

快速测定短链脂肪酸的方法

一、客户要求

尽量缩短 6 种挥发性有机酸的分析周期、方法的相对标准偏差 $RSD\% \leq 10\%$ 。

二、方法概述

本实验采用己酸为内标，在 5 分钟之内能将 6 种挥发性有机酸及内标物获得完全分离，6 种有机酸的线性相关系数 r^2 均大于 0.999，连续 5 针结果的相对标准偏差 $< 2\%$ 。

三、仪器配置及试剂

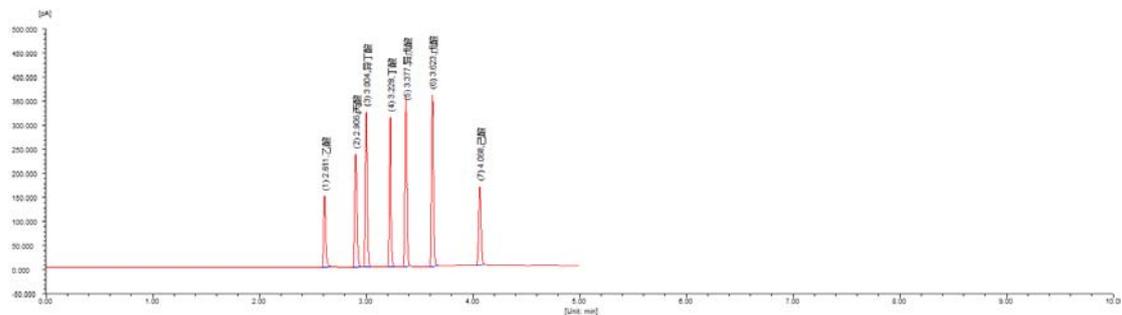
- 3.1 GC-9720Plus 气相色谱仪 宽量程 FID 氢火焰检测器
- 3.2 FL1092T 自动进样器
- 3.3 极性毛细柱
- 3.4 内标物：己酸
- 3.5 娃哈哈纯净水

四、色谱条件

仪器：福立气相色谱仪(GC-9720Plus)	COL: 75°C (0.1min) -30°C/min-180°C
检测器：宽量程 FID 氢火焰检测器	-50°C/min-220°C (1min)
色谱柱：RB-213/30m*0.32mm*0.25um	INJ: 180°C DET: 230°C
载气：N2 恒流：3.0mL/min，分流比 5:1	进样量：1.0ul 定量方式：内标法

五、实验

5.1 混标 500ug/mL 溶液典型谱图：

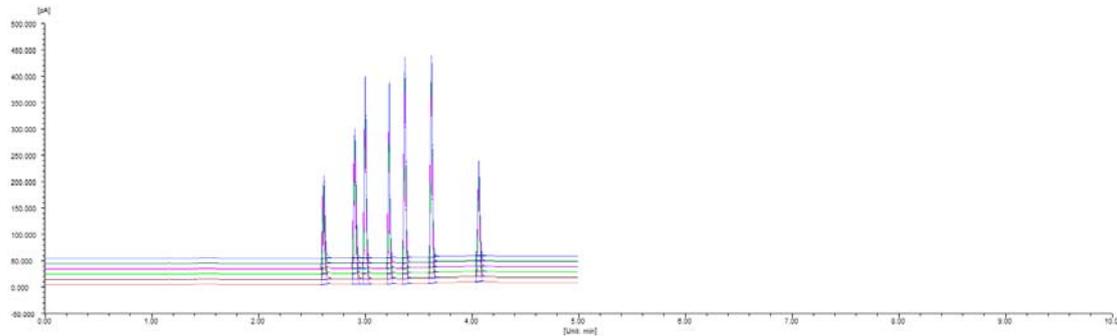




峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]	峰类型
1	乙酸	2.611	0.020	148468.3	201170.9	7.9763	7.9763	BB
2	丙酸	2.906	0.023	235307.4	347457.0	13.7765	13.7765	BB
3	异丁酸	3.004	0.020	321770.4	415570.9	16.4772	16.4772	BB
4	丁酸	3.228	0.020	311864.8	405850.6	16.0918	16.0918	BB
5	异戊酸	3.377	0.020	351021.2	447330.7	17.7364	17.7364	BB
6	戊酸	3.623	0.020	356687.9	456875.5	18.1149	18.1149	BB
7	己酸	4.068	0.023	164065.5	247844.4	9.8269	9.8269	BB
总计:				1889185.5	2522100.0	100.0000	100.0000	

5.2 混标 500ug/mL 溶液连续 6 针多重谱图及重复性数据:

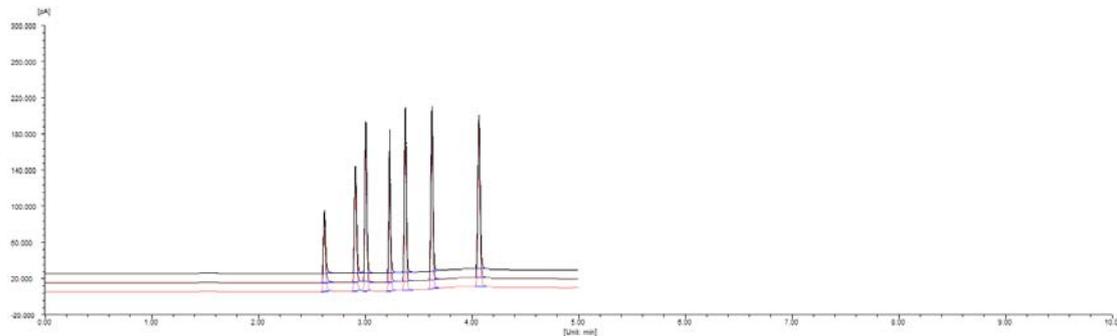
序号	文件名称	进样时间	X偏移 [秒]	Y偏移
1	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1056.src	2020-12-19 11:01:07		0
2	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1105.src	2020-12-19 11:10:48		10
3	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1115.src	2020-12-19 11:20:38		20
4	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1125.src	2020-12-19 11:30:12		30
5	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1135.src	2020-12-19 11:40:09		40
6	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样500ppm-1-1219-1144.src	2020-12-19 11:49:51		50



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	乙酸	2.613	0.116	206483.8	3.9636	153238.7	2.5849	7.9355	0.6644	6
2	丙酸	2.907	0.063	357629.5	3.3684	240830.4	1.8872	13.7469	0.7337	6
3	异丁酸	3.003	0.041	429461.0	3.9011	332026.2	3.9886	16.5050	0.3523	6
4	丁酸	3.227	0.038	417589.3	3.8538	320844.4	3.7125	16.0490	0.1952	6
5	异戊酸	3.377	0.028	462605.2	3.9970	364376.1	4.2483	17.7783	0.4332	6
6	戊酸	3.623	0.031	470092.4	4.3100	366079.3	4.2366	18.0641	0.4667	6
7	己酸	4.067	0.030	258237.0	5.0893	172847.5	5.4312	9.9212	1.7119	6

5.3 混标 250ug/mL 溶液连续 3 针多重谱图及重复性数据:

序号	文件名称	进样时间	X偏移 [秒]	Y偏移
1	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样250ppm-1-1219-1004.src	2020-12-19 10:09:03		0
2	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样250ppm-1-1219-1014.src	2020-12-19 10:19:05		10
3	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样250ppm-1-1219-1024.src	2020-12-19 10:29:19		20

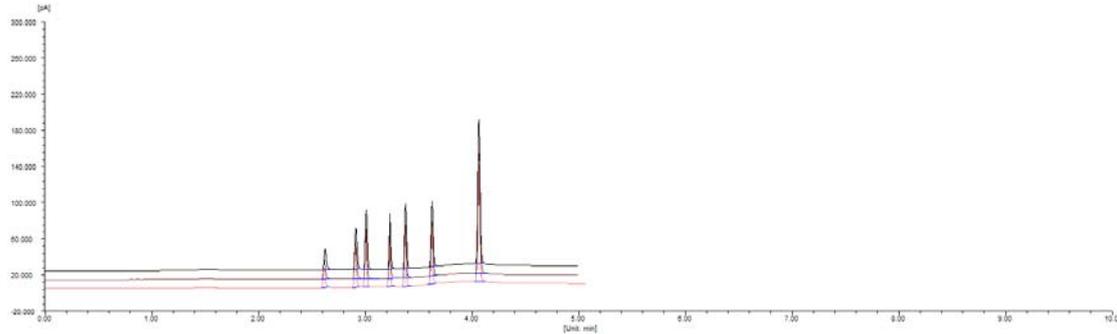




序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[FA*s]	面积RSD%	平均峰高[FA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	乙酸	2.619	0.044	98787.3	3.5618	70179.4	2.4553	6.9502	0.4136	3
2	丙酸	2.912	0.023	176557.0	2.8936	119541.3	2.0327	12.4235	0.4340	3
3	异丁酸	3.008	0.028	214671.3	3.1807	166691.6	3.0136	15.1044	0.0271	3
4	丁酸	3.232	0.026	208735.4	3.2882	158262.2	2.8413	14.6864	0.1940	3
5	异戊酸	3.381	0.025	232203.8	3.1384	181625.9	3.1763	16.3382	0.1053	3
6	戊酸	3.627	0.028	234825.4	3.3524	181567.3	3.2085	16.5219	0.2045	3
7	己酸	4.069	0.029	255459.8	2.9002	170813.6	2.7945	17.9754	0.2634	3

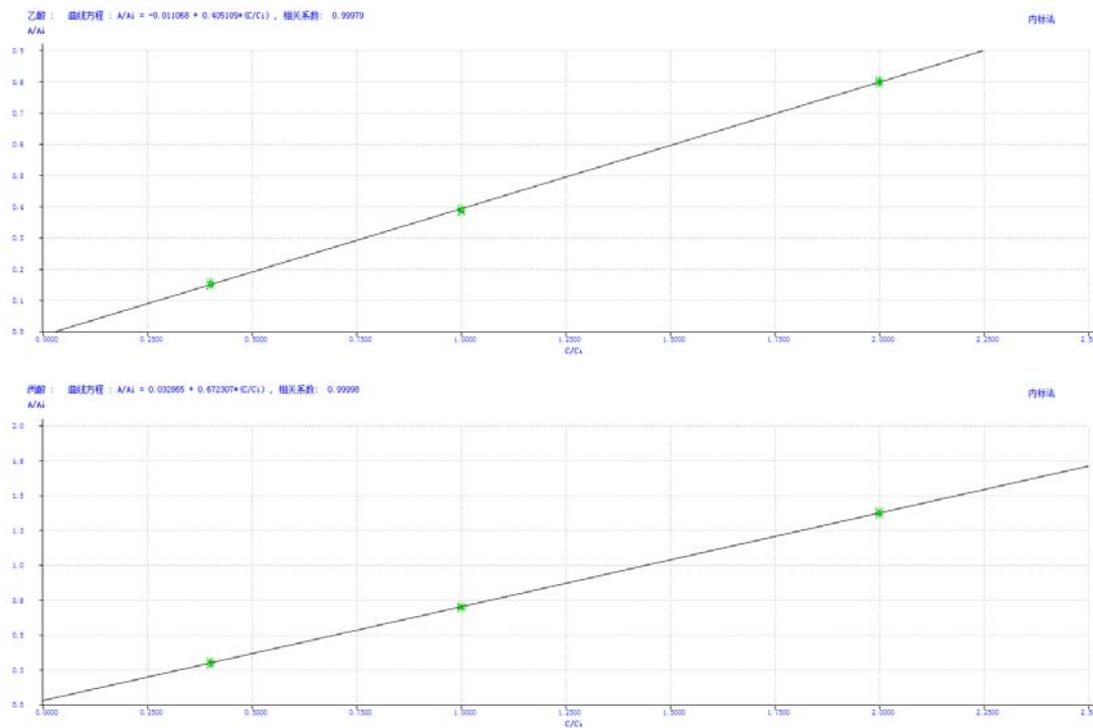
5.4 混标 100ug/mL 溶液连续 3 针多重谱图及重复性数据:

序号	文件名称	进样时间	X偏移 [秒]	Y偏移
1	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样100ppm-1-1219-0913.src	2020-12-19 09:18:37	0	0
2	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样100ppm-1-1219-0933.src	2020-12-19 09:38:48	0	10
3	<input checked="" type="checkbox"/> 水中有机酸无棉标样100ppm-1-1219-0922.src	2020-12-19 09:27:46	0	20



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[FA*s]	面积RSD%	平均峰高[FA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	乙酸	2.620	0.203	32748.1	6.6449	22294.6	5.6602	5.1643	2.0311	3
2	丙酸	2.913	0.126	64631.4	6.1110	44434.1	5.4338	10.1949	2.2712	3
3	异丁酸	3.010	0.116	77933.1	8.9972	60721.1	8.3342	12.2739	1.2531	3
4	丁酸	3.233	0.094	76501.3	6.6359	57561.7	7.3393	12.0639	1.9511	3
5	异戊酸	3.382	0.084	83848.0	9.7500	65500.1	9.8116	13.2017	2.8642	3
6	戊酸	3.627	0.080	85741.9	8.6122	65812.0	9.0708	13.5071	1.6635	3
7	己酸	4.068	0.079	213339.3	9.7298	142197.4	10.6325	33.5943	2.8990	3

5.5 校正曲线



地址：浙江温岭城东街道百丈南路95号

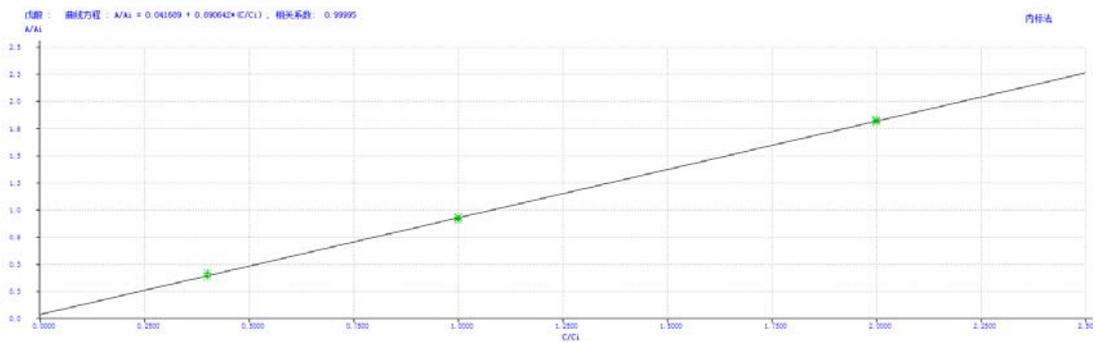
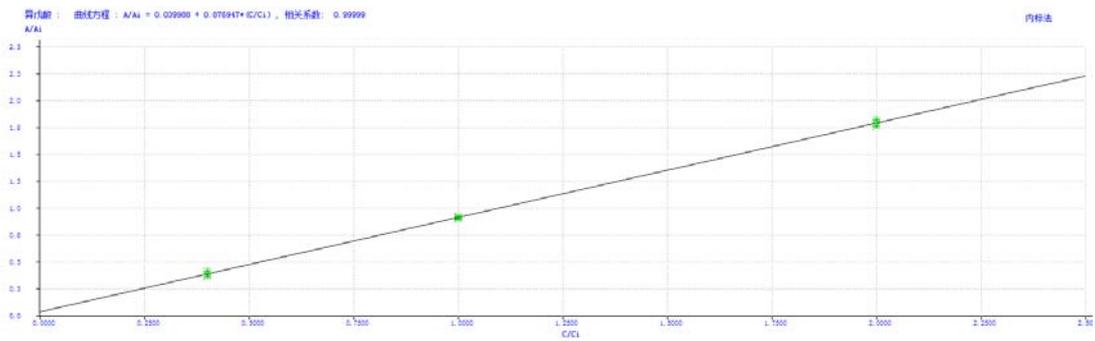
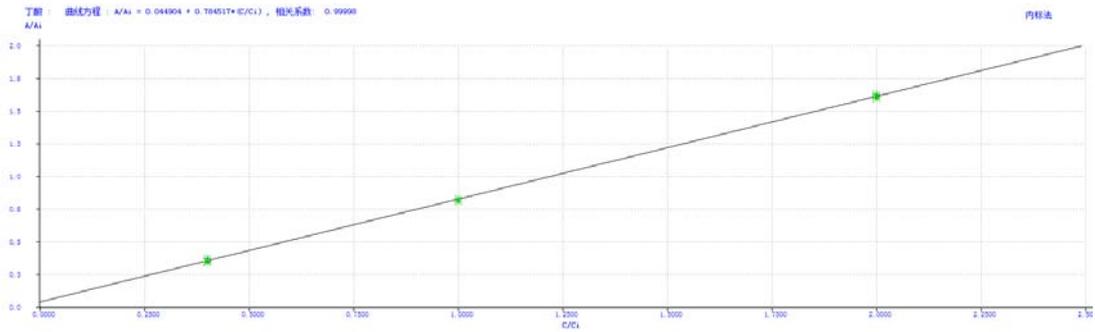
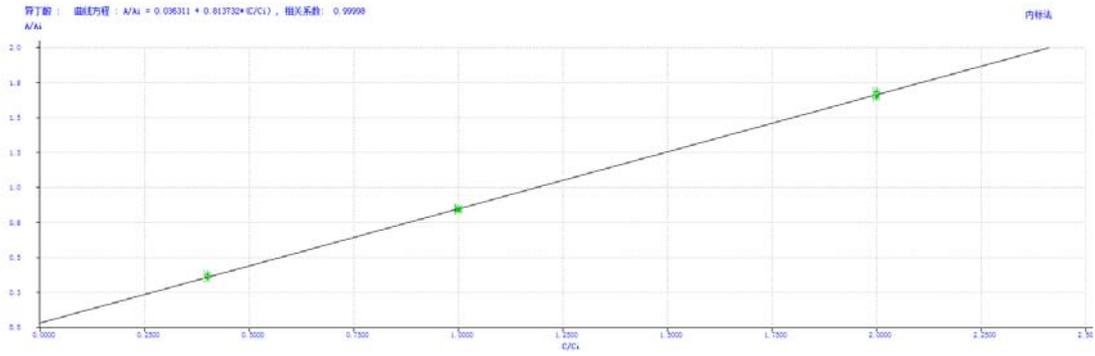
分析员：于永庆、陈卿卿、金迁

电话：15657600118

邮编：317500

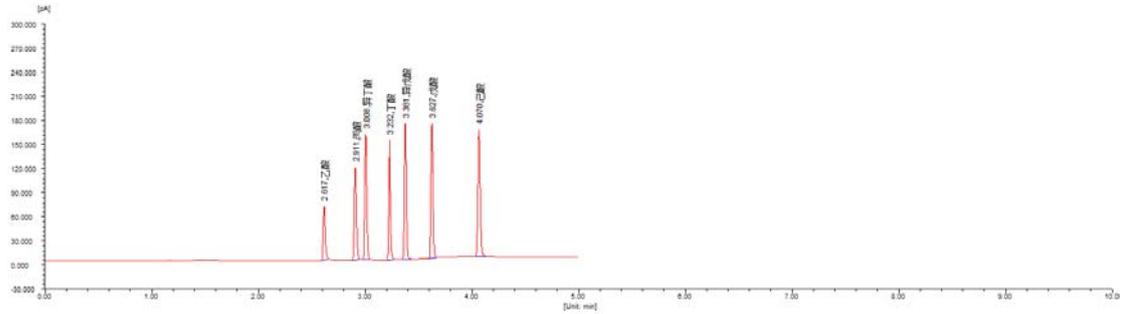
审核：金迁

日期：2020.12.19.





5.6 试样 250ug/mL 溶液典型谱图及连续 5 针结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ug]	峰类型
1	乙酸	2.617	0.021	67483.9	91268.6	6.8554	245.0143	BB
2	丙酸	2.911	0.022	116001.9	166420.4	12.5003	249.4786	BB
3	异丁酸	3.008	0.020	156981.0	201035.5	15.1003	250.0339	BB
4	丁酸	3.232	0.020	149755.2	197200.1	14.8122	251.4379	BB
5	异戊酸	3.381	0.020	170125.1	217926.0	16.3690	251.3242	BB
6	戊酸	3.627	0.020	168633.6	221015.1	16.6010	250.6491	BB
7	己酸	4.070	0.023	158474.2	236469.9	17.7619		BB
总计:				987454.9	1331335.6	100.0000	1497.9381	

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ug]	峰类型
1	乙酸	2.620	0.021	70461.7	99601.6	6.9599	246.0391	BB
2	丙酸	2.913	0.023	119401.0	177023.8	12.3699	243.9604	BB
3	异丁酸	3.009	0.020	167636.7	216189.6	15.1067	247.3305	BB
4	丁酸	3.233	0.021	158725.3	210572.4	14.7142	246.8361	BB
5	异戊酸	3.382	0.020	183240.1	234079.9	16.3568	248.3016	BB
6	戊酸	3.628	0.020	182479.6	236663.9	16.5374	246.8288	BB
7	己酸	4.070	0.023	170560.5	256954.7	17.9552		BB
总计:				1052504.9	1431085.9	100.0000	1479.2965	

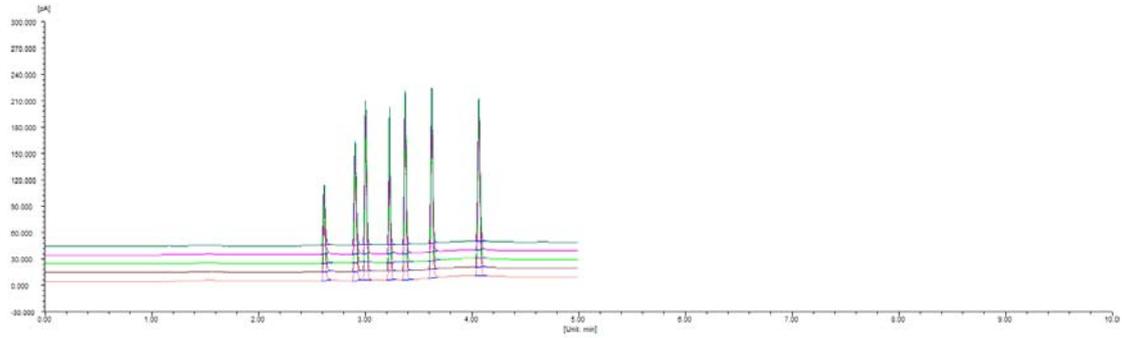
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ug]	峰类型
1	乙酸	2.618	0.020	68332.6	94932.9	6.9178	243.6151	BB
2	丙酸	2.911	0.023	117184.5	171230.8	12.4777	245.1290	BB
3	异丁酸	3.008	0.020	161262.7	207211.9	15.0997	246.1464	BB
4	丁酸	3.232	0.020	153551.8	201140.2	14.6573	244.7541	BB
5	异戊酸	3.381	0.020	175221.7	224161.7	16.3348	246.8844	BB
6	戊酸	3.626	0.020	175339.4	226196.4	16.4831	244.9190	BB
7	己酸	4.069	0.023	166171.8	247417.4	18.0295		BB
总计:				1017064.4	1372291.5	100.0000	1471.4480	

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ug]	峰类型
1	乙酸	2.620	0.021	71743.9	101827.3	6.9728	246.6683	BB
2	丙酸	2.912	0.023	122038.3	181416.4	12.4229	245.2543	BB
3	异丁酸	3.008	0.020	171175.3	220612.3	15.1069	247.5317	BB
4	丁酸	3.231	0.020	162509.4	214493.6	14.6879	246.5692	BB
5	异戊酸	3.380	0.020	186415.9	238369.8	16.3229	247.9611	BB
6	戊酸	3.626	0.020	186883.1	241615.8	16.5451	247.1483	BB
7	己酸	4.068	0.023	175708.6	262007.3	17.9415		BB
总计:				1076474.6	1460342.4	100.0000	1481.1329	

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ug]	峰类型
1	乙酸	2.616	0.021	69833.0	97662.1	7.0296	251.4005	BB
2	丙酸	2.910	0.023	119227.8	175128.6	12.6055	252.0441	BB
3	异丁酸	3.007	0.020	164666.4	209976.3	15.1138	250.6263	BB
4	丁酸	3.230	0.020	157178.7	205256.1	14.7741	251.1169	BB
5	异戊酸	3.379	0.020	175648.2	225423.0	16.2256	249.3808	BB
6	戊酸	3.625	0.020	177169.8	229427.5	16.5139	249.6301	BB
7	己酸	4.068	0.023	162672.1	246427.7	17.7375		BB
总计:				1026396.1	1389301.3	100.0000	1504.1987	



5.7 试样 250ug/mL 溶液连续 5 针多重谱图及重复性数据:



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fa*s]	面积RSD%	平均峰高[fa]	峰高RSD%	平均含量[ug]	含量RSD%	谱图数
1	乙酸	2.618	0.067	97058.5	4.2360	69571.0	2.4344	246.5475	1.1959	5
2	丙酸	2.911	0.035	174244.0	3.2748	118770.7	1.9505	247.1733	1.3901	5
3	异丁酸	3.008	0.033	211005.1	3.6249	164344.5	3.3511	248.3338	0.7688	5
4	丁酸	3.231	0.027	205732.5	3.3877	156344.1	3.1267	248.1428	1.1984	5
5	异戊酸	3.381	0.028	227992.1	3.5859	178130.2	3.6969	248.7704	0.6764	5
6	戊酸	3.626	0.026	230983.7	3.5570	178101.1	3.9145	247.8351	0.9273	5
7	己酸	4.069	0.027	249855.4	3.9769	166717.4	4.0262		0.0000	5

说明:

- 1、由于我们缺少巴豆酸，所以本实验是以己酸作为内标物测定的。
- 2、如果用在医院里的挥发性有机酸检测，建议采用低柱流失、交联键合型色谱柱进行分析。
- 3、以上数据仅供参考，如果还有其他需求请及时沟通。