

(R, S) -4-氯甲基-2, 2-二甲基-1, 3-二氧戊环 旋光异构体的分离 分析报告

一、客户要求

- 1、样品信息: CAS:60456-22-6, (常压沸点 156.0°C);
- 2、样品的旋光异构体的分离分析;

二、仪器和材料

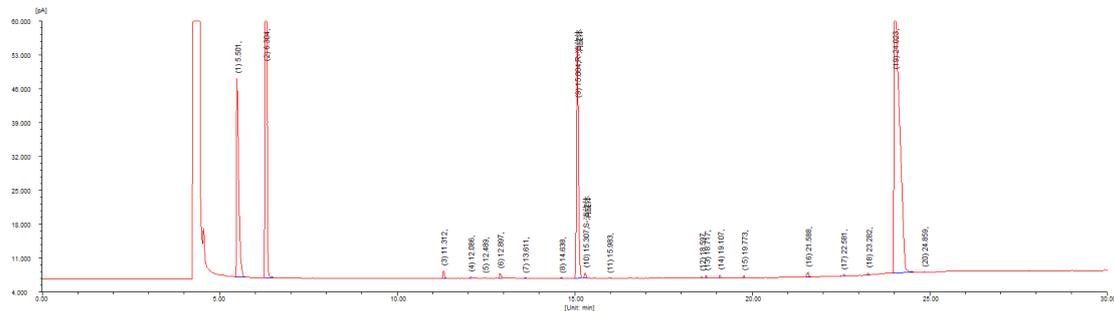
- 2.1 福立 GC9720Plus 气相色谱仪 宽量程 FID 检测器
- 2.2 反控色谱工作站
- 2.3 FL1092T 自动进样器
- 2.4 手性毛细色谱柱

三、实验部分

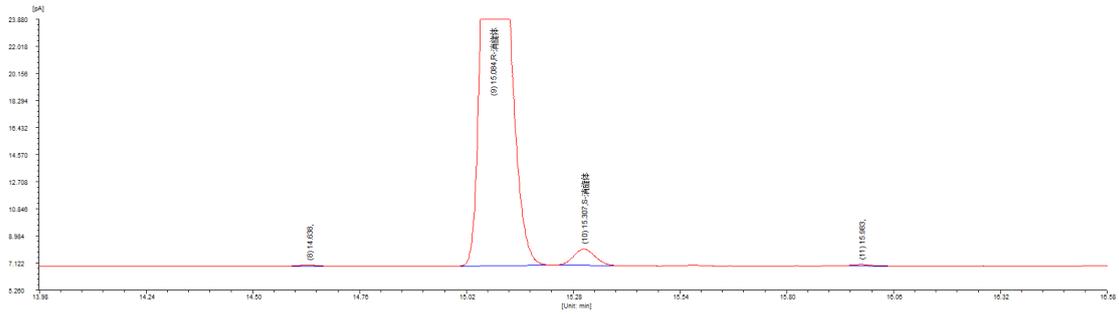
3.1 色谱条件

仪器: 福立气相色谱仪(GC-9720Plus)	COL: 50°C (1min) -5°C/min-110°C (3.5min)
检测器: FID 氢火焰检测器	-10°C/min-200°C (10min)
色谱柱: RB-DEX-b/30m*0.25mm*0.25μm	INJ: 250°C DET: 210°C
载气: N2 恒流: 0.5mL/min 分流比: 50: 1	进样量: 0.4uL 定量方法: 面积归一法

3.2 样品 R-消旋体 (20mg/ml) 分离谱图及检测数据 (溶剂: 甲醇)



放大图

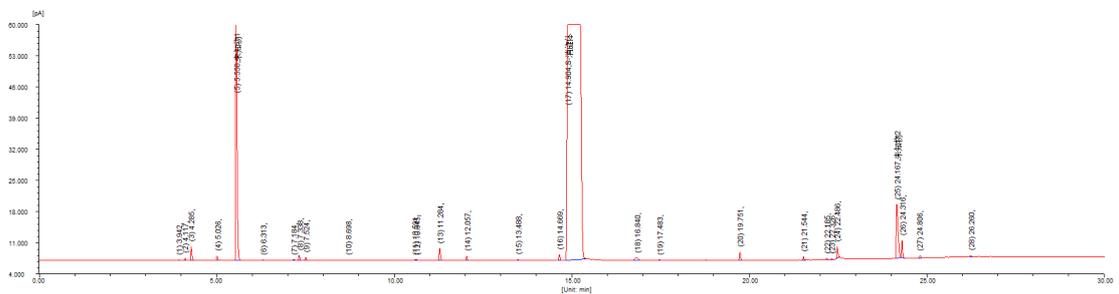


峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[a.u.]	峰面积[a.u.*s]	峰面积[%]	含量[%]
1		5.501	0.063	41148.6	175885.4	10.3693	10.3693
2		6.304	0.039	277993.3	699660.9	41.2484	41.2484
3		11.312	0.042	1688.0	4662.8	0.2749	0.2749
4		12.086	0.068	348.8	1422.9	0.0839	0.0839
5		12.489	0.039	83.2	203.4	0.0120	0.0120
6		12.897	0.046	1103.9	3861.0	0.2276	0.2276
7		13.611	0.042	124.8	329.5	0.0194	0.0194
8		14.638	0.045	78.0	222.9	0.0131	0.0131
9	R-消旋体	15.084	0.058	47917.1	181767.6	10.7161	10.7161
10	S-消旋体	15.307	0.058	1131.1	4194.5	0.2473	0.2473
11		15.983	0.052	85.5	280.7	0.0165	0.0165
12		18.597	0.040	395.4	1009.0	0.0595	0.0595
13		18.717	0.040	547.8	1445.2	0.0852	0.0852
14		19.107	0.040	687.8	1769.8	0.1043	0.1043
15		19.773	0.037	618.4	1468.8	0.0866	0.0866
16		21.588	0.066	1017.5	3737.3	0.2203	0.2203
17		22.581	0.061	426.2	1615.7	0.0953	0.0953
18		23.282	0.034	494.7	1054.6	0.0622	0.0622
19		24.023	0.175	57125.6	611231.2	36.0350	36.0351
20		24.859	0.036	169.4	389.6	0.0230	0.0230
总计:				433185.1	1696213.0	100.0000	100.0000

系统评价

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	容量因子	理论塔板数	理论塔板数/米	有效塔板数/米	分离度	拖尾因子
1		14.638	0.045	0.000	594958	0	0	13.890	0.933
2	R-消旋体	15.084	0.058	0.000	370449	0	0	5.106	1.330
3	S-消旋体	15.307	0.058	0.000	385880	0	0	2.257	1.014
4		15.983	0.052	0.000	516758	0	0	7.214	1.023

3.2 样品 S-消旋体分离谱图及检测数据 (纯样)



地址: 浙江温岭城东街道百丈南路95号

分析员: 于永庆、陈宇洋

电话: 15657600118

邮编: 317500

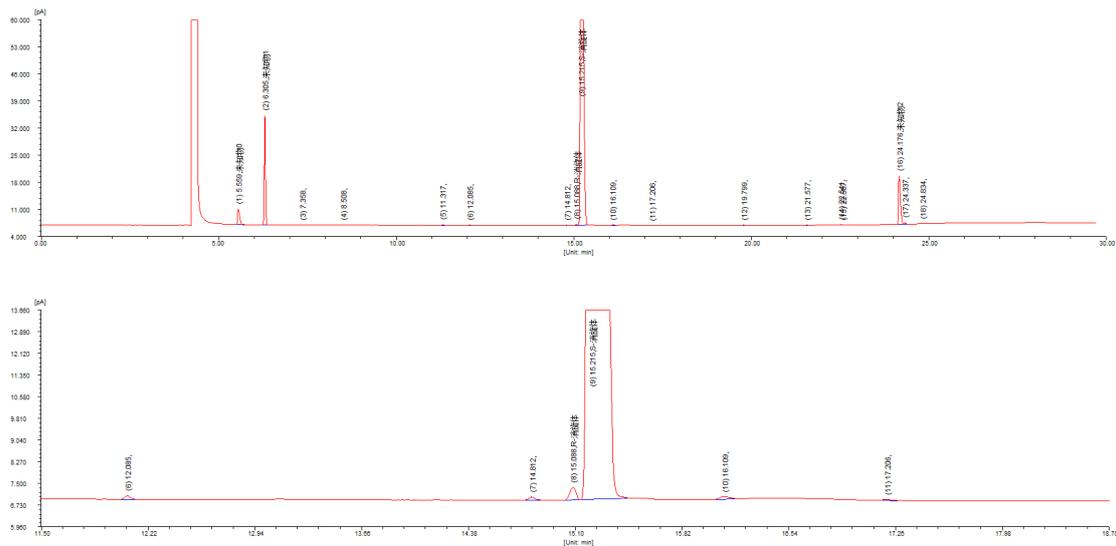
审核: 金迁

时间: 2023.07.17

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[%]
1		3.942	0.041	160.9	401.7	0.0037	0.0037
2		4.117	0.029	671.3	1281.0	0.0118	0.0118
3		4.285	0.033	3267.4	7460.1	0.0685	0.0685
4		5.026	0.038	1141.1	2789.5	0.0256	0.0256
5	未知物1	5.558	0.040	54656.3	142980.7	1.3137	1.3137
6		6.313	0.038	190.0	458.4	0.0042	0.0042
7		7.184	0.061	209.3	797.7	0.0073	0.0073
8		7.338	0.037	1255.0	2988.4	0.0275	0.0275
9		7.524	0.037	715.5	1712.6	0.0157	0.0157
10		8.698	0.039	134.2	337.7	0.0031	0.0031
11		10.591	0.045	193.0	471.9	0.0043	0.0043
12		10.645	0.047	190.0	525.5	0.0048	0.0048
13		11.284	0.040	2786.0	7337.2	0.0674	0.0674
14		12.057	0.040	1045.9	3205.7	0.0295	0.0295
15		13.488	0.041	223.1	569.6	0.0052	0.0052
16		14.669	0.040	1432.4	3723.9	0.0342	0.0342
17	S-消旋体	14.904	0.128	1129172.4	10631017.5	97.6782	97.6782
18		16.840	0.122	625.9	4677.3	0.0430	0.0430
19		17.483	0.050	236.7	759.8	0.0070	0.0070
20		19.751	0.037	2056.4	4864.4	0.0447	0.0447
21		21.544	0.035	789.6	1766.4	0.0162	0.0162
22		22.185	0.062	369.1	1405.9	0.0129	0.0129
23		22.326	0.043	225.7	618.9	0.0057	0.0057
24		22.486	0.040	2708.3	6469.3	0.0594	0.0594
25	未知物2	24.167	0.056	12131.0	42428.8	0.3898	0.3898
26		24.316	0.030	3942.2	7743.4	0.0711	0.0711
27		24.806	0.057	535.2	1886.0	0.0173	0.0173
28		26.260	0.047	497.9	1510.1	0.0139	0.0139
29		31.014	0.060	218.2	822.5	0.0076	0.0076
30		31.307	0.055	204.5	700.3	0.0064	0.0064
总计:				1221984.4	10883711.2	100.0000	100.0000

说明: 纯样品直接进样浓度太大, S 消旋体和 R 消旋体分不开, 需要加溶剂稀释。

3.2.1 样品 S-消旋体分离谱图及检测数据 (溶剂: 甲醇)



地址: 浙江温岭城东街道百丈南路95号

邮编: 317500

分析员: 于永庆、陈宇洋

审核: 金迁

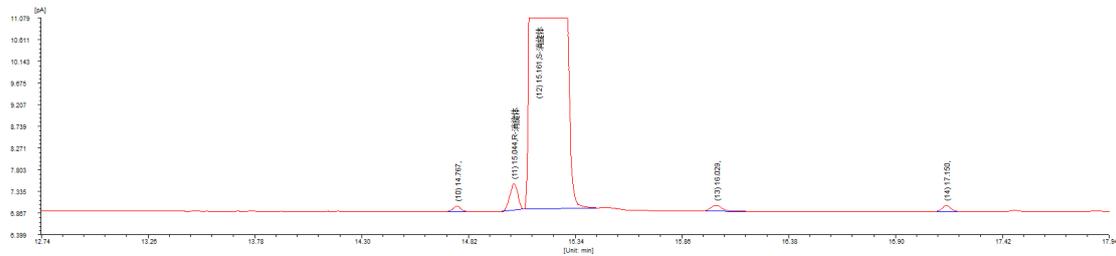
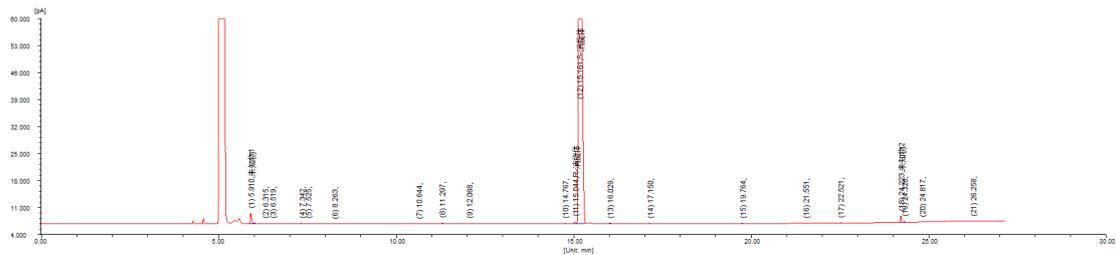
电话: 15657600118

时间: 2023.07.17

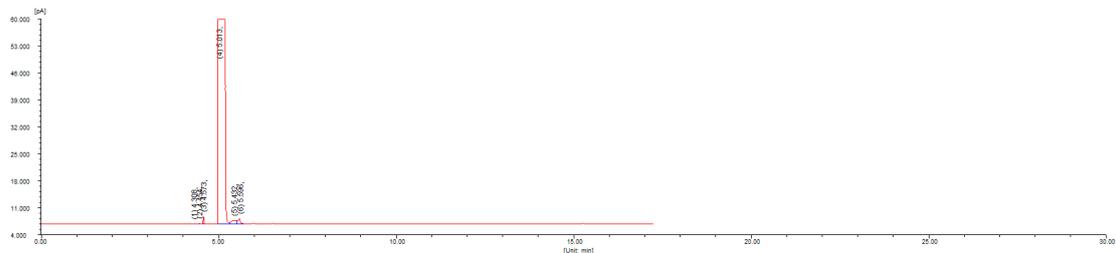
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	未知物0	5.559	0.067	4054.9	16906.0	1.9287	1.9287
2	未知物1	6.305	0.036	28294.8	66525.4	7.5893	7.5893
3		7.358	0.043	65.3	184.3	0.0210	0.0210
4		8.508	0.040	38.8	95.9	0.0109	0.0109
5		11.317	0.043	217.3	609.9	0.0696	0.0696
6		12.085	0.040	129.6	343.8	0.0392	0.0392
7		14.812	0.045	111.5	350.6	0.0400	0.0400
8	R-消旋体	15.088	0.047	449.9	1314.1	0.1499	0.1499
9	S-消旋体	15.215	0.079	148151.8	741353.3	84.5748	84.5748
10		16.109	0.081	94.8	449.7	0.0513	0.0513
11		17.206	0.042	33.1	86.4	0.0099	0.0099
12		19.799	0.037	168.4	394.7	0.0450	0.0450
13		21.577	0.034	64.5	141.8	0.0162	0.0162
14		22.541	0.034	218.0	499.7	0.0570	0.0570
15		22.587	0.034	87.2	177.8	0.0203	0.0203
16	未知物2	24.176	0.057	12645.5	45883.5	5.2345	5.2345
17		24.337	0.037	413.7	1141.0	0.1302	0.1302
18		24.834	0.045	39.6	107.1	0.0122	0.0122
总计:				195278.7	876565.1	100.0000	100.0000

说明: 用甲醇稀释, 未知物 1 和未知物 2 峰明显增大, 主含量偏低,

3.2.2 样品 S-消旋体分离谱图及检测数据 (溶剂: 二氯甲烷)



溶剂: 二氯甲烷空白图





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[%]
1	未知物1	5.910	0.036	2769.6	7030.2	0.7395	0.7395
2		6.315	0.043	41.4	118.9	0.0125	0.0125
3		6.519	0.036	62.7	144.4	0.0152	0.0152
4		7.342	0.042	102.1	273.3	0.0288	0.0288
5		7.525	0.039	60.5	155.8	0.0164	0.0164
6		8.263	0.045	20.5	64.3	0.0068	0.0068
7		10.644	0.068	28.6	153.4	0.0161	0.0161
8		11.297	0.041	242.7	654.2	0.0688	0.0688
9		12.068	0.039	89.4	231.8	0.0244	0.0244
10		14.767	0.044	111.0	313.6	0.0330	0.0330
11	R-消旋体	15.044	0.045	569.4	1592.4	0.1675	0.1675
12	S-消旋体	15.161	0.086	173508.9	932885.2	98.1273	98.1273
13		16.029	0.060	126.4	503.7	0.0530	0.0530
14		17.150	0.049	132.9	417.0	0.0439	0.0439
15		19.764	0.036	188.4	434.3	0.0457	0.0457
16		21.551	0.034	68.1	139.5	0.0147	0.0147
17		22.521	0.035	242.8	746.1	0.0785	0.0785
18	未知物2	24.223	0.033	1722.5	3753.9	0.3949	0.3949
19		24.326	0.031	387.9	814.3	0.0857	0.0857
20		24.817	0.052	53.0	159.7	0.0168	0.0168
21		26.258	0.039	43.3	102.9	0.0108	0.0108
			总计:	180571.9	950688.8	100.0000	100.0000

以上数据仅供参考, 如有问题请电话联系