



2020-APP-LC-022-甲酸等五种样品测试报告（DAD+RI-能源化工）

客户名称：浙江浙能技术研究院有限公司
测试人：冷泽山
赛默飞世尔科技（中国）应用中心

赛默飞是科学服务领域的世界领导者

ThermoFisher
SCIENTIFIC

thermo
scientific

applied
biosystems

invitrogen

 fisher
scientific

unity
lab services



>70,000 名

员工



5,000 名

研发团队科学家 / 工程师



10 亿美元

研发投资



>240 亿美元

收益

我们的使命：携手客户，让世界更健康，更清洁，更安全

赛默飞为您提供最完整的超快速液相技术支持

最佳性价比
应对常规检测和部分快速分析

UltiMate™ 3000
基础型液相系统



620 bar

UltiMate™ 3000
SD 液相系统



Vanquish™ Core
液相系统



700 bar

更多灵活性
适于复杂方法开发

UltiMate™ 3000
RS 液相系统



Vanquish™ Flex
液相系统



1000 bar

最高性能
适于高端研发

Vanquish™ Horizon
液相系统



1500 bar

实验背景

- 实验目的 甲酸、乙酸、甲醇、乙醇、异丙醇五种成分的分离与检测考查

客户样品为碱性溶液，内含甲酸、乙酸、甲醇、乙醇、异丙醇共5种待检成分。客户想考查5种成分利用DAD和RI检测器的检测情况，并测试定量限。

- 样品信息

送样时间：2020. 3. 10

分析时间：2020. 3. 15

样品配制：准确称取各试剂，用0. 1M氢氧化钾溶液溶液并配制成含各试剂约500ppm的混合标准溶液。

仪器和试剂

- 仪器配置

Dionex Ultimate 3000系列

泵: LPG-3400SD (S/N: 8099106)

自动进样器: WPS-3000SL (S/N: 8100461)

柱温箱: TCC-3000SD (S/N: 6004546)

检测器: DAD 3000 (SN: 8024413)

检测器: RefractoMax 521 (SN: 3215YC0718)

变色龙色谱管理软件 Chromeleon CDS 7.2.8

- 试剂来源, 批号

甲醇: Fisher Chemical, 178496; 乙醇: Fisher Chemical, 138510;

正丙醇: Fisher Chemical, 158326; 甲酸: Fisher Scientific, 165002;

乙酸: Fisher Scientific, 179246。



分析条件

- 方法信息

分析柱: Thermo HyperREZ XP Carbohydrate H+ 8 μ m SN号: 0006380321-17

柱 温: 40°C

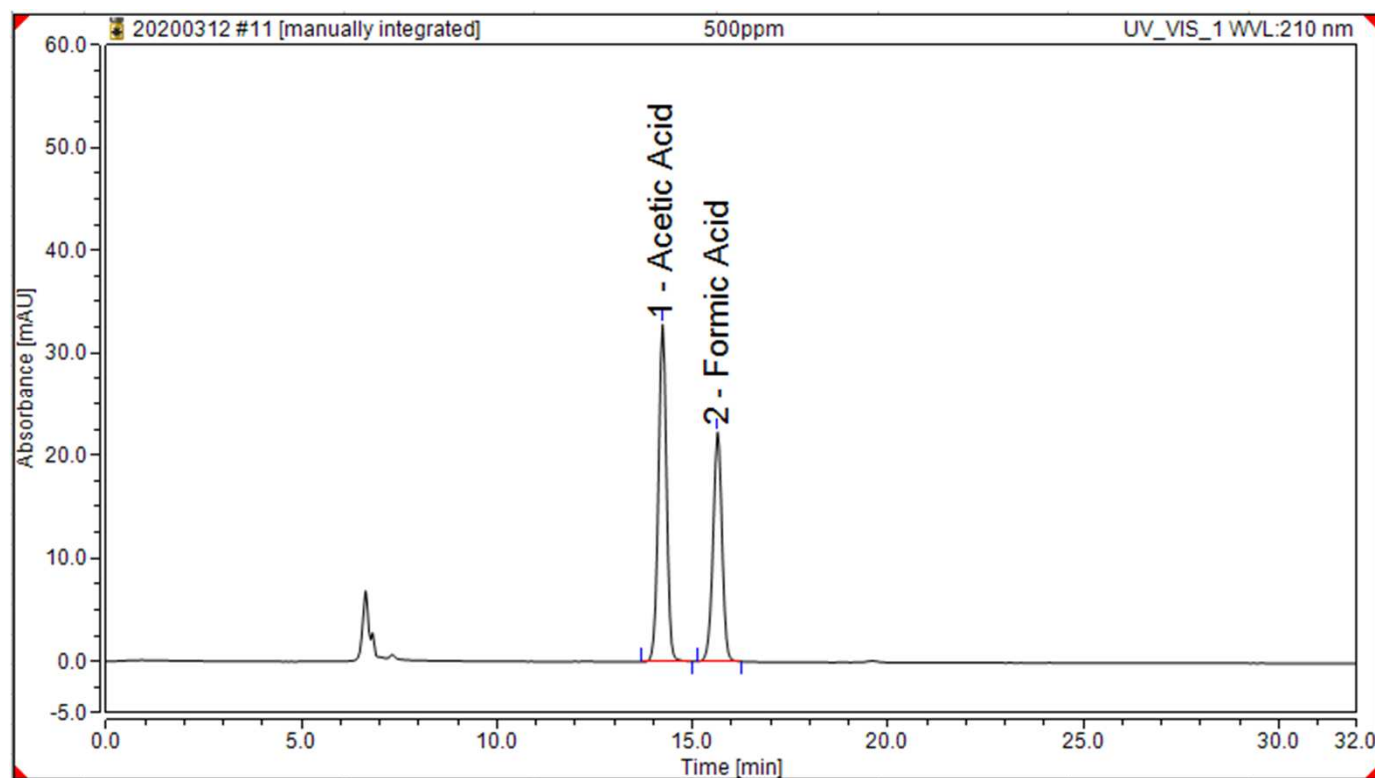
检测器: DAD检测波长: 210nm

RI: 流通池温度30°C

进样量: 20 μ l

流 速: 0.6mL/min

实验结果



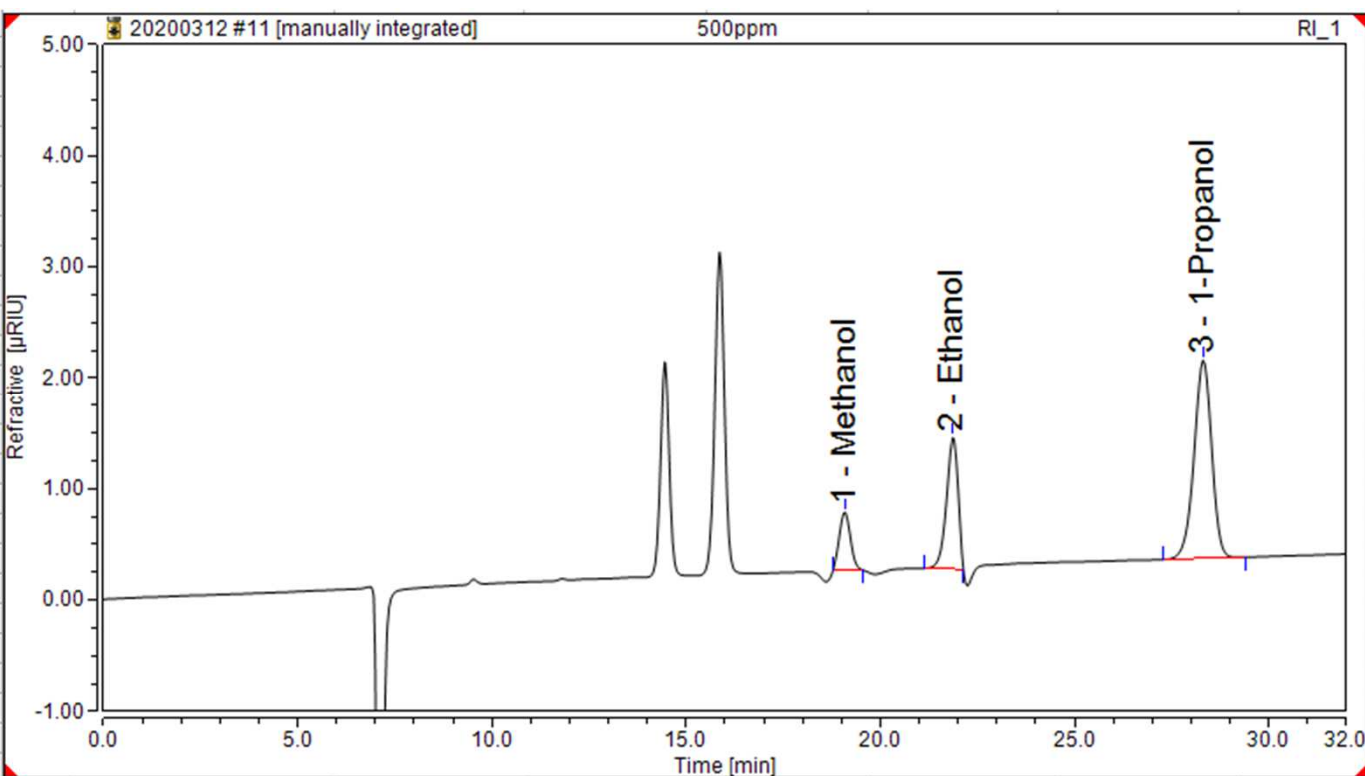
甲酸和乙酸利用DAD检测，分离度为3.6满足要求，峰型好，理论塔板数高。

通过稀释并检测计算定量限（以进样量20 μ L计算）：

甲酸：1ppm，S/N=13.6

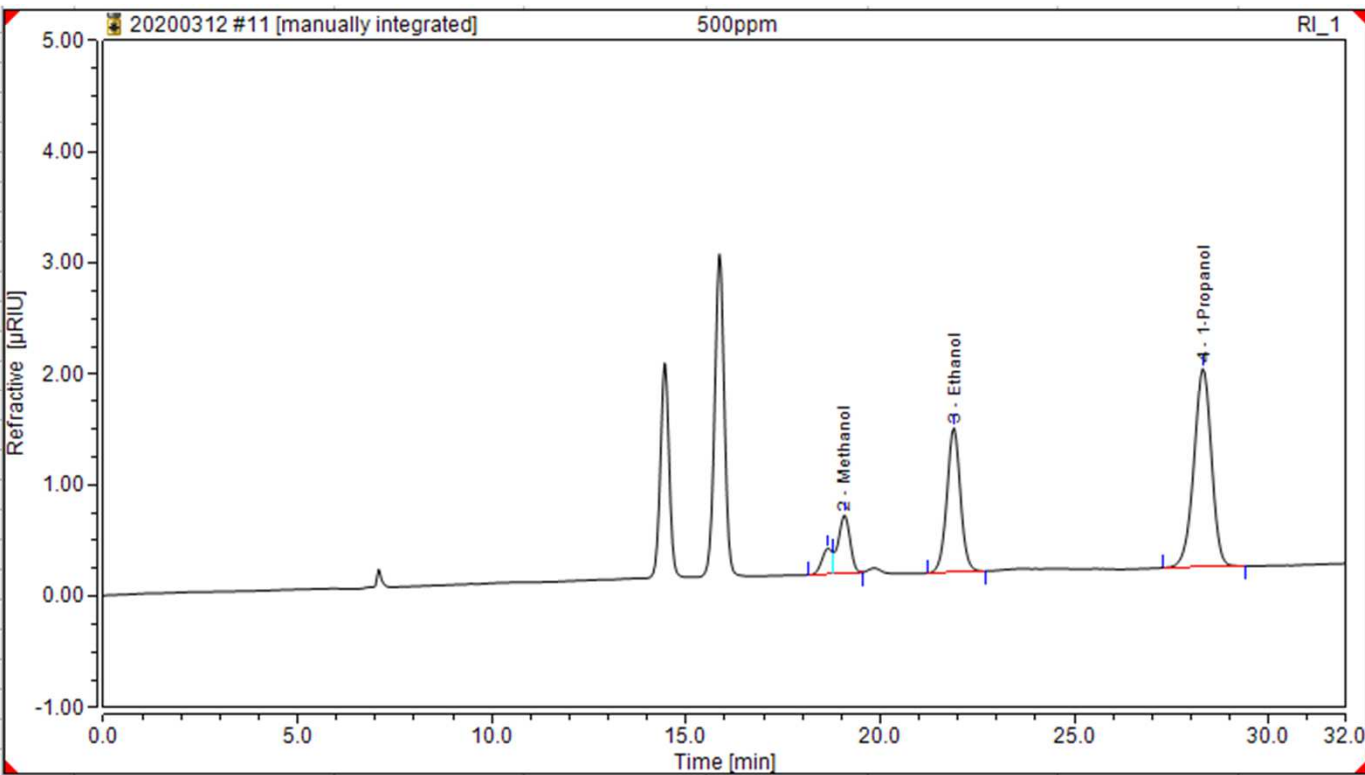
乙酸：1.5ppm，S/N=10.8

实验结果



甲醇、乙醇和正丙醇利用RI检测，分离满足要求，理论塔板数高。
正丙醇峰型好，甲醇和乙醇峰附近存在倒峰干扰测定，这是由于醇类物质在RI检测器上经常会出现倒峰，通过色谱条件优化和流动相筛选优化，基本无改善。

实验结果



图谱为扣除溶剂空白后的色谱图，倒峰干扰有所减少。

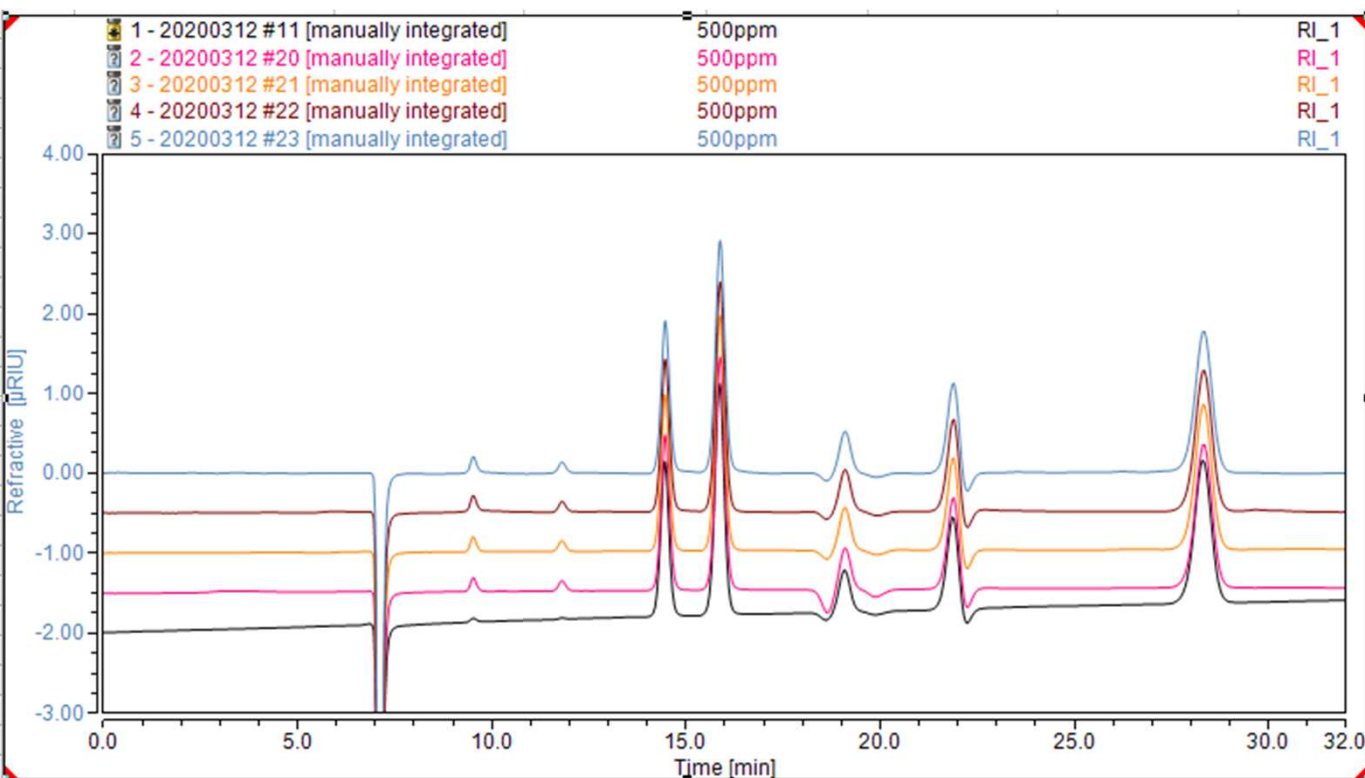
通过稀释并检测计算定量限（以进样量20 μ L计算）：

甲醇：10ppm，S/N=12.8

乙醇：7.5ppm，S/N=11.4

正丙醇：2.5ppm，S/N=10.5

实验结果



样品浓度为500ppm的标准溶液连续进样5针，考查精密度，结果：各组分精密度良好，保留时间RSD为0.03-0.05%；峰面积RSD为0.82%-2.03%。

实验结论

- 可行性分析

本方法简单、可行，同时检测甲醇等种组分。

分离度满足要求，灵敏度高，进样精密度良好。

甲酸、乙酸、正丙醇峰型好，甲醇、乙醇峰有倒峰干扰，可通过扣除溶剂空白方式减小干扰。

联系我们

如您有其他问题，请联系：
tianyi.xu@thermofisher.com

