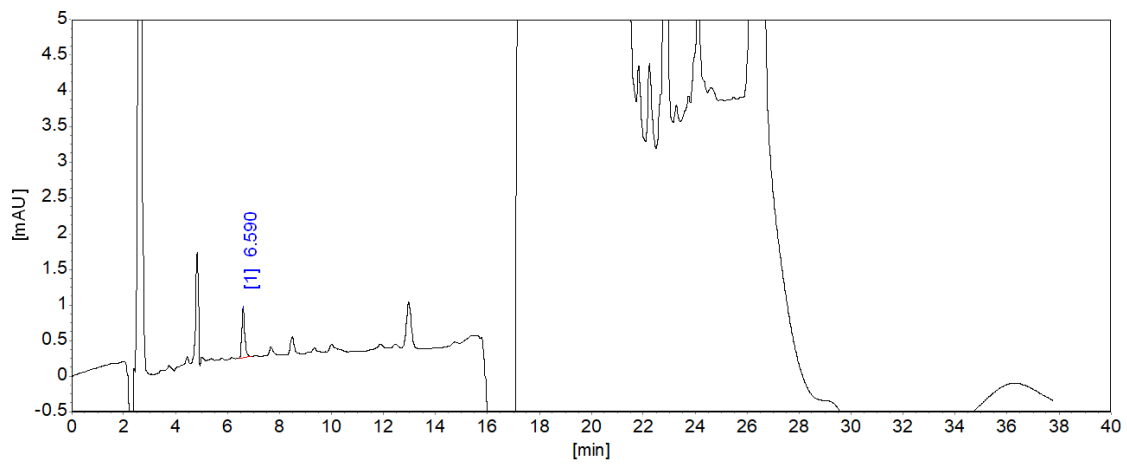
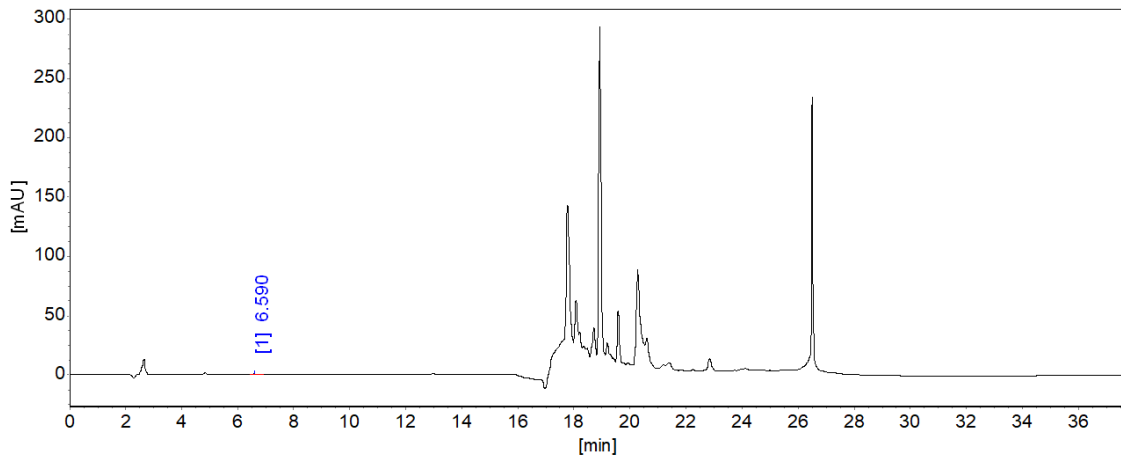


7.3 维生素 A 醋酸酯样品中 DMF 谱图及结果



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%	含量 [mg/kg]
1	DMF	6.630	704.4	5685.0	100.0000	2.2787
总计:			704.4	5685.0	100.0000	2.2787



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%	含量 [mg/kg]
1	DMF	6.590	690.6	5520.4	100.0000	2.2128
总计：			690.6	5520.4	100.0000	2.2128

以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。