

Arc HPLC系统对氯己定样品发挥优异的低残留性能

Bheeshmacharyulu S, Dilshad Pullancheri, Tirupateswara Rao Boyidi, Padmakar Wagh博士

Waters Corporation

摘要

氯己定是一种广谱抗菌双胍类药物，用作局部抗菌剂，在口腔科实践中用于治疗由微生物引起的炎症性口腔疾病。它是目前常用的一种皮肤和粘膜消毒剂。

该化合物通常具有粘性，因此很难从进样器表面去除，在HPLC系统中造成进样器残留，可能导致结果不合格，最终导致批次失败。我们使用Arc HPLC系统对葡萄糖酸氯己定中的有机杂质进行了USP专论方法检测，与竞争厂商的HPLC系统相比，Arc HPLC中未检测到残留。实验证实，Arc HPLC系统可大幅改善进样器的氯己定残留问题。



图1.Arc HPLC系统

优势

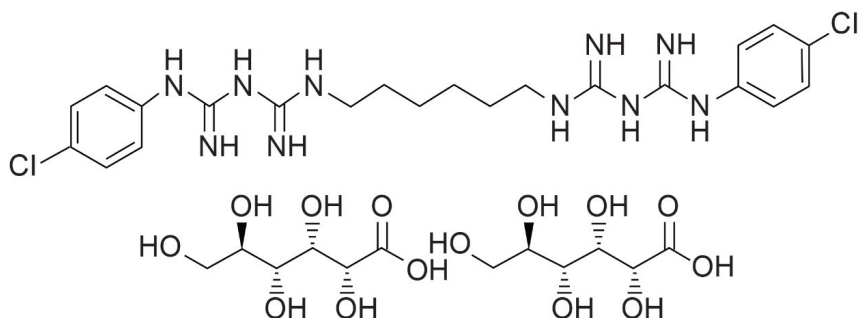
- 残留对许多实验室的色谱工作者而言是一个主要挑战，可影响结果准确度和数据质量，降低样品通量，并增加分析复杂性
- 采用流通针设计的Arc HPLC系统可成功减少分析物残留
- 用户可配置的清洗设置可解决进样器残留问题

简介

“残留”定义为“既往进样的残余样品，可能干扰目标分析物或与之共流出，通常会干扰准确定量。”一直以来，残留都是HPLC系统中存在的一大难题，但随着当今检测方法的灵敏度改善，残留也更具研究意义。残留可以通过注入分析样品之后再注入空白样品时出现的非预期小峰来检测，也可以通过多次进样后低到不合理的进样精密度的检测。影响进样器残留的因素有很多，包括分析物化学性质、色谱柱填料和HPLC系统进样器设计等。

Arc HPLC系统可让您轻松重现既有LC方法并提升方法性能，而不会影响数据质量。它还具有分析物残留水平低、进样精密度高和耐受高背压的优势，可改进现有HPLC方法，提升分析的效率和性能。

本研究开展的实验旨在解决葡萄糖酸氯己定残留问题。



葡萄糖酸氯己定

图2.葡萄糖酸氯己定的结构式

实验

分析方法条件

系统：	配备2998 PDA检测器的Arc HPLC系统
色谱柱：	XSelect HSS C ₁₈ , 3.5 μm
柱温：	30 °C
流速：	1.0 mL/min
流动相A：	0.1% TFA的水溶液:0.1% TFA的乙腈溶液(80:20)
流动相B：	0.1% TFA的乙腈溶液:0.1% TFA的水溶液(90:10)
检测波长：	254 nm
进样体积：	10 μL
清除溶剂：	水:乙腈(9:1)

洗针液：	水:乙腈(9:1)
运行时间：	65 min
进样器温度：	8 °C
稀释剂：	流动相A
供试品：	稀释100倍的20%葡萄糖酸氯己定水溶液样品
稀释样品：	用稀释剂稀释100倍的供试品

表1.分析方法条件

Gradient

时间 (min)	流速 (mL/min)	%A	%B	曲线
初始	1.0	100	0	初始
2.0	1.0	100	0	6
32.0	1.0	80	20	6
37.0	1.0	80	20	6
47.0	1.0	70	30	6
54.0	1.0	70	30	6
55.0	1.0	100	0	6
65.0	1.0	100	0	6

本实验旨在通过葡萄糖酸氯己定进样后空白溶液的色谱图研究进样器残留。以下列模式注入两组样品序列。

Arc HPLC系统采用USP专论方法分析氯己定中的有机杂质，色谱条件重现了竞争厂商的HPLC系统所用条件。样品组1在竞争厂商HPLC系统中观察到0.0015%的残留(%), 在Arc HPLC系统中未检测到残留。样品组2在竞争厂商HPLC系统中的残留(%)从0.0015%增加到0.0027%，这是因为分析运行中的供试品进样次数按序递增，但在Arc HPLC系统中仍未检测到残留。

结果与讨论

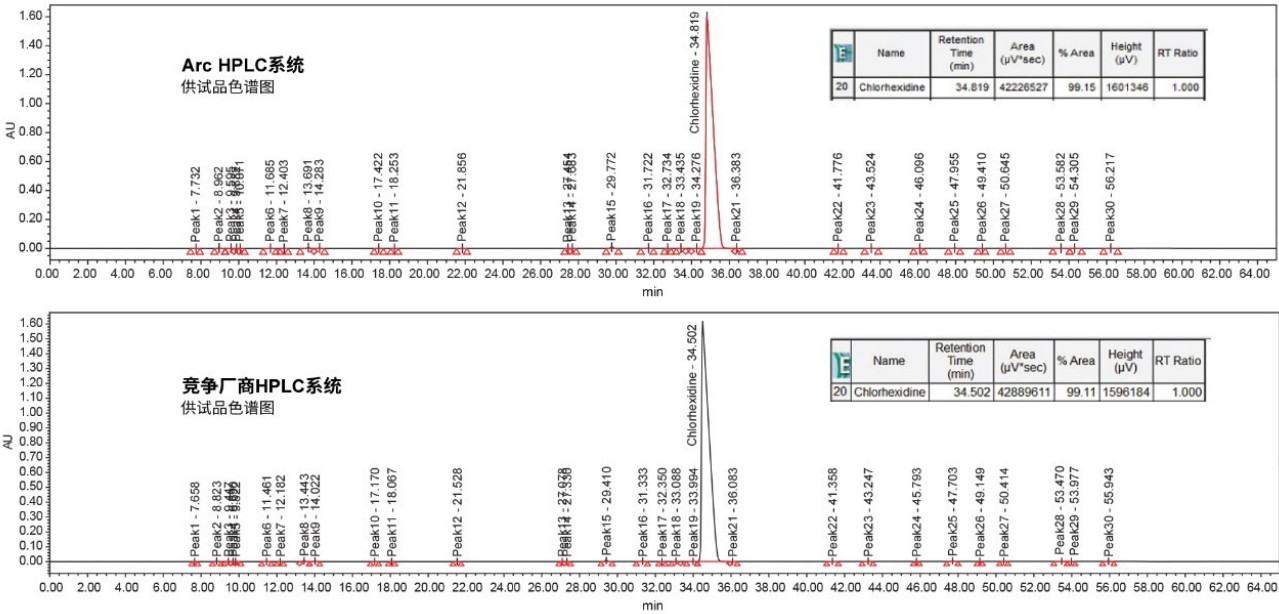


图4.Arc HPLC系统（上图）和竞争厂商HPLC系统的20%葡萄糖酸氯己定溶液供试品色谱图

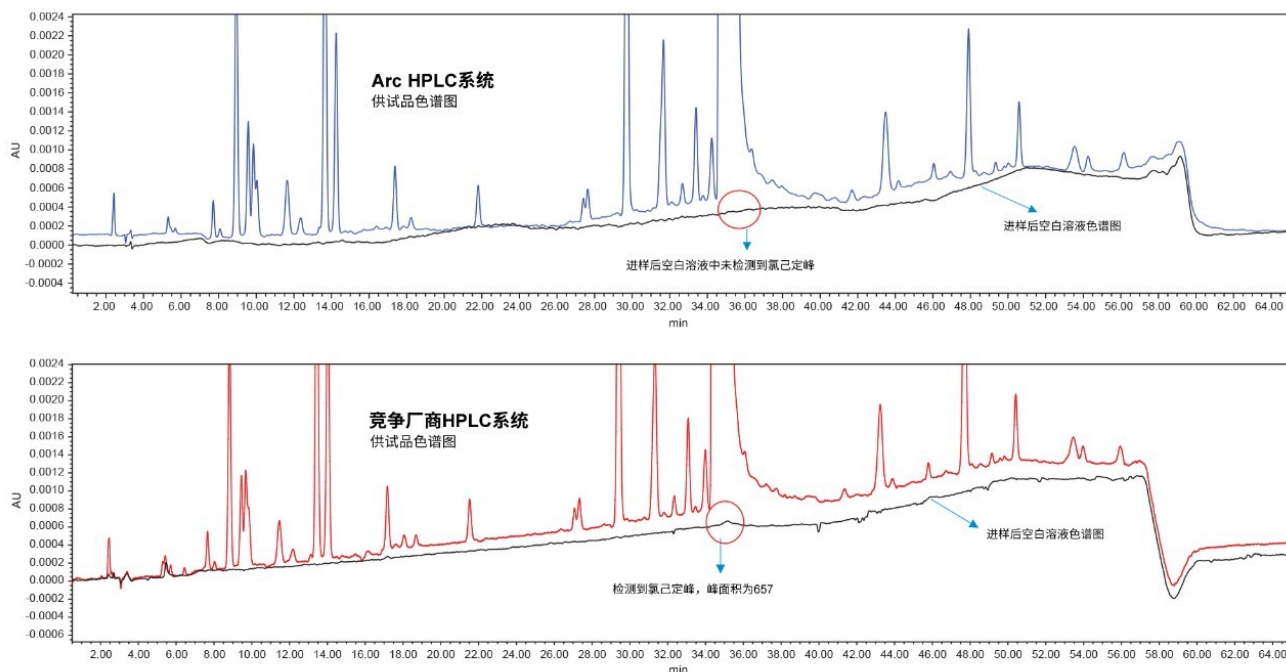


图5.Arc HPLC系统（上图）和竞争厂商HPLC系统的样品组1进样后空白溶液色谱图比较。此时，在竞争厂商HPLC系统的进样后空白溶液色谱图中检测到氯己定峰，残留为0.0015%，而在Arc HPLC系统中未检测到残留。Arc HPLC系统采用先进的流通针设计，会在运行过程中不断清洗进样针内部，有助于大幅减少进样器残留。因此，您无需重新开发方法即可提高进样器性能。在竞争厂商HPLC系统中，第一个进样后空白溶液和稀释后样品溶液均观察到残留，这会影响杂质分析结果。除进样器残留外，分析物化学性质和色谱柱填料也可能导致残留。使用相同的色谱柱填料以USP专论方法检测葡萄糖酸氯己定的有机杂质时，在Arc HPLC系统上观察到优异的低残留性能。

结论

- Arc HPLC系统对葡萄糖酸氯己定样品展示出优异的低残留性能。
- 供试品溶液和稀释后样品在4天内多次进样（约70次）后观察到的残留均低于检测限。
- 实验证实，Arc HPLC系统可解决进样器的葡萄糖酸氯己定样品残留问题。

参考资料

1. Dlugasch, A.; Simeone, J.; McConville, P. Alliance Carryover Performance Part 1: Carryover Improvement Achieved Through Instrument Design Changes for the Alliance HPLC System. Waters Application Note, [720006386EN](#), 2018.
2. Bheeshmacharyulu S; Boyidi, T.; Pullancheri, D.; Wagh, P. 使用Arc HPLC成功实现进样器的低水平苯甲醇残留. 沃特世应用纪要, [720007076ZH](#), 2020.

特色产品

- [Arc HPLC系统 <https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135068659>](https://www.waters.com/waters/nav.htm?cid=135068659)
- [2998光电二极管阵列\(PDA\)检测器 <https://www.waters.com/1001362>](https://www.waters.com/1001362)

720007420ZH, 2020年11月



© 2022 Waters Corporation. All Rights Reserved.