

2,3,3-三甲基吲哚-5-磺酸钾盐 分析报告

1. 客户要求

2,3,3-三甲基吲哚-5-磺酸钾盐的分离

2. 检测方法

客户提供

3. 方法概述

试样经反相液相色谱分离, 紫外检测器检测, 面积归一法定量。

4. 试剂和材料

4.1. 试剂

4.1.1 甲醇: 色谱纯

4.1.2 乙酸铵: 分析纯

4.1.3 水: 娃哈哈纯净水

4.2. 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪 1: LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压/四元输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)

5. 实验

5.1. 样品制备

取适量样品, 用甲醇溶解成 1000 $\mu\text{g/mL}$ 浓度的样品, 过 0.45 μm 滤膜, 待进样。

5.2. 色谱条件

(a) 色谱柱 1: Sunniest C18 柱长 250 mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μm

色谱柱 2: NuovaSil C18 柱长 250 mm, 内径 4.6mm, 粒径 5 μm

(b) 流动相: 25mmol/L 乙酸铵水溶液: 甲醇=60: 40

(c) 流速: 1.0 mL/min

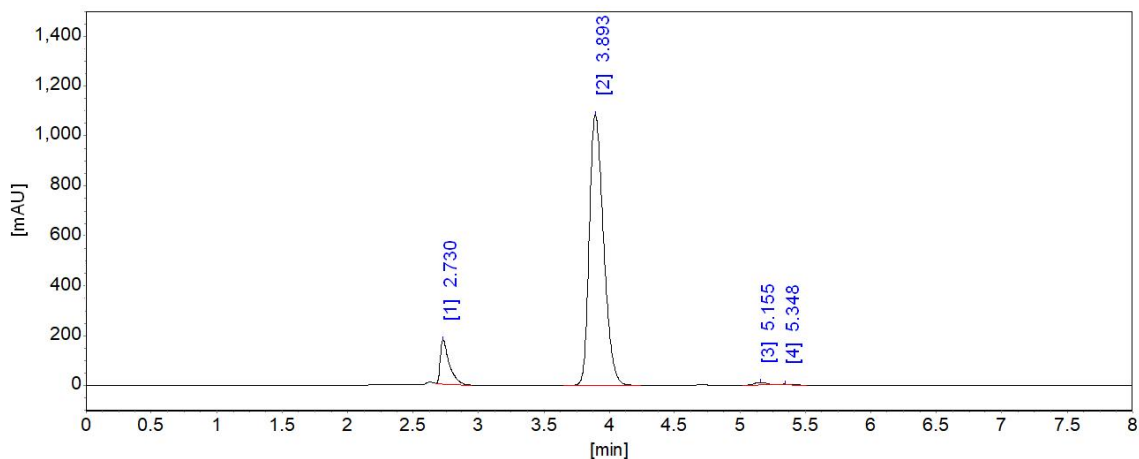
(d) 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$

(e) 检测器波长: 254nm

(f) 进样量: 5 μ L

5.3. 分析结果

5.3.1. Sunniest C18 上样品典型谱图及结果



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		2.730	177126.3	831904.6	9.0985
2		3.893	1084537.8	8222213.7	89.9260
3		5.155	10771.3	67800.6	0.7415
4		5.348	3406.4	21388.3	0.2339
总计:			1275841.8	9143307.2	100.0000

系统评价表

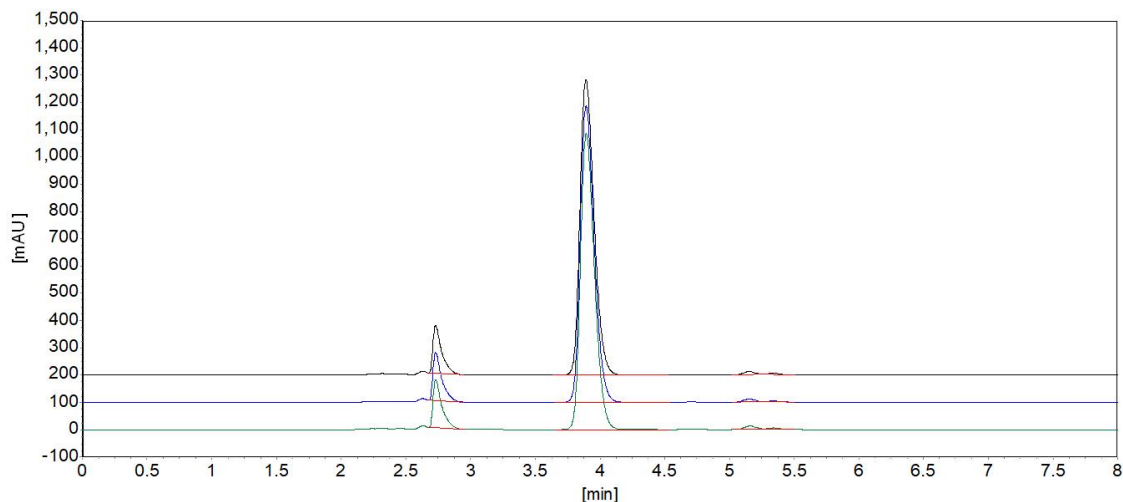
柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	有效 塔板	分离度	拖尾 因子
1		2.730	0.06642	0.0000	9357	0	0.000	2.216
2		3.893	0.11719	0.4262	6114	546	7.476	1.317
3		5.155	0.10166	0.8886	14247	3154	6.806	0.982
4		5.348	0.10156	0.9591	15361	3682	1.117	1.294

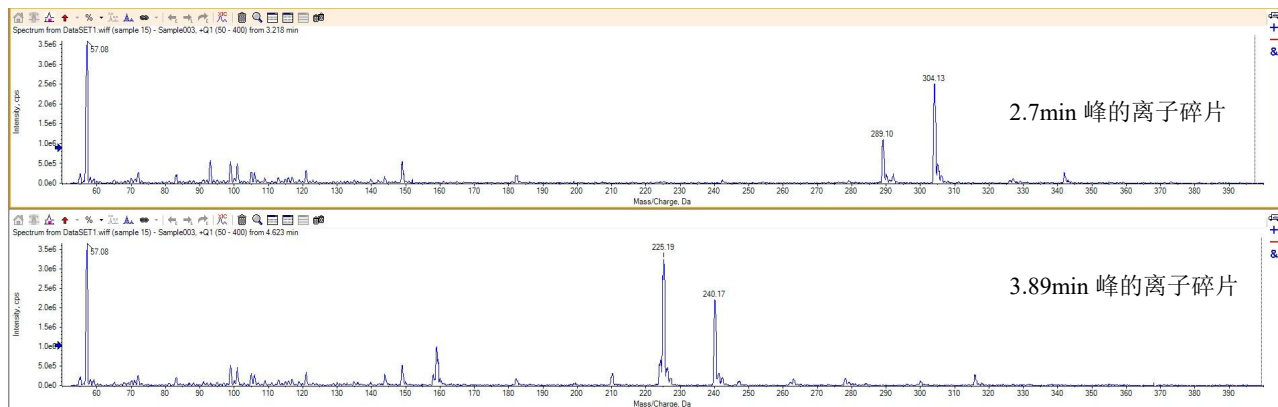
t=3.893 色谱峰名称 2,3,3-三甲基吡啶-5-磺酸

5.3.2. 样品连续 3 针重复性谱图及含量 RSD%数据



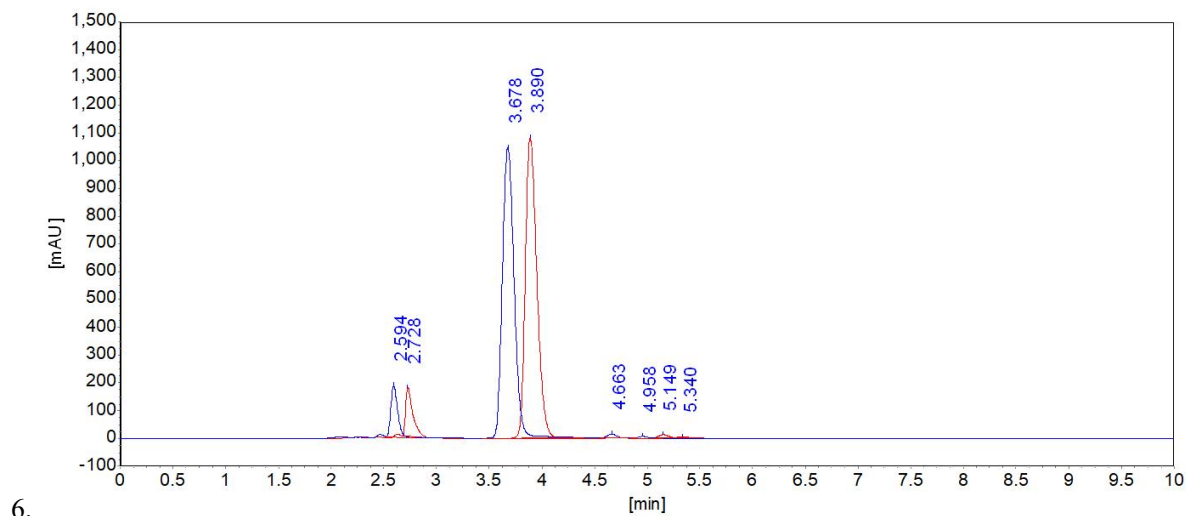
峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]	含量 平均值 [%]	含量 RSD [%]
1		2.729	0.031	830320.2	0.297	176356.9	0.487	9.072	0.172
2		3.891	0.039	8232281.7	0.174	1084790.2	0.128	89.944	0.007
3		5.152	0.059	68119.8	0.406	10799.0	0.227	0.744	0.455
4		5.344	0.072	21921.8	2.285	3455.7	1.321	0.240	2.367

5.3.3. 两峰质谱结果



实验 2 为实验 1 的优化条件，优化后主峰的峰形及重复性均有较大的提升，但优化条件后，主峰的含量只有 90%，经过质谱分析后推测，2.7min 的峰的分子量为 303，3.89min 的峰的分子量为 239(2,3,3-三甲基咪唑-5-磺酸钾盐去掉 K，加 H，分子量为 239)，两物质的分子量相差 64，但无法准确确定 2.7min 的物质组成。

5.3.4. Sunniest C18 和 NuovaSil C18 上样品分离谱图对比



注: 红色为色 Sunniest C18 上的分离谱图, 蓝色为 NuovaSil C18 的分离谱图。

说明

1. 优化条件后, 主峰的含量只有 90%, 经过质谱分析后推测, 2.7min 的峰的分子量为 303, 3.89min 的峰的分子量为 239(2,3,3-三甲基吡啶-5-磺酸钾盐去掉 K, 加 H, 分子量为 239), 两物质的分子量相差 64, 但无法准确确定 2.7min 的物质组成。
2. 以上数据仅供参考, 如有问题, 请电话联系。