

## 通过重叠进样功能缩短有机酸分析时间

有机酸除了可以作为食品中的酸味成分使用之外，还作为具有抗氧化作用、抗菌作用的食物添加剂使用。另外，作为有效成分的反离子包含在药物之中，为测量有效成分的溶解度和稳定性而进行有机酸分析。在每个领域中，需要处理很多样品以进行产品质量控制，因此需要一种能够在更短的时间内进行高重现性有机酸分析的设备。

HPLC 的离子排斥模式与柱后 pH 缓冲电导率检测方法相结合，可对有机酸进行高灵敏度和选择性检测。然而，在该方法中，需要实现高分离度时会使用两根色谱柱，检测需要很长的时间。

Nexera™ 型自动进样器 SIL-40 系列具有重叠进样功能，进行连续分析时，在分析某个样品期间，可进行下一个样品的进样。在洗脱目标成分所花的时间内提前进样，缩短连续分析所需的总时间。本文中介绍利用 SIL-40C 的重叠进样功能，缩短有机酸连续分析时间的案例。

M.Hayashida

### ■ 重叠进样功能

图 1 所示为典型进样的分析周期和进行重叠进样处理的分析周期模式图。在本次的分析中，洗脱目标成分需要 10 分钟左右的时间，通过在此期间进样下一个样品，可以缩短分析时间。

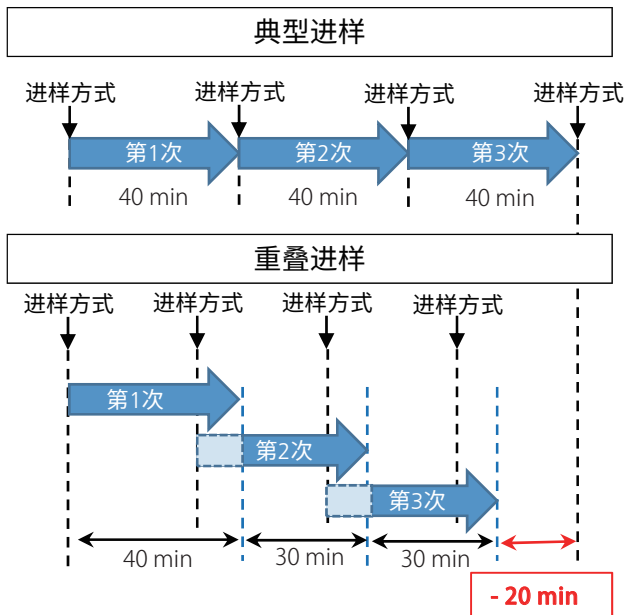


图 1 重叠进样处理的模式图



图 2 Nexera™ 有机酸分析系统外观

### ■ 有机酸分析流动相试剂套装

本次的分析中使用了有机酸分析流动相试剂套装。这是开封后可以立即使用的已制备好的流动相和 pH 缓冲化试剂套装。不仅可以减少溶液制备所需的时间和成本\*1，而且还可以降低制备错误风险，确保分析的稳定性。

\*1：每年节约 7 万日元左右的成本（本公司估算值）



图 3 有机酸分析流动相试剂套装

### ■ 标准样品溶液的分析案例

表 1 所示为分析条件。图 4 所示为对标准溶液（各 2.0 mmol/L）进行 3 次重复进样的结果。在图 4 上方所示的典型进样分析中，每次分析需要 40 分钟，3 次反复分析合计需要 120 分钟，而使用图 4 下方所示的 SIL-40C 重叠进样功能，分析时间成功缩短了 20 分钟。其中，使用了重叠进样功能的色谱图的时间轴表示的是进样后开始的时间，因此，无需通过控制软件变更各成分的保留时间设置。

表 1 分析条件

色谱柱	: Shim-pack™ SCR-102H (300 mm × 8.0 mm I.D., 7 μm) × 2
保护柱	: 保护柱 SCR-102H (50 mm × 6.0 mm I.D.)
流动相	: 5 mmol/L 对甲苯磺酸
流动相的流速	: 0.8 mL/min
pH 缓冲液	: 5 mmol/L 对甲苯磺酸， 20 mmol/L Bis-Tris 和 0.1 mmol/L EDTA
pH 缓冲液的流速	: 0.8 mL/min
柱温	: 45 °C
进样量	: 10 μL
检测	: 电导检测器 (CDD-10AVP)

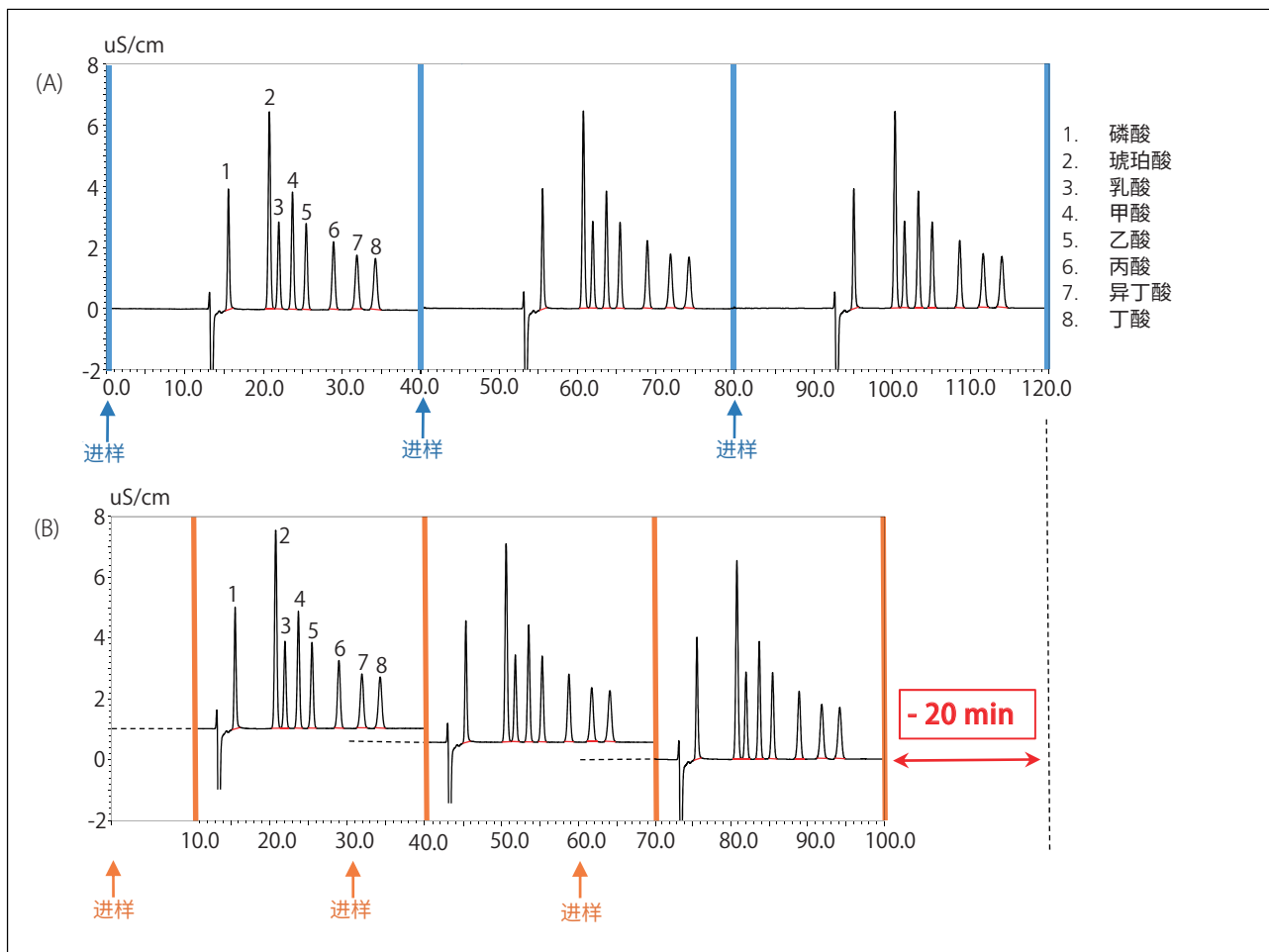


图4 标准溶液的色谱图 (各 2.0 mmol/L)  
(A): 典型进样 (第 1-3 次), (B): 重叠进样 (第 1-3 次)

## 标准曲线的线性及各峰的重现性

图5所示为按照表1的条件, 使用重叠进样功能分析的标准曲线。

在 2.0–20.0 mmol/L 的范围内绘制了标准曲线。各成分均得到了贡献率  $r^2 = 0.999$  以上的理想线性。

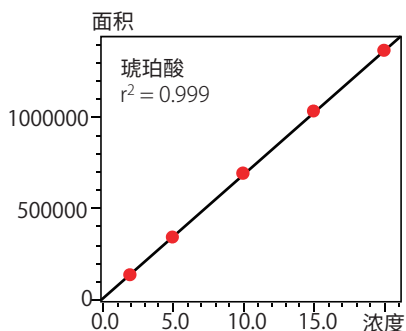


图5 标准曲线及相关系数

关于峰面积值的 %RSD (n=3), 典型进样与重叠进样的比较结果如表2所示。在两种条件下, 均得到了 0.5% 以下的理想的重现性。

表2 标准溶液各 2.0 mmol/L 的峰面积重现性 (n = 3)

化合物	峰面积的 %RSD		残留 (%)
	典型	重叠	
琥珀酸	0.10	0.10	
乳酸	0.16	0.47	
甲酸	0.16	0.17	
乙酸	0.20	0.15	
丙酸	0.22	0.13	
异丁酸	0.49	0.48	
丁酸	0.33	0.18	

关于峰面积值的 %RSD (n=3), 典型进样与重叠进样的比较结果如表2所示。在两种条件下, 均得到了 0.5% 以下的理想的重现性。

## 总结

使用 Nexera 有机酸分析系统中搭载的自动进样器 SIL-40C 的重叠进样功能, 进行了标准溶液的连续分析。在 3 个样品的连续分析中, 缩短了 20 分钟的分析时间。在进行多个样品的连续分析时, 例如分析 20 个样品时, 可以缩短 3 小时以上的时间。同时, 还可以增加每个有机酸分析流动相试剂套路的分析样品数量。

岛津应用云



Nexera 和 Shim-pack 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。



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