

抗氧化剂 168、1010 分析报告

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 抗氧化剂 168 和 1010 先用乙酸乙酯溶解, 再用甲醇稀释, 再使用高效液相色谱仪的紫外检测器检测, 保留时间定性, 面积归一法定量。

关键词: 高效液相色谱; 检测方法; 抗氧化剂 168; 抗氧化剂 1010

1 检测方法

参照《HG-T 3712-2003 抗氧化剂 168》和《HG-T 3713-2003 抗氧化剂 1010》。

2 试剂和材料

2.1 试剂

- 1) 甲醇: 色谱纯
- 2) 乙酸乙酯: 色谱纯
- 3) 水: 纯净水

2.2 仪器设备

- 1) 福立 LC5090 高效液相色谱仪, 配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器。
- 2) 色谱柱: Sunniest C18 柱, 4.6mm×150mm, 粒径为 5 μ m。

3 溶液配制

分别称取抗氧化剂 168 和抗氧化剂 1010 样品各约 0.02g, 用 5mL 乙酸乙酯在超声条件下溶解。再用甲醇定容在 10mL 容量瓶中, 摇匀, 过 0.45 μ m 过滤膜, 待测。

4 测定

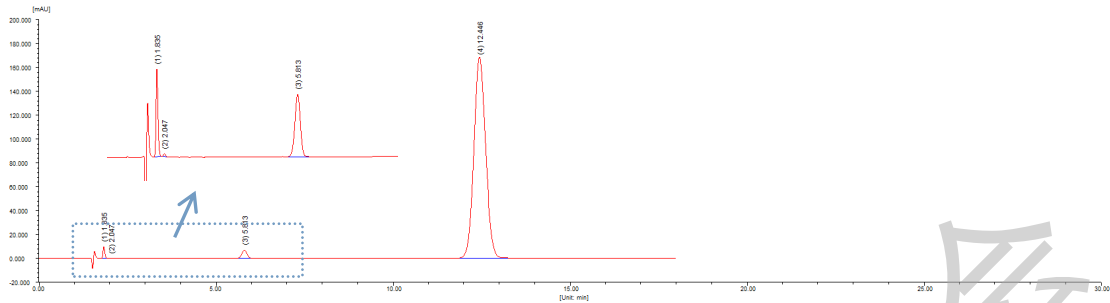
4.1 抗氧化剂 168

- 1) 色谱条件
 - (1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m
 - (2) 流动相: 甲醇=100%
 - (3) 流速: 1.2mL/min
 - (4) 检测器: UV275nm

(5) 柱温: 40°C

(6) 进样量: 10μL

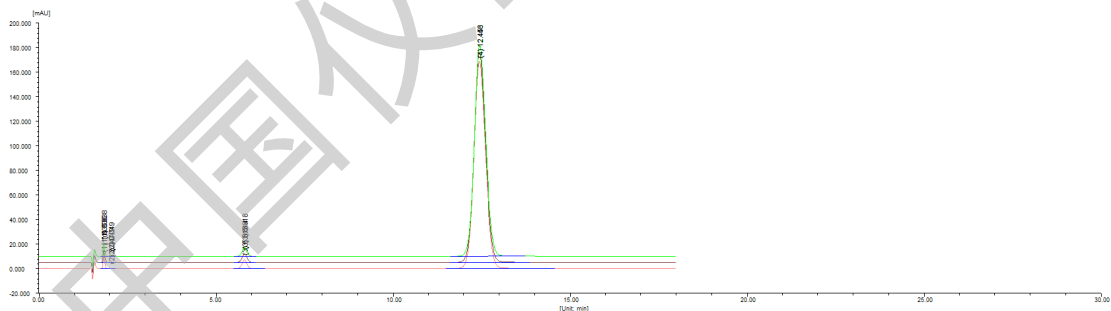
2) 样品典型谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[uAU]	峰面积[uAU*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		1.835	0.056	10023.9	37157.1	0.9240	0.9240
2		2.047	0.071	358.3	1658.5	0.0412	0.0412
3		5.813	0.164	7173.2	76380.6	1.8994	1.8994
4	抗氧化剂168	12.446	0.354	168970.4	3906075.4	97.1353	97.1353
				总计:	186525.8	4021271.7	100.0000

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1		1.835	0.056	0.000	5876	0.000	1.291
2		2.047	0.071	0.000	4604	1.963	0.927
3		5.813	0.164	0.000	6931	18.840	0.984
4	抗氧化剂168	12.446	0.354	0.000	6847	15.068	1.094

3) 样品三针重复性谱图及结果



序号	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%	谱图数
1		1.836	0.082	37264.3	0.2494	10053.9	0.2736	0.9239	0.1025	3
2		2.048	0.052	1648.3	0.6249	359.9	0.4191	0.0409	0.9082	3
3		5.815	0.050	76672.4	0.3561	7242.6	0.8616	1.9010	0.2613	3
4	抗氧化剂168	12.448	0.031	3917757.6	0.2860	170963.4	1.0482	97.1343	0.0062	3

4.2 抗氧化剂 1010

1) 色谱条件

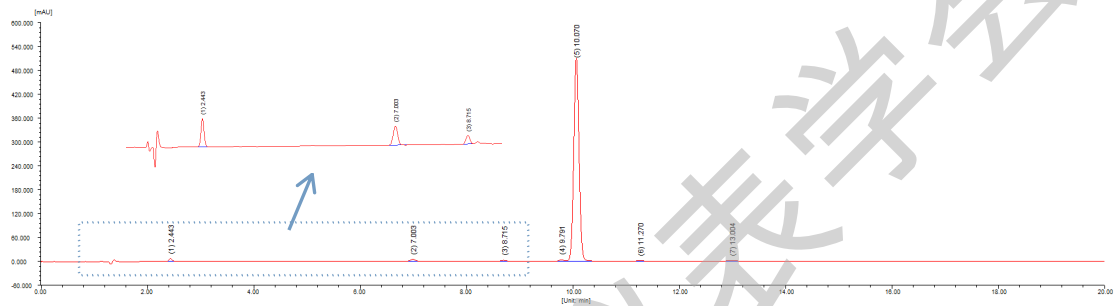
(1) 色谱柱: Sunniest C18, 柱长 150 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm

(2) 流动相: 流动相 A: 水; 流动相 B: 甲醇, 具体梯度见下表:

- (3) 流速: 1.5mL/min
- (4) 检测器: UV275nm
- (5) 柱温: 40°C
- (6) 进样量: 10μL

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~8	10~0	90~100
8~22	0	100

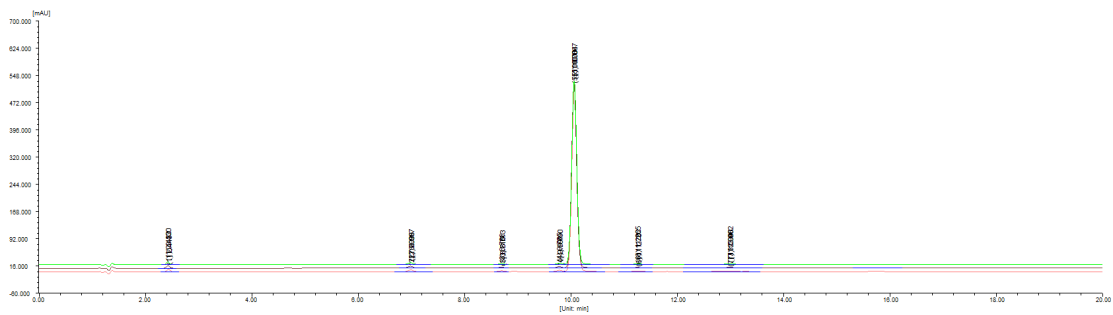
2) 样品典型谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[uAU]	峰面积[uAU*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		2.443	0.078	8167.7	41997.5	1.1379	1.1379
2		7.003	0.117	5532.8	42306.5	1.1463	1.1463
3		8.715	0.106	2521.8	16899.7	0.4579	0.4579
4		9.791	0.104	4053.8	26944.9	0.7301	0.7301
5	抗氧化剂1010	10.070	0.105	512049.4	3516213.7	95.2728	95.2728
6		11.270	0.139	1587.7	15202.3	0.4119	0.4119
7		13.004	0.198	1729.6	31115.1	0.8431	0.8431
		总计:		535642.8	3690679.8	100.0000	100.0000

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1		2.443	0.078	0.000	5386	0.000	1.081
2		7.003	0.117	0.000	19736	27.444	0.990
3		8.715	0.106	0.000	37445	9.022	1.013
4		9.791	0.104	0.000	48788	2.600	0.917
5	抗氧化剂1010	10.070	0.105	0.000	50633	1.567	1.050
6		11.270	0.139	0.000	36244	5.775	1.064
7		13.004	0.198	0.000	23816	6.046	0.998

3) 样品三针重复性谱图及结果



序号	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%	谱图数
1		2.435	0.272	41987.9	0.0921	8008.8	1.7251	1.1383	0.2419	3
2		6.999	0.056	42180.8	0.5833	5546.5	0.2549	1.1436	0.2847	3
3		8.712	0.042	16885.1	0.1891	2517.8	0.3667	0.4578	0.5040	3
4		9.789	0.032	26967.8	0.1188	4056.6	0.2492	0.7311	0.2671	3
5	抗氧化剂1010	10.067	0.030	3514205.0	0.3432	512963.1	0.1817	95.2731	0.0098	3
6		11.266	0.036	15202.9	0.0184	1587.4	0.1184	0.4122	0.3166	3
7		13.001	0.032	31131.0	0.0934	1729.7	0.2038	0.8440	0.4232	3

中国仪器仪表表学网