

木质纤维素催化转化呋喃类产物的色谱分析

郑洪岩¹, 赵子龙², 刘煜成², 高晓庆¹, 牛宇岚¹, 白宗庆³

(1. 太原工业学院 化学与化工系, 山西 太原 030008; 2. 中北大学 化学与化工学院, 山西 太原 030051;
3. 中国科学院山西煤炭化学研究所 煤转化国家重点实验室, 山西 太原 030001)

摘要:木质纤维素催化转化制备糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛等呋喃化合物是生物质利用的重要途径之一。为给木质纤维素催化转化制呋喃化合物研究提供基础技术支持, 分别建立了能够准确测定呋喃类产物的气相色谱内标法和高效液相色谱外标法。气相色谱采用 HP-Innowax 毛细管柱和火焰离子化检测器, 高效液相色谱选用 ShodexSH-1821 色谱柱和示差折光检测器。糠醛、糠醇、5-羟甲基糠醛等呋喃产物质量浓度 5.0~15.0 mg·mL⁻¹ 条件下, 气相色谱内标法和高效液相色谱外标法的相对标准偏差分别为 0.10%~1.70% 和 0.14%~0.71%, 回收率分别为 95.6%~102.0% 和 97.5%~101.9%, 检测指标信号强度与样品质量浓度的相关系数均大于 0.999。两种方法均可方便快速地实现呋喃类产物的有效分离和准确测定。

关键词:气相色谱; 高效液相色谱; 糠醛; 糠醇; 5-羟甲基糠醛; 木质纤维素

中图分类号: TQ075

文献标志码: A

Chromatographic analysis of furan products from lignocellulose catalytic conversion

ZHENG Hongyan¹, ZHAO Zilong², LIU Yucheng², GAO Xiaoqing¹, NIU Yulan¹, BAI Zongqing³

(1. Department of Chemistry and Chemical Engineering, Taiyuan Institute of Technology, Taiyuan 030008, China; 2. School of Chemistry and Chemical Engineering, North University of China, Taiyuan 030051, China; 3. State Key Laboratory of Coal Conversion, Institute of Coal Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Taiyuan 030001, China)

Abstract: Catalytic conversion of lignocellulose to furfural, furfuryl alcohol and 5-hydroxymethylfurfural is one of the important ways of biomass utilization. To provide technical support for the research on the catalytic conversion of lignocellulose to furan compounds, this study established gas chromatography internal standard methods and high performance liquid chromatography external standard methods, which could accurately determine furan products. The gas chromatography (GC) with HP-Innowax capillary column and flame ionization detector, and the high performance liquid chromatography (HPLC) with ShodexSH-1821 column and refractive index detector were used. In the concentration range of 5.0~5.0 mg/mL, the relative standard deviations of furfural, furfuryl alcohol and 5-hydroxymethylfurfural determined by GC internal method and HPLC external method were 0.10%~1.70%, and 0.14%~0.71%, respectively. And the recoveries of these two methods were 95.6%~102.0%, and 97.5%~101.9%, respectively. The correlation coefficients between the signal strength of the detection and the concentration of the compounds were all over 0.999. Both the two methods can achieve the effective separation and the accurate determination of furan products easily and quickly.

Key words: gas chromatography; high performance liquid chromatography; furfural; furfuryl alcohol; 5-hydroxymethylfurfural; lignocellulose

收稿日期: 2023-04-15

基金项目: 国家自然科学基金青年基金项目(21908151, 22202148)

作者简介: 郑洪岩(1979—), 女, 山东乳山人, 副教授, 博士, 主要从事生物质催化制化学品和含氧燃料研究。

白宗庆(1979—), 男, 山东泰安人, 研究员, 博士, 主要从事煤等含碳原料的高效利用研究, 本文通信作者。

E-mail: baizq@sxicc.ac.cn

随着煤炭和石油等不可再生资源消费的不断增长,新能源的开发越来越受到关注。生物质是唯一可再生碳质资源,分布广泛,储量丰富。糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛都是重要的生物质基平台分子,均可通过进一步转化得到高附加值的呋喃类衍生物,用作石化产品的替代品或精细化学品^[1]。糠醛和 5-羟甲基糠醛是由木质纤维素中的半纤维素、纤维素及其单糖等水解制得,糠醇可由糠醛加氢或 5-羟甲基糠醛脱羰获得^[1]。Song 等^[2]用 H β 分子筛催化半纤维素及木糖制备糠醛,获得高于 85% 的糠醛收率。Li 等^[3]在水-四氢呋喃溶剂中,采用炭化铌催化纤维素直接转化为 5-羟甲基糠醛,收率达 53.3%。Cui 等^[4]在 γ -丁内酯(含 20% 水)中,联用 H β 分子筛和 Cu/ZnO/Al₂O₃ 催化剂,氢气气氛下实现了木糖直接高效转化为糠醇,且 γ -丁内酯溶剂具有性质稳定且廉价易得的特点。Wang 等^[5]选用 γ -丁内酯作溶剂, HY 分子筛和 Pd 催化剂上实现了果糖直接转化制糠醇,收率为 41.6%。

色谱分析法可将几十种甚至上百种性质类似的化合物在同一根色谱柱上进行分离测定,具有分离效率高、速度快的优势^[6]。已有学者建立了 5-羟甲基糠醛、糠醛和糠醇的色谱测定方法,涉及的检测体系也较多。刘焱迪等^[7]建立了同时测定茶叶中糠醛和 5-羟甲基糠醛的气相色谱-串联质谱法。刘卫义等^[8]将清蒸后的稻壳粉碎后,用 60% 的四无乙醇进行超声提取再用毛细管柱气相色谱定量分析,建立了一种糠醛含量检测方法。赵开径等^[9]以糠醛经催化加氢制备 2-甲基呋喃的杂质为研究对象,建立了同时测定 7 种杂质含量的气相色谱分析方法。朱洋等^[10]将土壤中的 5-羟甲基糠醛和糠醛用甲醇超声波辅助萃取,过滤后用乙腈和水进行梯度洗脱,建立了同时测定土壤中 5-羟甲基糠醛和糠醛的方法。刘柳等^[11]采用 Agilent TC-C₁₈ 色谱柱(250 mm \times 4.6 mm \times 5 μ m)、Agilent 1200 series VWD 紫外检测器,测定赤砂糖水解产物中的 5-羟甲基糠醛。司波等^[12]采用 Beconsil-C₁₈ 色谱柱(250 mm \times 4.6 mm \times 5 μ m),以纯水与乙腈为流动相,梯度洗脱,二极管阵列检测器,流速 1.0 mL \cdot min⁻¹、柱温 40 $^{\circ}$ C 条件下,提出一种测定白酒中 5-羟甲基糠醛含量的高效液相色谱检测方法。

然而已有研究体系与生物质催化转化制备呋喃化合物体系组分差别较大,且未见同时测定糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛的分析方法。为给木质纤维素转化制备呋喃化合物的研究及工业化推广提供有效、易操作的产物定量方法,本研究针对木质纤维素转化产物中的呋喃化合物,分别建立了气相色谱内标法和液相色谱外标法,并对相关检测条件进行了优化。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

GC-950 型气相色谱仪,上海海欣色谱仪器有限公司;LC-20A 型高效液相色谱仪,岛津制作所。糠醛、糠醇、5-羟甲基糠醛、正丁醇、 γ -丁内酯和硫酸,均为分析纯,阿拉丁试剂有限公司;超纯水。

1.2 色谱分析方法

1) 样品预处理。将 3 个不同条件下获得的木质纤维素转化液在高速离心机中离心 5 min,取上层清液,使用有机系微孔滤膜过滤两次,得到不含固体杂质的木质纤维素转化液,分别标记为 1[#]、2[#] 和 3[#] 样品。

2) 气相色谱条件。HP-InnoWax(30 m \times 0.32 mm \times 0.5 μ m)毛细管色谱柱,火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID)。进样口温度和检测器温度均为 250 $^{\circ}$ C,载气为 N₂,流速 1 mL \cdot min⁻¹,手动进样,每次进样量 0.5 μ L,分流比 100:1,初始柱温为 150 $^{\circ}$ C,程序升温分析。

3) 高效液相色谱条件。ShodexSH-1821(300 mm \times 8 mm \times 6 μ m)色谱柱,示差折光检测器。检测器池温度为 50 $^{\circ}$ C,流动相为 pH=2 的稀硫酸,自动进样,每次进样量 0.5 μ L。

1.3 标准溶液的配制

分别称取糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛标准品于容量瓶中,用 γ -丁内酯溶剂定容为质量浓度 15.0 mg \cdot mL⁻¹ 的标准溶液。用 γ -丁内酯逐级稀释至质量浓度为 12.5、10.0、7.5 和 5.0 mg \cdot mL⁻¹ 的标准溶液。

2 结果与讨论

2.1 气相色谱法分析呋喃化合物

2.1.1 气相色谱条件的选择

糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛均为极性化合物,故选取强极性的 HP-InnoWax 毛细管色谱柱作为分析柱。实验发现,糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛在 HP-InnoWax 色谱柱上可以实现很好的分离。由于实验室现有气相色谱仪只能采用手动进样,为减小进样误差对分析结果的影响,采用气相色谱内标法。木质纤维素转化液样品中没有正丁醇,正丁醇能够完全溶于其中且与其他组分发生反应,同时与样品中各组分的色谱峰也能完全分离,因此本工作选用正丁醇做内标物。

程序升温可以改善样品的分离度,根据呋喃类化合物的性质,将升温程序设定为起始温度为 150 °C,保持 2 min,以 10 °C · min⁻¹ 速率升温至 210 °C,保持 20 min。此分析条件下,内标物正丁醇、糠醛、糠醇、溶剂 γ -丁内酯和 5-羟甲基糠醛均可实现很好地分离(图 1(a))。5-羟甲基糠醛出峰较晚,保留时间 30.7 min。为缩短分析时间,设置了不同终温进行考察,发现将分析终温提高至 220 °C(图 1(b))、230 °C(图 1(c))时,5-羟甲基糠醛的保留时间分别缩短为 19.5 和 17.5 min,且各组分分离度良好。柱温的选择不仅影响各组分的分离度,也会影响各组分在色谱柱内的保留时间。柱温升高,流动相与固定相之间的传质速率增加,导致出峰加快,保留时间变小,同时也会使各组分的分配吸收变小,分离度减小。柱温的选择需要兼顾保留时间和分离效能,同时过高的柱温会影响色谱柱固定相的寿命,因此后续研究中气相色谱分析终温设为 230 °C。

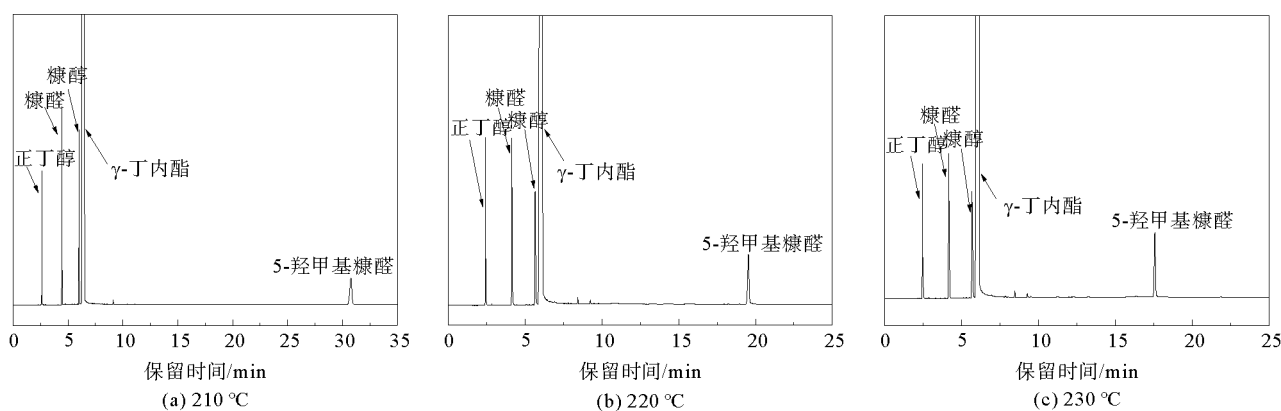


图 1 终温对样品分离的影响

Fig. 1 Effect of terminal temperature on sample separation

2.1.2 气相色谱线性方程和线性相关性

在不同浓度的标准溶液中滴加适量内标物正丁醇,进行气相色谱分析,以各呋喃化合物与内标物浓度之比为横坐标,各呋喃化合物与内标物的峰面积之比为纵坐标作散点图,线性拟合后得到线性方程(表 1)。由表 1 可见,糠醛、糠醇和 5-羟甲基糠醛线性方程的相关系数均大于 0.999,表明各个组分在配制浓度范围内的线性关系良好^[13]。

2.1.3 方法检出限

由于仪器分析过程都会有背景噪音,测量检出限常用的方法是利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较,确定能够可靠检出的最小浓度。取标准溶液,配制适当浓度的工作溶液,分别进行

表 1 气相色谱线性方程和线性相关系数

Table 1 Linear equation and linear correlation coefficient of gas chromatography

化合物	线性方程	相关系数
糠醛	$y=0.6699x-0.01836$	0.9999
糠醇	$y=0.7406x-0.02011$	0.9998
5-羟甲基糠醛	$y=0.4919x-0.00672$	0.9995

气相色谱分析。按照信噪比(S/N)为3时所对应的溶液浓度,作为方法的检出限^[14]。经检测分析,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的检出限分别为0.2、0.2和0.6 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.1.4 回收率与精密度

以同一个木质纤维素转化液样品作为基质,分别加入3个不同水平(5.0、10.0、15.0 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)的混合标样。每个添加量在相同条件下重复测定5次,计算平均值,实验结果见表2。可见糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的回收率在95.6%~102.0%,各化合物的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)不超过1.70%,说明平行测定5次的结果误差较小^[9],所建分析方法的准确度高,能够满足测定需求。

分别取1[#]~3[#]木质纤维素转化液样品,加入内标物,在选定的色谱条件下进行测定,对同一样品溶液连续进样5次,得到糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的平均浓度,并计算其精密度。由表3可知,RSD不大于1.30%,明显优于国家标准“实验室气相色谱仪”(GB/T 30431—2020)中规定仪器的定量重复性应不大于3%的要求,表明该方法精密度良好^[9]。

表2 气相色谱分析呋喃化合物的回收率

Table 2 Recovery assay results for the furan compounds by gas chromatography

化合物	加标量/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	回收率/%	RSD/%
糠醛	5.0	98.5	0.37
	10.0	98.9	0.10
	20.0	100.4	0.66
糠醇	5.0	99.5	1.70
	10.0	99.0	0.27
	20.0	99.3	0.71
5-羟甲基糠醛	5.0	102.0	1.10
	10.0	95.6	1.60
	20.0	101.9	0.70

表3 气相色谱分析呋喃化合物的精密度

Table 3 Precision assay results of the furan compounds by gas chromatography

化合物	1 [#] 样品		2 [#] 样品		3 [#] 样品	
	平均浓度/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	RSD/%	平均浓度/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	RSD/%	平均浓度/ $(\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1})$	RSD/%
糠醛	9.9	0.64	13.4	0.76	8.7	0.43
糠醇	6.5	0.86	8.6	1.30	10.6	0.97
5-羟甲基糠醛	9.4	0.56	13.1	1.10	5.3	0.89

2.2 高效液相色谱法分析呋喃化合物

2.2.1 高效液相色谱条件的选择

选用ShodexSH-1821色谱柱对木质纤维素类物质转化产物中的糠醛、5-羟甲基糠醛和糠醇进行分析。考察了柱温和流动相流速对呋喃类化合物分析效果的影响。流速为0.6 mL/min 时,分别在50、55和60 $^{\circ}\text{C}$ 柱温下测试,各组分都能很好的分离(图2)。随着柱温的升高,各组分保留时间缩短,糠醛保留时间由50 $^{\circ}\text{C}$ 下的43.7 min缩短为60 $^{\circ}\text{C}$ 下的39.0 min,这是因为柱温升高加速了待测组分与色谱柱固定相的传质和分离速度,使得组分更快地流出色谱柱。因此后续工作的柱温选用分析时间最短的60 $^{\circ}\text{C}$,并在此条件下分别考察了流动相流速为0.6、0.8和1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 时的产物分离度。结果发现,在3个流速下,混合样品中各物质分离度良好,随着流速提高,分析时间缩短,糠醛的保留时间由0.6 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 时的39.0 min降低到1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 时的23.5 min,显著提高了分离效率(图3)。综合考虑各组分分离效果和提高了分析效率,后续分析选用流速1.0 $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

2.2.2 高效液相色谱线性方程和线性相关性

对配制的不同浓度标准溶液按照上述优化条件进行液相色谱分析,以各物质的质量浓度为横坐标,峰面积为纵坐标作散点图,线性拟合后得到线性方程。从表4结果可见,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛线性方程的相关系数均大于0.999,说明各个组分在配制浓度范围内的线性关系良好^[11-12]。

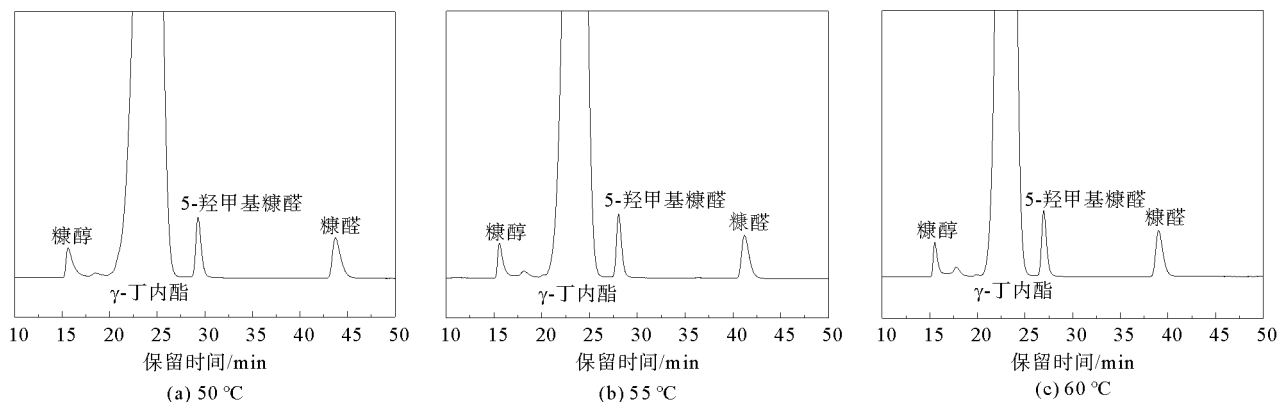


图2 柱温对样品分离的影响

Fig. 2 Effect of column temperature on sample separation

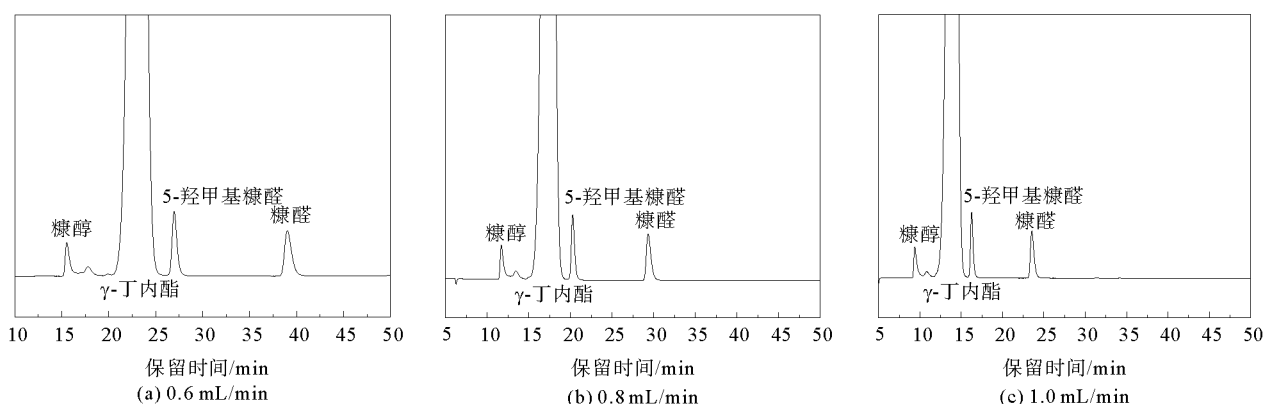


图3 流速对样品分离的影响

Fig. 3 Effect of flow rate on sample separation

2.2.3 方法检出限

与气相色谱法相同,液相色谱法测量检出限常用的方法也是利用已知低浓度的分析物样品与空白样品的测量信号进行比较。取标准溶液,配制适当浓度的工作溶液,分别进行高效液相色谱分析,结果显示,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛在液相色谱上的检出限分别为2.0、5.0和3.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

2.2.4 回收率与精密度

与气相色谱仪测定回收率方法相同,将2.1.4所用的同一组样品,在选定的液相色谱条件下进行测定,重复测定5次,计算平均值,实验结果见表5。由表5可见,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的液相色谱法回收率在97.5%~101.9%,相对标准偏差不大于0.71%,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的回收率及相对标准偏差均满足实验的要求^[15]。

取1[#]~3[#]木质纤维素转化液样品,在选定的液相色谱条件下进行测定,并计算糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的精密度。由表6可知,RSD不大于0.66%,优于高

表4 液相色谱线性方程和相关系数

Table 4 Linear equation and correlation coefficient of liquid chromatography

化合物	线性方程	相关系数
糠醛	$y=855\ 778\ x-2\ 994.7$	0.999 9
糠醇	$y=54\ 420\ x-1\ 749.4$	0.999 8
5-羟甲基糠醛	$y=91\ 802\ x-3\ 665.7$	0.999 9

效液相色谱仪的国家标准(GB/T 26792—2019)中规定定量测量重复性应不大于3.0%的要求,表明选定条件下,液相色谱测定糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的精密度良好。

2.3 两种分析方法的比较

从上述两种分析方法的结果看,在一定浓度范围内两种方法的测定结果均呈现较好的线性关系。从两种方法的样品检出限结果可知,气相色谱法能够检测到的呋喃化合物最小浓度更低,说明气相色谱法对呋喃化合物的检测更灵敏,更适合于木质纤维素转化呋喃产物浓度较低的情况。

这是由于气相色谱的FID检测器比液相色谱的示差折光检测器具有更好的灵敏度。对比表3和表6两种方法测定的1[#]~3[#]样品中糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛平均浓度,可见3个木质纤维素转化液样品分别采用气相色谱内标法和高效液相色谱外标法分析得到的各组分含量基本一致,且两种方法精密度都优于国家标准的要求。两种方法都可以实现对木质纤维素水解液中的糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的精确定量分析。另外,从进样方式角度,气相色谱内标法采用的是待测组分峰面积与内标物峰面积的比值来计算待测组分含量,可以有效规避每次手动进样量不同带来的误差,对于无法配备自动进样器的气相色谱分析方法更有利。

表5 高效液相色谱分析呋喃化合物的回收率

Table 5 Recovery assay results for the furan compounds by high performance liquid chromatography

化合物	加标量/(mg·mL ⁻¹)	回收率/%	RSD/%
糠醛	5.0	98.3	0.43
	10.0	101.8	0.51
	20.0	100.0	0.17
糠醇	5.0	99.5	0.24
	10.0	101.8	0.46
	20.0	99.3	0.32
5-羟甲基糠醛	5.0	97.5	0.14
	10.0	101.9	0.71
	20.0	99.9	0.25

表6 高效液相色谱分析呋喃化合物的精密度

Table 6 Precision assay result for the furan compounds by high performance liquid chromatography

化合物	1 [#] 样品		2 [#] 样品		3 [#] 样品	
	平均浓度/ (mg·mL ⁻¹)	RSD/%	平均浓度/ (mg·mL ⁻¹)	RSD/%	平均浓度/ (mg·mL ⁻¹)	RSD/%
糠醛	10.1	0.23	13.5	0.46	8.8	0.33
糠醇	6.4	0.27	8.7	0.38	10.5	0.47
5-羟甲基糠醛	9.5	0.42	13.0	0.66	5.4	0.54

3 结论

分别建立了气相色谱内标法和高效液相色谱外标法,测定木质纤维素转化液中糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的含量。气相色谱法以正丁醇为内标物,在选用的质量浓度范围内,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛线性方程的相关系数均大于0.999;糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的检出限分别为0.2、0.2和0.6 μg·mL⁻¹;相对标准偏差0.10%~1.70%;加标回收率95.6%~102.0%,精密度与准确度较高。高效液相色谱分析方法采用外标法对糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的含量进行测定,在考察的质量浓度范围内,糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛线性方程的相关系数均大于0.999;糠醛、糠醇和5-羟甲基糠醛的检出限分别为2.0、5.0和3.0 μg·mL⁻¹;相对标准偏差0.14%~0.71%;加标回收率97.5%~101.9%,满足实际样品测定需求。通过对实际样品的检测分析,两种方法检测结果基本一致。气相色谱内标法可以有效规避手动进样带来的误差,对于不具备自动进样配置色谱仪的实验室,可提供切实可行的产品分析思路,有助于项目的快速开展。研究结果可为开展生物质催化转化产物的分析测定提供借鉴,研究人员可根据实验室实际具备的仪器设备条件,灵活选用分析方法。

参考文献:

- [1] 郑洪岩,赵子龙,肖鲁青山,等.分子筛催化纤维素和淀粉转化制糠醛[J].燃料化学学报,2021,49(9):1261-1269.
ZHENG Hongyan,ZHAO Zilong,XIAO Luqingshan,et al. Catalytic conversion of cellulose and starch to furfural over zeolites[J]. Journal of Fuel Chemistry and Technology,2021,49(9):1261-1269.
- [2] SONG W P,LIU H,ZHANG J H,et al. Understanding H β zeolite in 1,4-dioxane efficiently converts hemicellulose-related sugars to furfural[J]. ACS Catalysis,2022,12:12833-12844.
- [3] LI X,PENG K,XIA Q,et al. Efficient conversion of cellulose into 5-hydroxymethylfurfural over niobia/carbon composites [J]. Chemical Engineering Journal,2018,332:528-526.
- [4] CUI J L,TAN J J,CUI X J,et al. Conversion of xylose to furfuryl alcohol and 2-methylfuran in a continuous fixed-bed reactor[J]. ChemSusChem,2016,9(11):1259-1262.
- [5] WANG Y Q,YANG X H,DING G Q,et al. One-step conversion of fructose to furfuryl alcohol in a continuous fixed-bed reactor: The important role of supports[J]. ChemCatChem,2019,11(8):2118-2125.
- [6] 贾瑞,李晓峰,杨建丽,等.煤焦油加氢产物的全二维气相色谱-质谱分析[J].山东科技大学学报(自然科学版),2020,39(6):49-55.
JIA Rui,LI Xiaofeng,YANG Jianli,et al. Analysis of coal tar hydrogenation product by comprehensive two-dimensional gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Shandong University of Science and Technology (Natural Science), 2020,39(6):49-55.
- [7] 刘燊迪,陈波,尹芳平,等. QuEChERS-同位素内标-气相色谱-串联质谱法快速测定茶叶中4种糠醛类物质[J].食品与机械,2022,38(5):30-36.
LIU Candi,CHEN Bo,YIN Fangping,et al. Determination furfurals in tea products by QuEChERS-isotope IS-GC-MS/MS [J]. Food & Machinery,2022,38(5):30-36.
- [8] 刘卫义,沙均响,刘建芝,等.一种测定酿酒辅料稻壳中糠醛含量的方法[J].酿酒,2019,45(4):110-111.
LIU Weiwei,SHA Junxiang,LIU Jianzhi,et al. A method for determination of furfural in rice husk[J]. Liquor Making,2019, 45(4):110-111.
- [9] 赵开径,冯海强,朱跃辉,等.糠醛催化加氢制备2-甲基呋喃中7种杂质的气相色谱分析[J].分析试验室,2019,38(6):705-708.
ZHAO Kaijing,FENG Haiqiang,ZHU Yuehui,et al. Simultaneous determination of the seven impurities in 2-methylfuran produced through furfural hydrogenation by GC[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2019,38(6):705-708.
- [10] 朱洋,吴馨娜,刘绿叶.高效液相色谱法同时测定土壤中的5-羟甲基糠醛和糠醛[J].广东化工,2019,46(17):164-165.
ZHU Yang,WU Xinna,LIU Lvyue. Determination of 5-hydroxymethyl-2-furfural and 2-furaldehyde in soil by high performance liquid chromatography[J]. Guangdong Chemical Industry,2019,46(17):164-165.
- [11] 刘柳,李果,李利军,等.高效液相色谱法对赤砂糖水解液中三种物质的分离和测定[J].化学研究与应用,2012,24(7): 1036-1040.
LIU Liu,LI Guo,LI Lijun,et al. Separation and determination of three components in the hydrolysate of brown sugar by HPLC[J]. Chemical Research and Application,2012,24(7):1036-1040.
- [12] 司波,袁雯雯,顾会会,等.高效液相色谱分析白酒及加工中活泼羰基化合物[J].食品与发酵工业,2021,47(10):240-245.
SI Bo,YUAN Wenwen,GU Huihui,et al. Simultaneous determination of reactive carbonyl species in Chinese Baijiu and its processing by HPLC[J]. Food and Fermentation Industries,2021,47(10):240-245.
- [13] 梁琳琳,雷露,邓聪途,等.聚甲氧基二甲醚缩合产物的气相色谱分析[J].石油炼制与化工,2022,53(3):104-109.
LIANG Linlin,LEI Qian,DENG Conger,et al. Measurement of polyoxymethylene dimethyl ethers products composition by gas chromatography[J]. Petroleum Processing and Petrochemicals,2022,53(3):104-109.
- [14] 焦恩强,刘光伟,刘凤梅,等.气相色谱法测定餐具洗涤剂中的甲醇[J].化学分析计量,2023,31(1):58-61.
JIAO Enqiang,LIU Guangwei,LIU Fengmei,et al. Determination of methanol in tableware detergents by gas chromatography[J]. Chemical Analysis and Meterage,2023,31(1):58-61.
- [15] 李文静,刘军,李宏铃,等.高效液相色谱法测定莪术油乳膏含量[J].医药导报,2021,40(11):1577-1579.
LI Wenjing,LIU Jun,LI Hongling,et al. Determination of main active components of zedoary turmeric oil cream by HPLC [J]. Herald of Medicine,2021,40(11):1577-1579.

(责任编辑:吕海亮)