

## 快速分析漱口水中的有效组分 CPC 及 GK2

01-00116-CN

岩田 奈津纪

### 方法优势

- ◆ 可在约 4 分钟内同时分析 2 种有效组分。
- ◆ 该方法分析碱性物质（四级铵盐等），色谱峰无拖尾，展现出良好的重复性。
- ◆ 流动相中无需使用离子对试剂或过氯酸盐。

### 简介

市售的口腔护理产品中含有多种有效组分，通常使用 HPLC 法对其进行分析。其中，通过 C18 色谱柱分析四级铵盐的西吡氯铵（CPC）时，残留在硅胶填充剂表面的硅烷醇基（残留硅烷醇基）与 CPC 相互作用，产生吸附导致色谱峰的拖尾。近年来，采用掩盖残留硅烷醇基的色谱柱封端技术已经面世，但对部分目标组分的抑制效果较差，仍会产生色谱峰拖尾。此时，通过向酸性流动相中添加离子对试剂或过氯酸盐可抑制组分的吸附。而 Shim-pack Arata™ C18 则不必添加离子对试剂等，即可抑制与残留硅烷醇基的相互作用，获得良好的色谱峰形。

本文将介绍快速同时分析漱口水中有效组分的 CPC 及甘草酸二钾（GK2）的案例。

### 西吡氯铵、甘草酸二钾混合标准溶液的分析

CPC 及 GK2 因其分别具有杀菌作用及抗炎症作用，而被添加至口腔护理产品中。图 1 所示为 CPC 及 GK2 的混合标准溶液（各 100 mg/L）的色谱图，表 1 为分析条件。通过使用 Shim-pack Arata C18，即使采用不添加离子对试剂或过氯酸盐的流动相成分也可获得 CPC 的尖锐色谱峰。此外，在流动相中使用离子对试剂后，CPC 的保留时间增加，分析时间变长。本文中通过使用（如加甲酸）流动相，可在 4 分钟内分析 2 种目标组分。

表 1 分析条件

|          |   |
|----------|---|
| 系统       | : Nexera™ XR  |
| 色谱柱      | : Shim-pack Arata C18 <sup>1</sup><br>(75 mm × 3.0 mm I.D., 2.2 μm) |
| 流速       | : 1.0 mL/min  |
| 流动相      | : A) 0.1% 甲酸水溶液<br>B) 0.1% 甲酸乙腈溶液                                   |
| 时间程序     | : 40%B (0 min) → 50%B (4.00-4.50 min) → 40%B (4.51-7.00 min)        |
| 混合器      | : 180 μL  |
| 柱温       | : 40 °C   |
| 进样量      | : 1 μL  |
| 样品瓶      | : SHIMADZU LabTotal™ 用于 LC 1.5 mL, 玻璃 <sup>2</sup>                  |
| 检测 (PDA) | : 在 254 nm 处 SPD-M40254   |

\*1 P/N: 227-32802-02 \*2 P/N: 227-34001-01

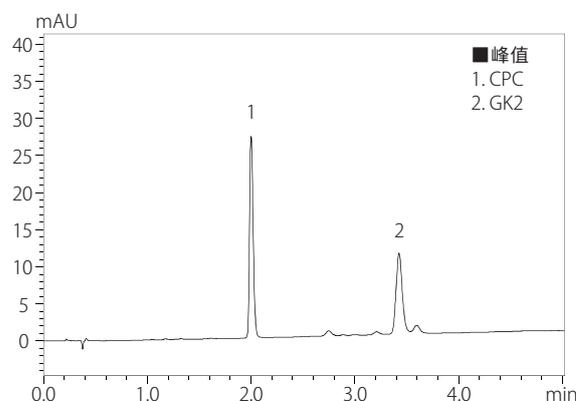


图 1 CPC 和 GK2 的混合标准溶液（各 100 mg/L）的色谱图

### 重复性

表 2 所示为 10 mg/L 混合标准溶液重复分析 6 次时的保留时间与峰面积的重复性结果（% RSD）。所有化合物的保留时间和峰面积的 RSD 值均在 0.6% 以下。

| 化合物 | 保留时间 | 峰面积  |
|-----|------|------|
| CPC | 0.14 | 0.52 |
| GK2 | 0.08 | 0.31 |

### 标准曲线

图 2 所示为 CPC 和 GK2 的标准曲线（5~200 mg/L）。两者均获得相关系数  $r^2 > 0.9999$  以上的美好线性。

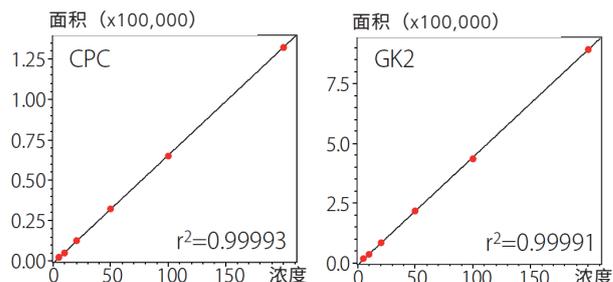


图 2 标准曲线

## 漱口水的分析

样品采用 2 种市售漱口水。使用超纯水对漱口水进行 10 倍稀释，用 0.2 μm 滤膜过滤后，上样分析。

色谱图如图 3 和图 4 所示，漱口水中的各组分浓度如表 3 所示（预处理后的浓度）。

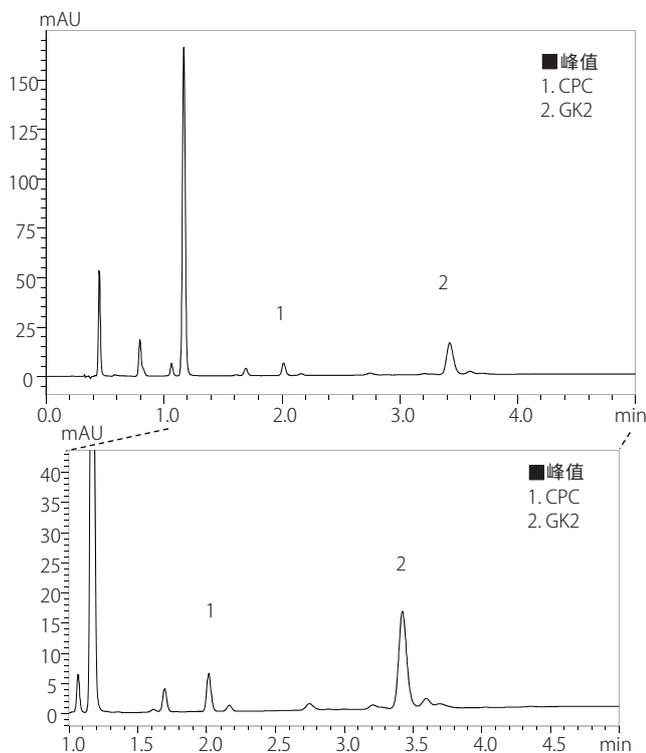


图 3 漱口水 A 的色谱图

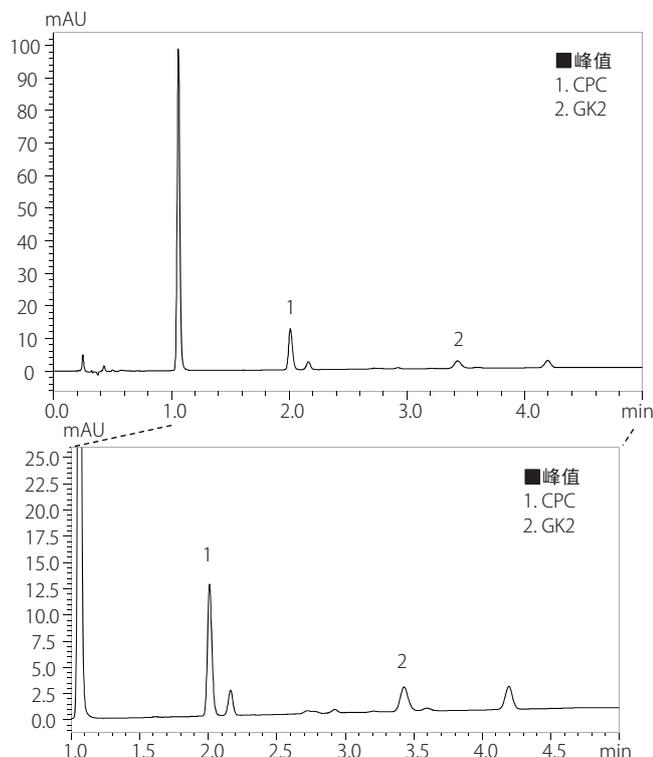


图 4 漱口水 B 的色谱图

表 3 分析结果

| 化合物 | 浓度 (mg/L) |       |
|-----|-----------|-------|
|     | 漱口水 A     | 漱口水 B |
| CPC | 23.1      | 44.7  |
| GK2 | 143.6     | 22.4  |

## 使用 UV 光谱确认

使用二极管阵列 (PDA) 检测器时，除色谱峰的保持时间之外，还可根据与标准品的 UV 光谱吸收曲线的比对，进行一致性鉴定。

漱口水 A (保留时间 2 分钟处) 色谱峰 1 的 UV 光谱与标准品 UV 光谱的重叠图如图 5 所示，通过对各 UV 光谱曲线的标准化处理及比对，可知漱口水 A 及标准品均在 212 nm 及 258 nm 检出极大吸收波长范围，因此可鉴定漱口水 A 约 2 分钟谱峰为 CPC。同样，根据漱口水 A 色谱峰 2 进行 UV 光谱比对，可在 250 nm 检出极大吸收波长，因此可鉴定为 GK2 (图 6)。

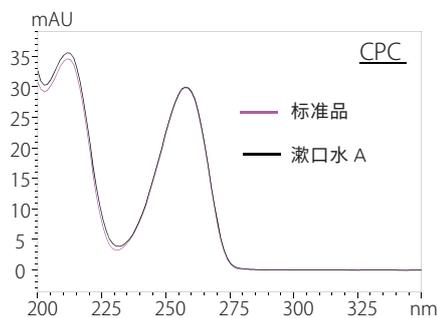


图 5 与 UV 光谱的比较 (CPC)

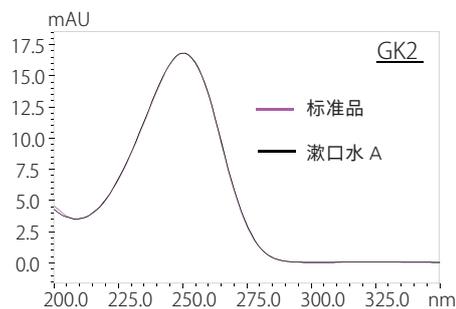


图 6 与 UV 光谱的比较 (GK2)

## 结论

使用岛津高效液相系统 Nexera™ XR 同时快速分析了漱口水中的有效组分 CPC 及 GK2。通过使用 Shim-pack Arata C18 柱，可抑制 CPC 等碱性物质的色谱峰拖尾。且本方法在流动相中未使用离子对试剂或过氯酸盐，即可在短时间内分析 2 种目标组分。通过使用 PDA 检测器，可根据保留时间与 UV 光谱对目标组分进行鉴定。

岛津应用云



Nexera、Shim-pack Arata 及 SHIMADZU LabTotal 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: 2021 年 3 月