

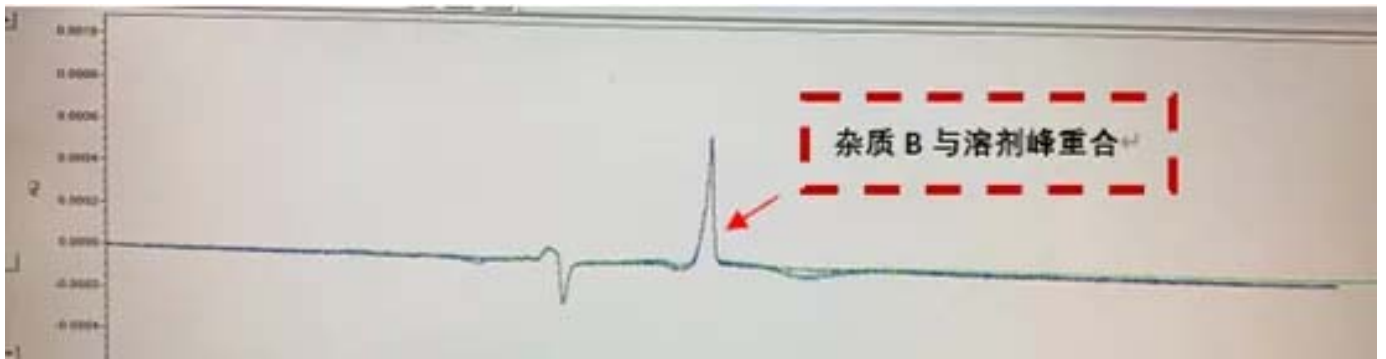
# 一个采用“溶剂效应”思路解决溶剂干扰问题的具体案例

原创 雨化田 药事纵横 昨天

摘要：液相色谱“溶剂效应”，是个老生常谈的话题，泛指样品中某些组分在稀释剂与流动相中存在状态有较大差异，导致色谱行为表现异常的情况。本文以某稀释剂在不同品牌液相上的色谱行为为例，阐明稀释剂选择也有可能影响其本身的色谱行为，进而影响方法的耐受性。

## 一、发现问题：

我公司某项目在采用waters液相进行方法转移时发现空白溶剂（流动相A）在3.5min有出峰，干扰杂质B的灵敏度测定，空白溶剂谱图如下：



## 二、问题排查思路:

### 1、方法开发方是否也存在同样的问题

方法开发方采用的是Agilent液相进行的方法开发及验证，空白溶剂(流动相A)在杂质B出峰位置无干扰，空白溶剂谱图如下：



方法开发方采用waters液相重新方法，存在同样的问题，空白溶剂(流动相A)在杂质B出峰位置也有干扰，空白溶剂谱图如下：



## 2、是否是缓冲盐或溶剂引入的干扰

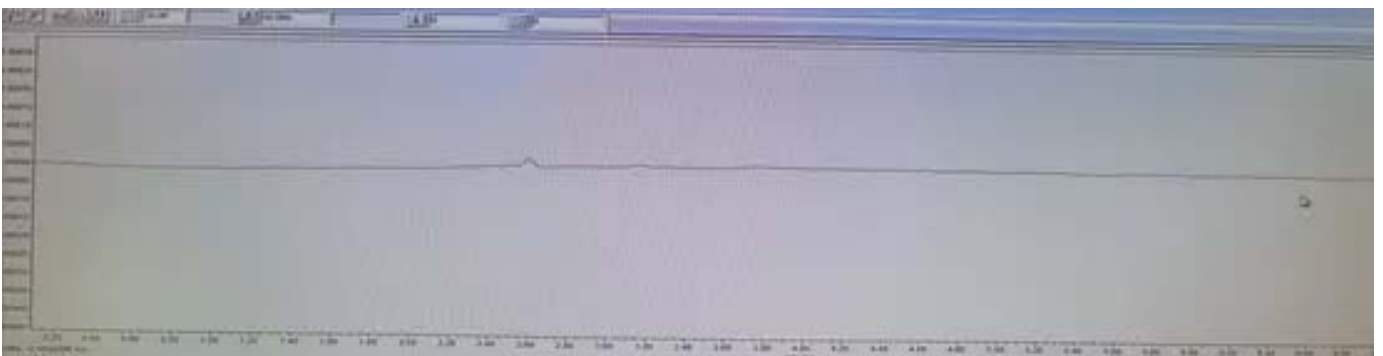
本方法色谱条件为流动相A：磷酸二氢铵溶液（取磷酸二氢铵11.5g，加水1000ml溶解，并用磷酸调pH值至4.4）流动相B为乙腈-流动相A（1:1）柱温为40℃；检测波长为230nm；进样体积为10 $\mu$ l，梯度洗脱程序如下表所示：

时间（分钟）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	82	18
10	82	18
20	36	64
25	36	64
26	82	18
35	82	18

## 3、是否是“溶剂效应”导致不同品牌液相色谱行为的差异更换磷酸二氢铵为SIGMA厂家HPLC级别的盐并安装新鬼峰捕集小柱，稀释剂（流动相A）谱图未见改善，仍有干扰峰出现，谱图如下：



更换稀释剂（流动相A）为稀释剂（流动相A：流动相B 82:18，v/v），采用waters液相，稀释剂干扰峰消失，谱图如下：



## 三、现象分析

在日常检测中，稀释剂干扰是一个很让人头痛的问题，其本质是稀释剂中不可避免也可能含有光谱响应的物质，通常这样杂质保留较弱，容易产生“溶剂效应”，解决该问题最好的方式就是采用初始比例的流动相作为稀释剂。我们在进行分析方法开发中首先应考虑流动相作为稀释剂，如遇到溶解性、溶液稳定性等问题，可以适当在稀释剂中增加助溶剂，稳定剂等，但要做充分的耐受性考察，如更换不同品牌的液相等，以确保检测数据的准确性和可重现性。

#### 四、参考文献

[1]液相色谱柱与方法开发指南

[2] 实用高效液相色谱法建立。

**药事纵横投稿须知：稿费已上调，欢迎投稿**



**推广合作/整合营销联系：**

张经理15057280775（微信同号）  
周经理15858667450（微信同号）

	<p><b>药事纵横</b> 创办时间：2016年 媒体定位：药品研发、 生产和注册</p>		<p><b>药通社</b> 创办时间：2015年 媒体定位：药物制剂政策、 咨询、技术</p>		<p><b>药融圈</b> 创办时间：2017年 媒体定位：综合类</p>
---	--	---	---	---	---

各位朋友好，觉得本文对您有帮助，请随手点一下下方的在看，以便让你的朋友也能看到哦。

喜欢此内容的人还喜欢

热处理油

亚洲金属

脱硫pH计

热电环保

## 各类土的特征及取样试验方法

一湾江水的工程故事