

## 改善碱性化合物分析的峰形以及利用多次冲洗功能减少残留

频繁进行手指消毒是应对季节性流感传播的有效手段。很多手指消毒剂的主要成分一般是乙醇，其中有些产品还添加了具有杀菌作用的成分。市售消毒剂中的有效成分包括氯己定和苄索氯铵等，上述两种成分都是碱性较强的化合物。

使用普通的 ODS 色谱柱分析碱性化合物时，由于与填料表面残留硅醇基的非特异性相互作用，可能会出现拖尾等峰形变差的问题。Shim-pack Arata™ C18 色谱柱是为了抑制与硅醇基的相互作用而设计，分析碱性化合物时，即使使用简单的流动相，也有望获得理想的峰形。

氯己定是一种非常容易吸附到自动进样器液体接触部的化合物。因此，残留效应可能会对下一针样品的分析结果造成影响，尤其是在分析高浓度的样品后。Nexera™ X3 系统标配多次冲洗功能，可以自动冲洗容易发生残留的进样口，从而减少残留问题。

本文中为您介绍使用 Nexera X3 和 Shim-pack Arata C18 分析碱性化合物和通过多次冲洗功能减少残留的案例。

Y. Zhou

表 1 分析条件

系统	: Nexera X3
色谱柱	: Shim-pack Arata C18 (100 mm × 3.0 mm I.D., 2.2 μm) 普通 ODS 色谱柱 (100 mm × 3.0 mm I.D., 2.2 μm)
流动相	: A) 0.1% 甲酸水溶液 B) 0.1% 甲酸乙腈溶液
流速	: 0.7 mL/min
柱温	: 40 °C
进样量	: 1 μL
检测	: UV 258 nm

表 2 梯度时间程序

时间 (分钟)	A 浓度	B 浓度
0	95	5
3	50	50
6	50	50
6.01	95	5
10	95	5

### ■ 分析氯己定、苄索氯铵

图 1 所示为进样氯己定二醋酸盐 (50 mg/L) 和苄索氯铵 (200 mg/L) 混合标准溶液 1 μL 时的色谱图，表 1、2 所示为分析条件。色谱柱使用了普通 ODS 柱和 Shim-pack Arata C18 色谱柱。表 3 所示为使用上述色谱柱分析混合标准溶液时的对称因子。

使用普通 ODS 柱时，氯己定的对称因子为 1.85，苄索氯铵为 2.17。与之相比，使用 Shim-pack Arata C18 色谱柱时，氯己定的对称因子为 1.14，苄索氯铵为 0.98。与普通 ODS 柱相比，使用 Shim-pack Arata C18 色谱柱分析碱性化合物时，表现出更理想的峰对称性。

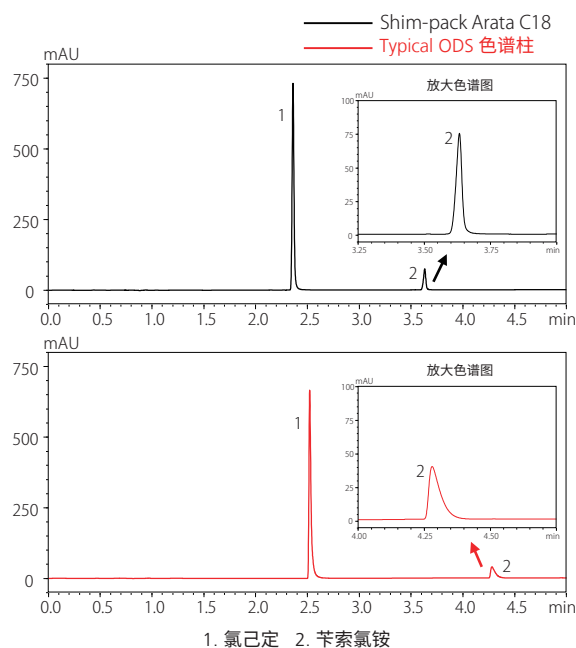


图 1 氯己定二醋酸盐 (50 mg/L)、苄索氯铵 (200 mg/L) 混合标准溶液的色谱图

表 3 对称因子的比较

化合物	Shim-pack Arata C18	普通 ODS 色谱柱
氯己定	1.14	1.85
苄索氯铵	0.98	2.17

## 应用多次冲洗功能减少残留

多次冲洗功能在进样针外表面最多可以使用两种冲洗液，内表面最多可以使用三种冲洗液进行冲洗，冲洗顺序可任意设置。另外，易发生残留的部位主要是进样口部分，而使用多次冲洗功能，也可以完成对进样口的自动冲洗。

本文对使用普通冲洗模式（只冲洗针头外表面）时和使用多次冲洗功能冲洗进样口时的残留值进行了比较。标准溶液进样后，作为空白样品，立即进行水的进样，通过上述样品的峰面积值计算残留值。冲洗液使用了水与乙腈的混合溶液和含有0.1% 甲酸的乙腈溶液。

表 4、5 所示为分析条件。使用多次冲洗功能时，LabSolutions™ 的设置如图 2 所示。图 3 所示为只使用进样针外表面冲洗时，图 4 所示为使用多次冲洗功能时，在氯己定二醋酸盐（10000 mg/L）标准溶液进样后进样 5 μL 空白溶液后的结果。各残留结果如表 6 所示。在图 2 的设置中，分析结束后，除针头外表面冲洗之外，按照冲洗溶剂 R2、R1 的顺序，对针头内表面和进样口进行冲洗。然后，使用 R0 将样品定量环内的溶剂置换 1 分钟，为下一针的分析进行平衡。

表 4 分析条件

系统	: Nexera X3
色谱柱	: Shim-pack Arata C18 (100 mm × 3.0 mm I.D., 2.2 μm)
流动相	: A) 0.1% 甲酸水溶液 B) 0.1% 甲酸乙腈溶液
流速	: 0.7 mL/min
柱温	: 40 °C
进样量	: 5 μL
检测	: UV 258 nm
冲洗液 R0	: 水 / 乙腈 = 50/50 (v/v)
冲洗液 R1	: 水 / 乙腈 = 50/50 (v/v)
冲洗液 R2	: 0.1% 甲酸乙腈溶液

表 5 梯度时间程序

时间 (分钟)	A 浓度	B 浓度
0	80	20
2	80	20
2.01	60	40
3	60	40
3.01	80	20
6.00	80	20

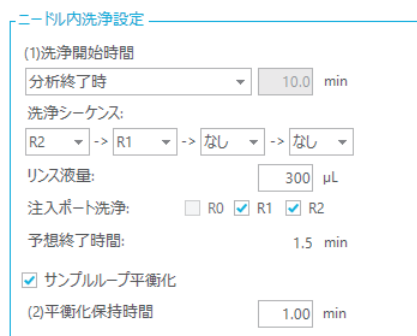


图 2 针头内表面冲洗的设置画面  
(R0、R1、R2 表示冲洗溶剂种类)

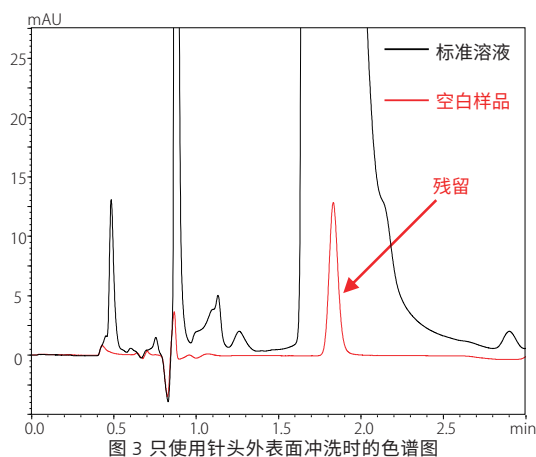
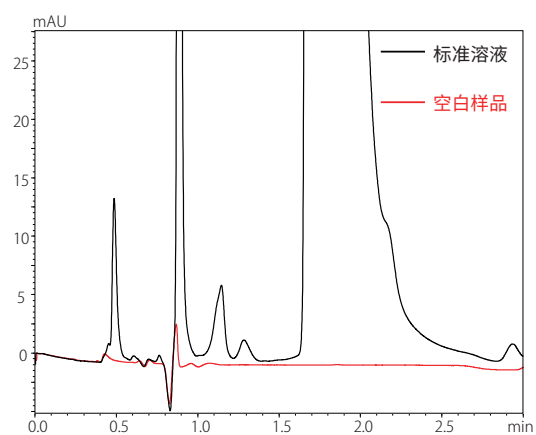


图 3 只使用针头外表面冲洗时的色谱图



进行 10000 mg/L 氯己定二醋酸盐标准溶液的进样后，只使用针头外表面冲洗时的残留为 2.31 mg/L，得到了相当于标准溶液的 0.0231% 的结果。与之相比，进行针头内外表面冲洗和进样口冲洗后的残留低于检出限，但其参考浓度为 0.01 mg/L，得到了相当于标准溶液的 0.0001% 的结果。综上所述，通过使用多次冲洗功能，可以将残留减少到 1/230 以下。

表 6 残留的比较

冲洗方法	残留的浓度 (mg/L)	残留 (%)
针头外表面冲洗	2.31	0.0231
针头内外表面冲洗 和进样口冲洗	0.01	0.0001

## 结论

使用 0.1% 甲酸水溶液等简单的流动相分析碱性化合物时，与普通 ODS 柱相比，使用 Shim-pack Arata C18 色谱柱可以得到更为理想的峰形。而且，通过使用 Nexera 的多次冲洗功能，可以大幅改善残留问题。可以说，本功能是减少高浓度样品进样时残留的有效手段。

岛津应用云



Nexera、Shim-pack Arata 及 LabSolutions 是岛津制作所株式会社在日本与其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020 年 4 月