

2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯手性拆分

SGLC-LC-351

摘要: 本文建立了 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯消旋体手性拆分的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 Opti-Chiral A1-5, R 构型和 S 构型可达到基线分离, 满足日常检测需求。此方法可为 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯手性拆分提供参考。

关键词: 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯 消旋体 Opti-Chiral A1-5 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪;

色谱柱: Opti-Chiral A1-5 (5 μm , 4.6 \times 150 mm; P/N: 31555);

纯水机: PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 样品溶液的制备

取 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯消旋体样品适量, 用甲醇稀释制成 0.1 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的样品, 即得。

1.3 分析条件

色谱柱: Opti-Chiral A1-5 (5 μm , 4.6 \times 150 mm; P/N: 31555)

流速: 1.0 mL/min

进样量: 20 μL

柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$

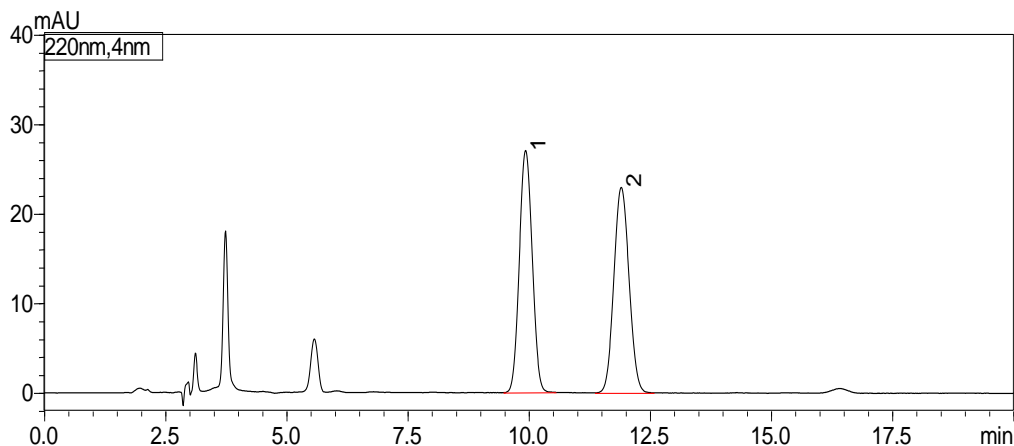
检测器: PDA, 220 nm

流动相: 水: 甲醇=40: 60

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，样品溶液色谱图如下：

样品溶液：



序号	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	9.849	497824	26932	6307	1.045	--
2	11.798	498972	22887	6542	1.065	3.620

样品溶液重现性

序号	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
1	9.888	9.865	9.849	0.20	498660	498779	497824	0.10
2	11.844	11.814	11.798	0.20	498787	498906	498972	0.02

3. 结论

本文建立了 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯消旋体手性拆分的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 Opti-Chiral A1-5, R 构型和 S 构型可达到基线分离, 满足日常检测需求。此方法可为 2,4-二甲基-4-硝基戊酸甲酯手性拆分提供参考。