

液相色谱溶剂效应原理剖析及应用

上海谱宁分析技术有限公司

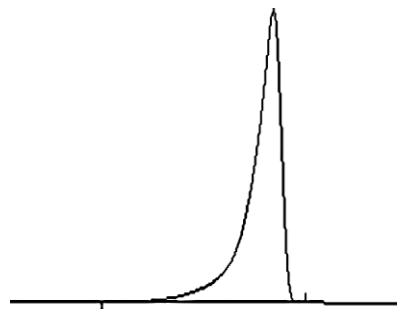
张新华 总经理

主要内容

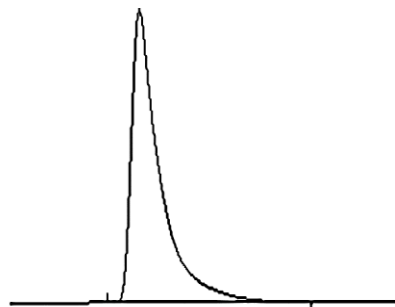
- 一. 液相色谱异常峰形分析
- 二. 溶剂效应产生原理剖析
- 三. 溶剂效应的判断
- 四. 溶剂效应解决方案

一. 液相色谱峰形异常分析

前延



拖尾



什么情况

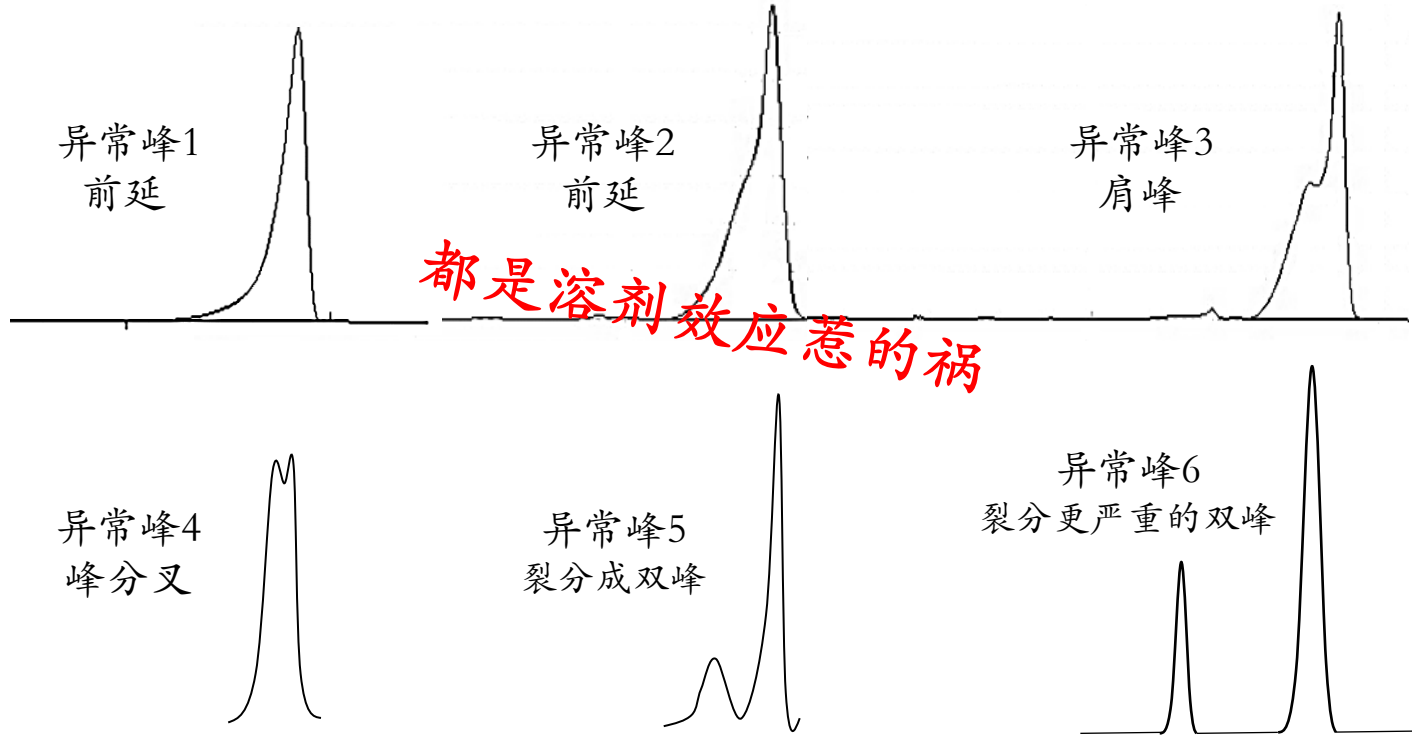


峰前延、分叉、裂分

色谱柱污染?

柱头塌陷?

仪器故障?



Why ?

溶剂效应

巨大影响

峰形

短短0.6s, 如此巨大的影响, 进样过程发生了什么?

进样10ul, 1ml/min流速, 完成进样只需 0.6s

主要内容

一. 液相色谱异常峰形分析

二. 溶剂效应产生原理剖析

三. 溶剂效应的判断

四. 溶剂效应解决方案

二. 溶剂效应产生原理剖析

2.1 溶剂效应产生原理

2.2 进样过程剖析

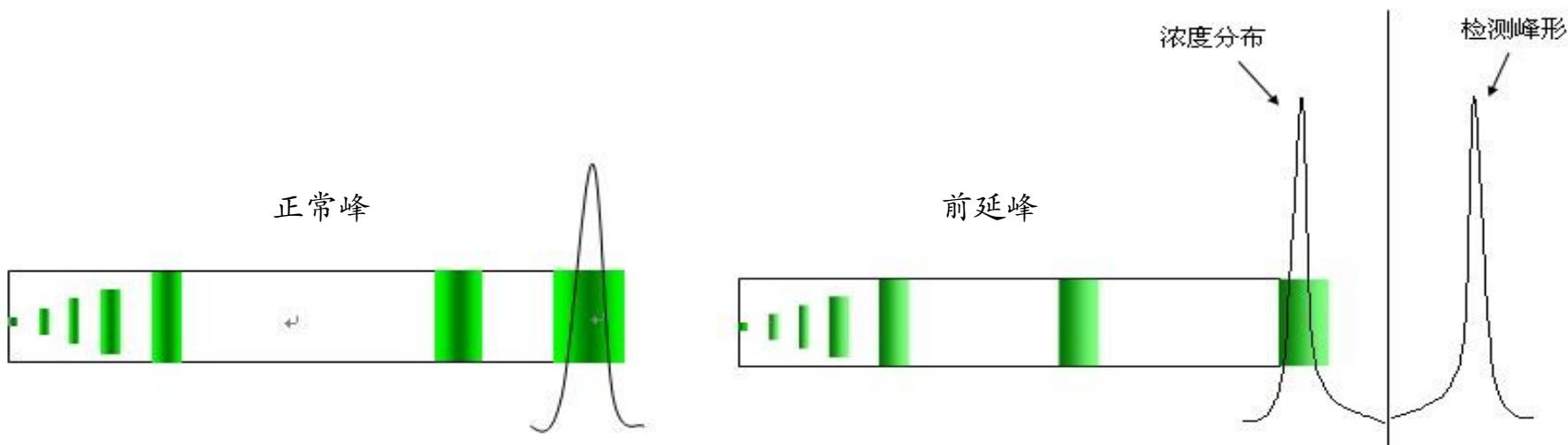
2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析

2.1 溶剂效应产生原理

- 透过现象看本质

色谱峰形是样品分子在色谱柱内浓度分布的反映

峰形异常的实质是样品分子在色谱柱内的浓度分布异常



2.1 溶剂效应产生原理

- **溶剂效应产生原理:** 进样过程中样品分子状态和周围的环境急剧变化, 引起了样品分子在色谱柱内的浓度分布异常。

- **两个概念:**

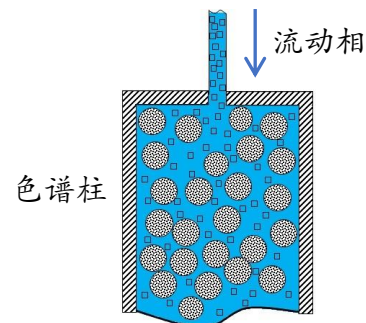
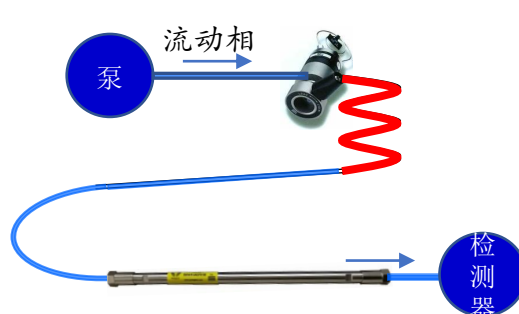
溶剂效应是指溶解样品的溶剂对色谱分离所带来的影响和作用。

溶解样品的溶剂以下简称“样品溶剂”。

2.2 进样过程剖析

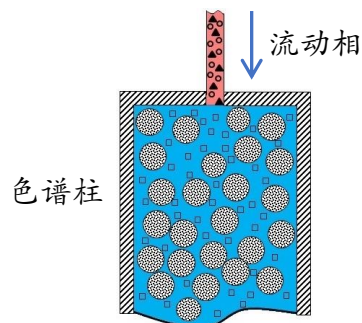
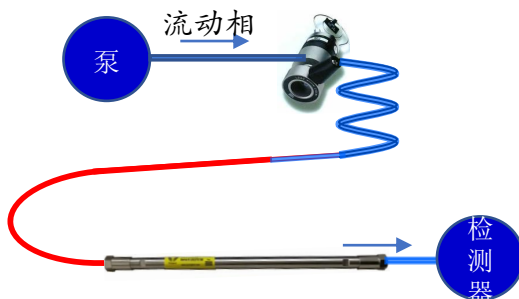
我们**熟知的**进样过程（均相体系稳定，不容易产生溶剂效应）

- 载样



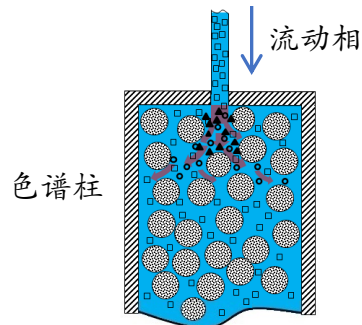
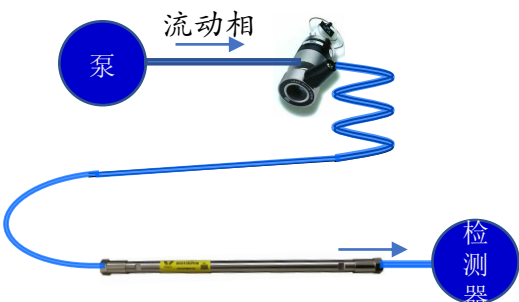
样品处于
均相体系

- 样品**到达**色谱柱



样品处于
均相体系

- 样品**全部进入**色谱柱
开始色谱保留行为



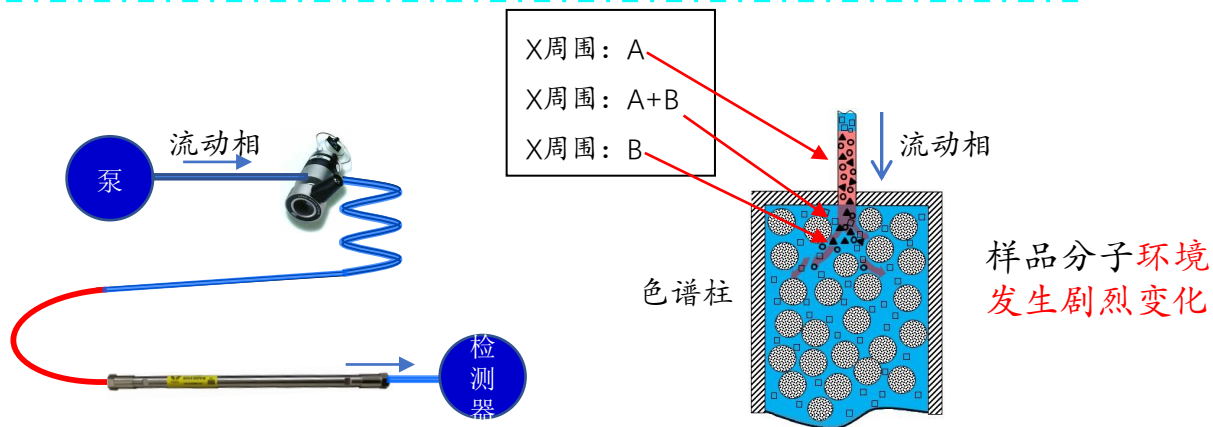
样品处于
均相体系

2.2 进样过程剖析

我们**遗漏**的第2阶段（周围环境剧烈变化，不稳定，容易产生溶剂效应）

- 载样
- 样品**到达**色谱柱（进样过程的第1阶段）

- 样品**部分进入**色谱柱（进样过程的第2阶段）



- 样品**全部进入**色谱柱（进样过程的第3阶段）
开始色谱保留行为

样品分子为：X
样品溶剂为：A
分析流动相为：B

2.2 进样过程剖析

我们为什么会遗漏进样过程的第2阶段？

- 进样特点：进样量少，进样过程时间短

进样10ul，在1ml/min的流速下，只需0.6s即可完成进样过程。

- 理想但是错误的认知

1. 极少的进样量和极快的流速下，所有的样品分子会同时到达色谱柱，并形成点进样。
2. 所有的样品分子都是在流动相的推动下进行色谱保留行为。

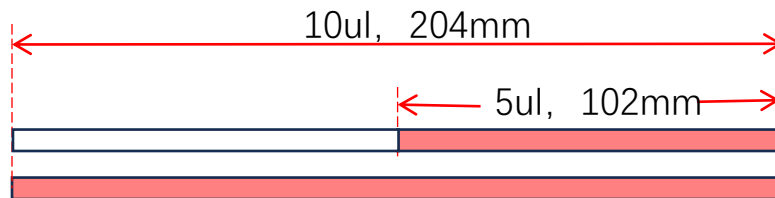
2.2 进样过程剖析

真实的进样过程是这样的

- 进样量虽小，但是却能充满较长的一段管路，10ul有204mm长

进样10ul，在常用的0.25mm(0.01英寸)内径管路中，可以充满204mm

$10\text{ul} \div (0.125\text{mm} \times 0.125\text{mm} \times 3.14) = 204\text{mm}$ （与A4纸张的短边长度相当）



- 时间虽短，0.6s，却也能说明所有的样品分子并非不是同一时刻到达色谱柱

进样10ul，1ml/min的流速下，完成进样过程需要0.6s。

由此可知，进样的过程并未能让所有的样品分子在某一时间点同时到达色谱柱，实现理想状态的点进样，而是有一个先后顺序。

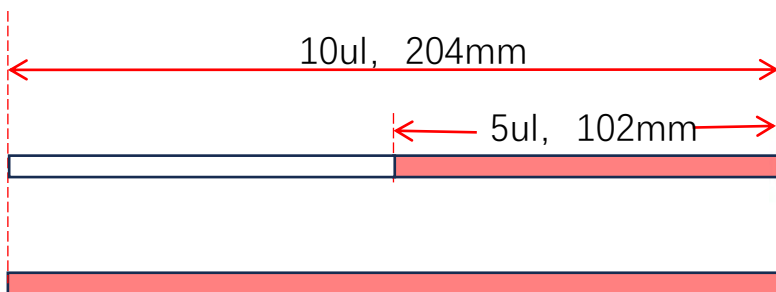
2.2 进样过程剖析

真实的进样过程是这样的

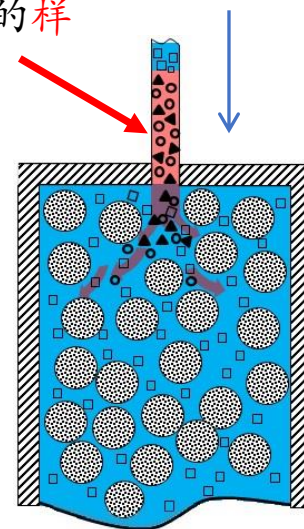
进样时，204mm长管路的样品溶液是逐步进入色谱柱的，为了方便过程剖析，我们以样品一半进入色谱柱为例进行分析。

一半进入色谱柱时，另一半5ul样品溶液仍存留于柱前102mm长的管路中

- 样品一半进入色谱柱



102mm长的管路内的样品溶液(X后+A后)



2.2 进样过程剖析

剖析被遗漏的进样过程第2阶段

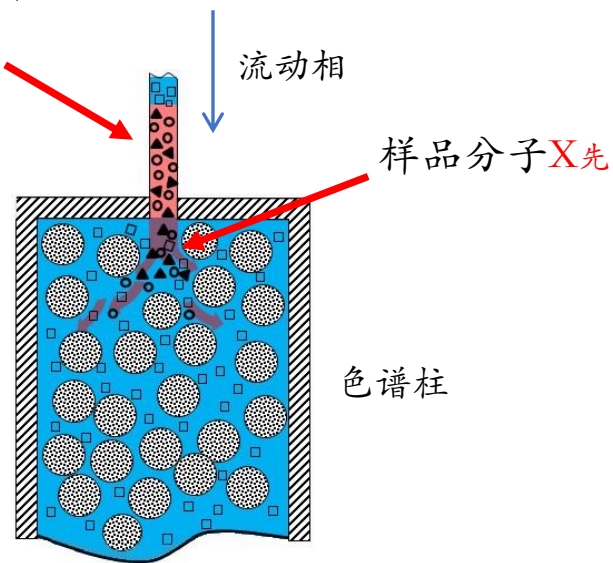
- 研究对象：1. 先进入色谱柱的部分成分为：样品分子X_先和样品溶剂A_先
2. 后进入色谱柱的部分成分为：样品分子X_后和样品溶剂A_后

由图可知：

样品分子X_先的流动相为样品溶剂A_后

样品分子X_先的流动相为后进入色谱柱的样品溶液(样品分子X_后+样品溶剂A_后)，由于样品浓度极低，其主要成分为样品溶剂A_后，因此可以说：样品分子X_先的流动相为样品溶剂A_后。

102mm长的管路内的样品溶液(X_后+A_后)，主成分为样品溶剂A_后



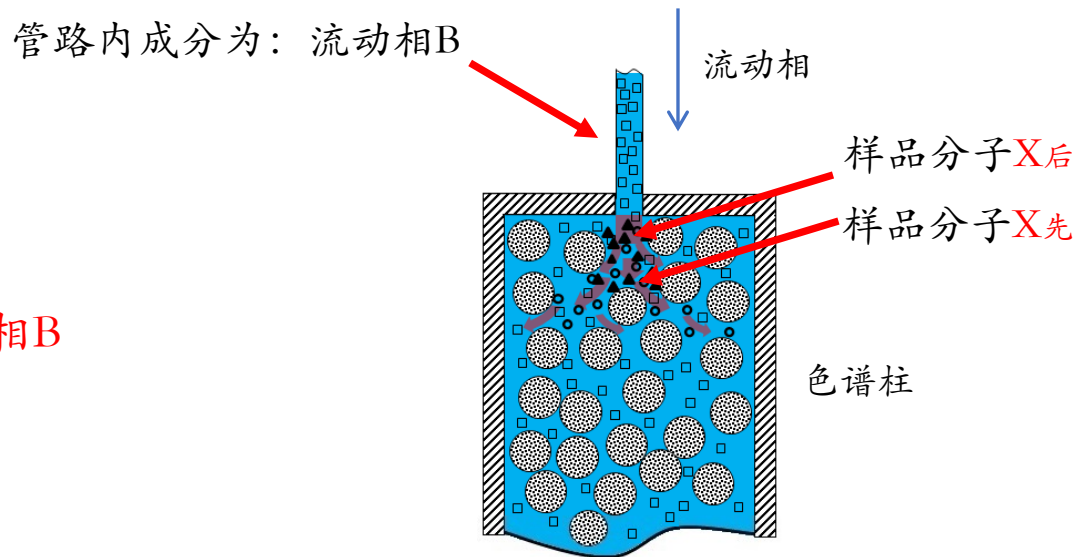
2.2 进样过程剖析

剖析进样过程的第3阶段

- 研究对象：1. 先进入色谱柱的部分分为：样品分子X_先和样品溶剂A_先
2. 后进入色谱柱的部分分为：样品分子X_后和样品溶剂A_后

由图可知：

样品分子X_后的流动相为流动相B

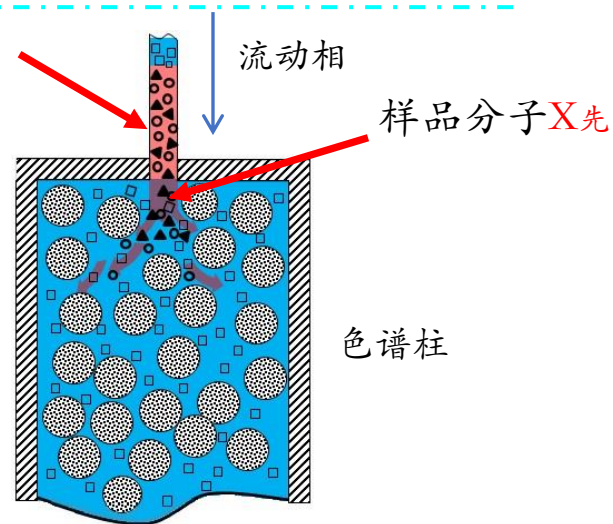


2.2 进样过程剖析

对比进样过程的第2和第3阶段

102mm长的管路内主成分为：样品溶剂A_后

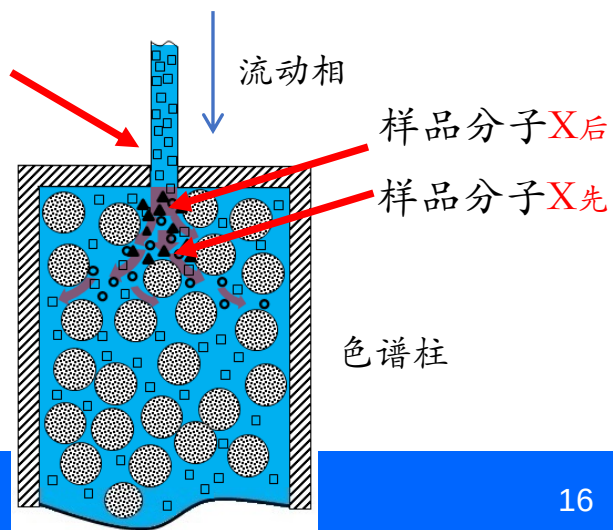
样品分子X_先的流动相为样品溶剂A_后



对比可知：样品分子X_先和X_后的流动相不同

管路内成分为：流动相B

样品分子X_后的流动相为流动相B



2.2 进样过程剖析

对比可知：样品分子X先和X后的流动相不同 流动相不同意味着移动速度不同

当洗脱能力样品溶剂A > 流动相B时，移动速度X先 > X后，各种峰形前延便表现出来。

(如样品溶剂A为甲醇，流动相为甲醇:水=20:80)

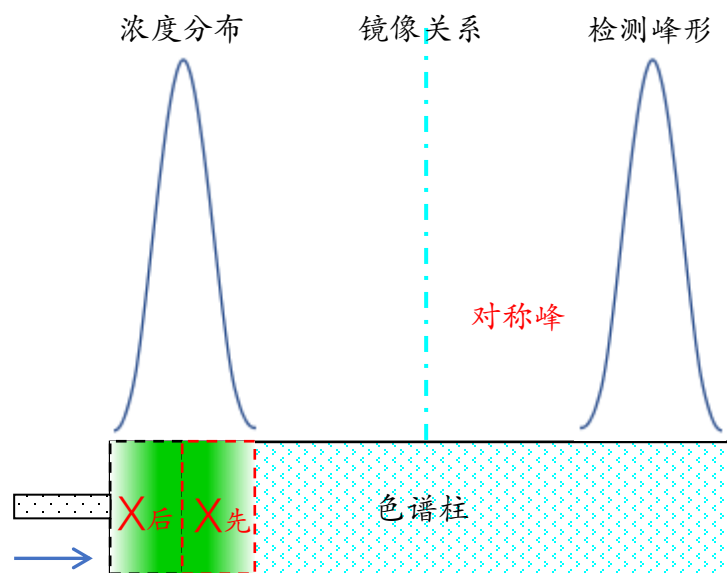


图1. 移动速度样品X先=X后，无溶剂效应

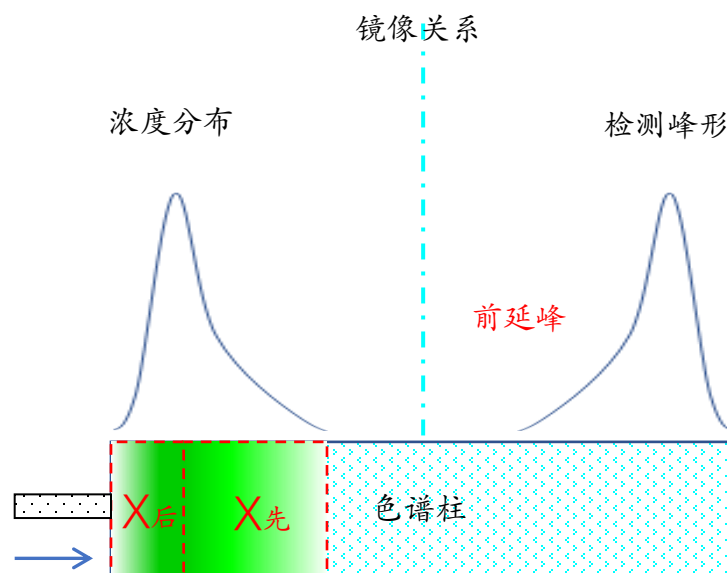


图2. 移动速度样品X先 > 样品X后，峰形前延

2.2 进样过程剖析

对比可知：样品分子X先和X后的流动相不同 流动相不同意味着移动速度不同

当洗脱能力样品溶剂A > 流动相B，同时样品对样品溶剂A的洗脱更敏感时，移动速度X先 >> X后，异常峰形前延便表现出来。

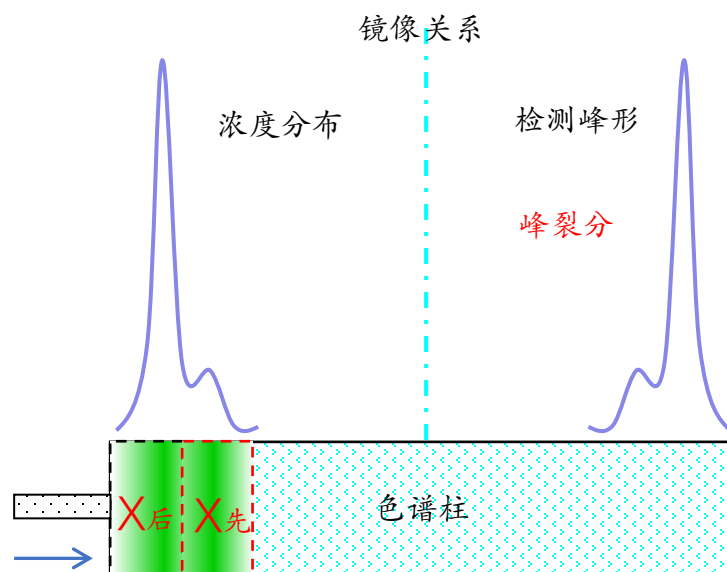


图1. 样品X先与X后速度相同，无溶剂效应

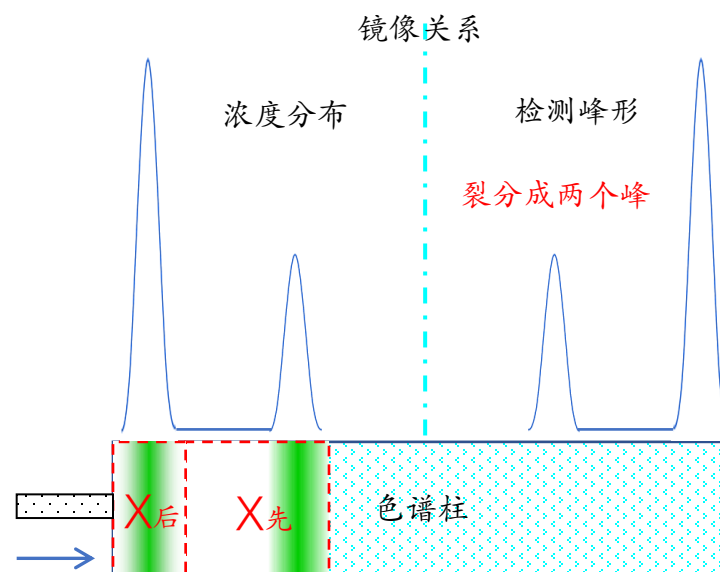


图2. 样品X先前移的速度比样品X后快

2.2 进样过程剖析 (小结)

进样过程的三个阶段

溶剂效应研究的是样品的移动情况，“载样”不在研究范围，因此不算在内

- 载样
- 样品**到达**色谱柱（进样过程的**第1阶段**）
- 样品**部分进入**色谱柱（进样过程的**第2阶段**），**溶剂效应发生的阶段**
- 样品**全部进入**色谱柱（进样过程的**第3阶段**）

注意：上述的剖析过程只能解释洗脱能力：样品溶剂A>流动相B的情形。

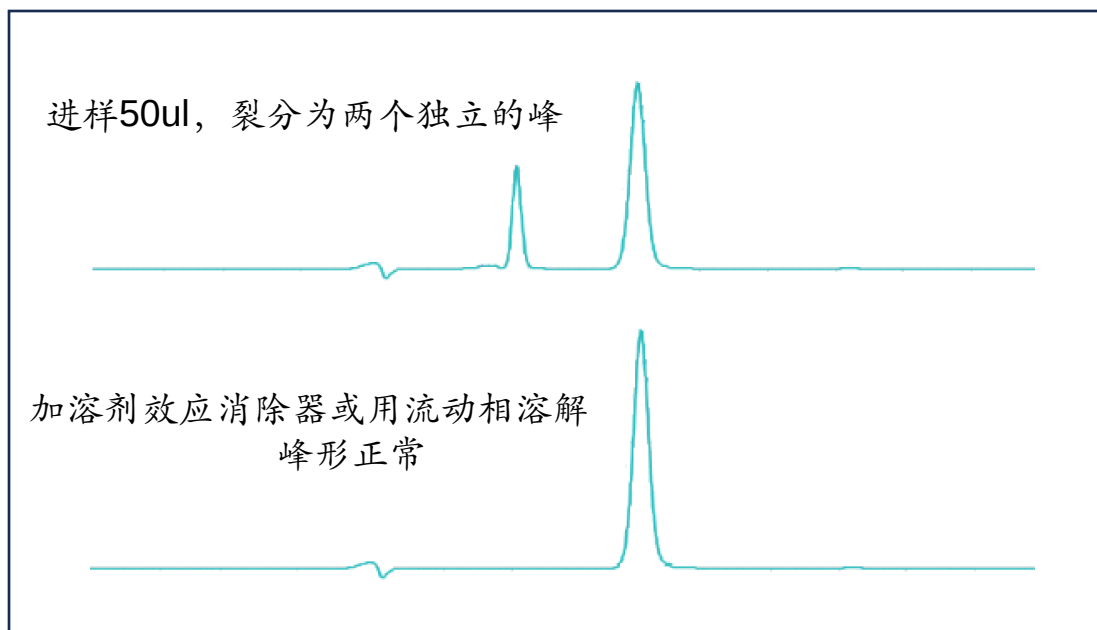
2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析

洗脱能力：样品溶剂A < 流动相B的溶剂效应你见过吗？

样品溶剂A：水，流动相B：乙腈：缓冲盐水溶液=10：90

样品分子带电荷，在水溶液中呈离子态，在流动相中与离子对试剂作用呈电中性

样品分子在二者中的存在形态不同，移动速度也不同



2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析

- 第2阶段的3进程

着重探讨样品分子X先在进入色谱柱时发生了什么

正常的色谱保留过程是这样的：样品分子X先离开样品溶剂A先的包围进入流动相B中，样品分子X先与流动相B中的C18接触，发生分子间的作用力，然后样品分子X先在样品溶剂A后的推动作用下往开始色谱保留行为。

- 进程1

样品溶液(X先+A先)与柱内流动相B进行混合，样品分子X先从样品溶剂A先中被释放出来，进入流动相B中；

- 进程2

样品分子X先与C18长链接触，发生分子间作用力，二者间的作用力是发生色谱保留行为的必要条件；

- 进程3

先进入色谱柱的样品分子X先在样品溶剂A后的推动下开始洗脱；

2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析 之进程 1

• 进程 1

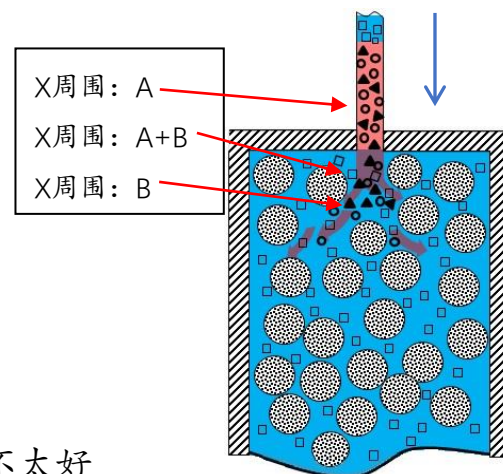
传质：样品溶液(X先+A先)与柱内流动相B进行混合，样品分子X先从样品溶剂A先中被释放出来，进入流动相B中；

样品分子X先在样品溶剂A先中，而C18长链在流动相B中。

要使样品分子X能与C18长链顺利接触，X进入流动相B的过程是否顺畅是关键，即样品溶剂A与流动相B的兼容性好坏是关键。

二者的组成越接近，兼容性越好。用流动相溶解兼容性最好

反相体系中用正己烷、氯仿、二氯甲烷等与水或其它流动相互溶性不太好的溶剂来溶解样品时，出现峰形异常，应该与进程1不顺畅有关。



图中 ○ 为样品溶剂A分子
▲ 为样品X分子
□ 为流动相B分子

2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析 之进程 1

• 进程 1（续上一页）

热身：进程1实际上是在与C18长链接触前做准备，做热身。样品分子X先进入流动相B后会先跟流动相B里面的成分发生作用，然后样品分析会以新的形态与C18接触。

样品分子X在样品溶剂A和在流动相B中**存在形态不同**时，热身过程不充分会引起峰形异常

样品分子X带电荷，**流动相B中含离子对试剂，而样品溶剂A中没有时**，离子对试剂与样品分析X结成配对需要时间，进程1的热身过程需要时间。

1. 样品分子X与离子对试剂结合快，则呈单一峰形
2. 样品分子X与离子对试剂结合慢，则会表现出异常的峰形；

2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析 之进程 2

• 进程 2

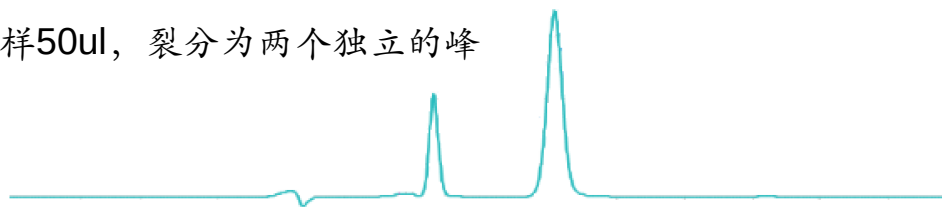
样品分子X先与C18长链接触，发生分子间作用力，二者间的作用力是发生色谱保留行为的必要条件；

经过进程1热身后的样品分子X先与C18长链接触

C18是非极性的，样品分子X呈离子态时保留时间短，分子态或离子对形态则时间长

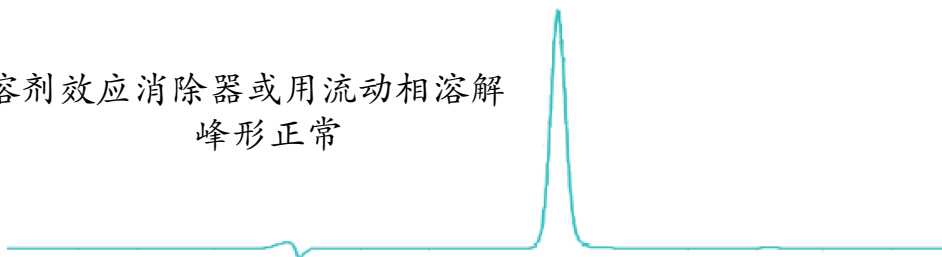
进程1热身不充分

进样50ul，裂分为两个独立的峰



进程1热身充分

加溶剂效应消除器或用流动相溶解
峰形正常

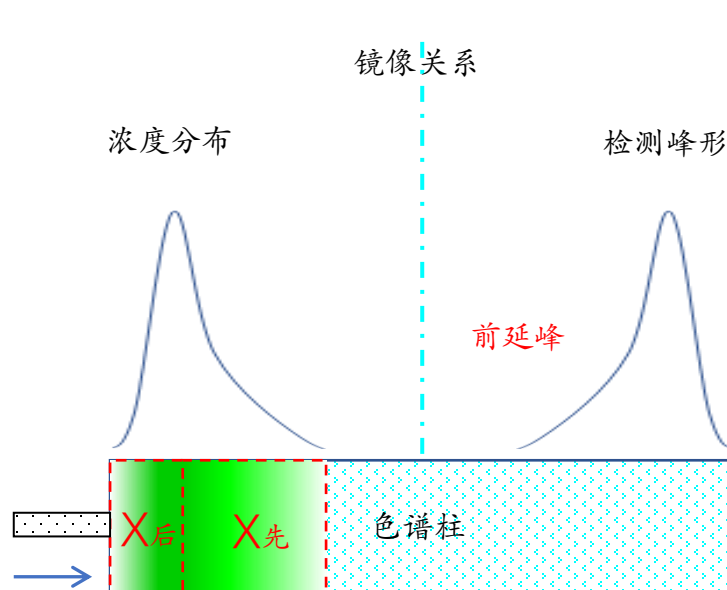


2.3 进样过程第2阶段的进一步剖析 之进程 3

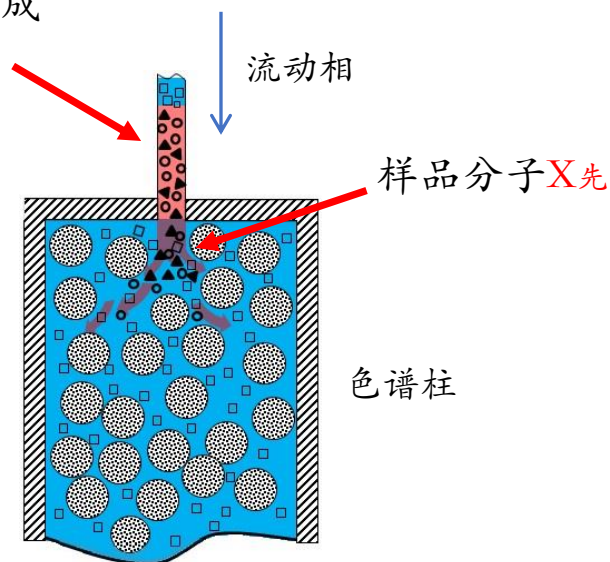
• 进程 3

先进入色谱柱的样品分子X先在样品溶剂A后的推动下开始洗脱；

前面已经剖析过，就是样品分子X_先和X_后的流动相不同的那段



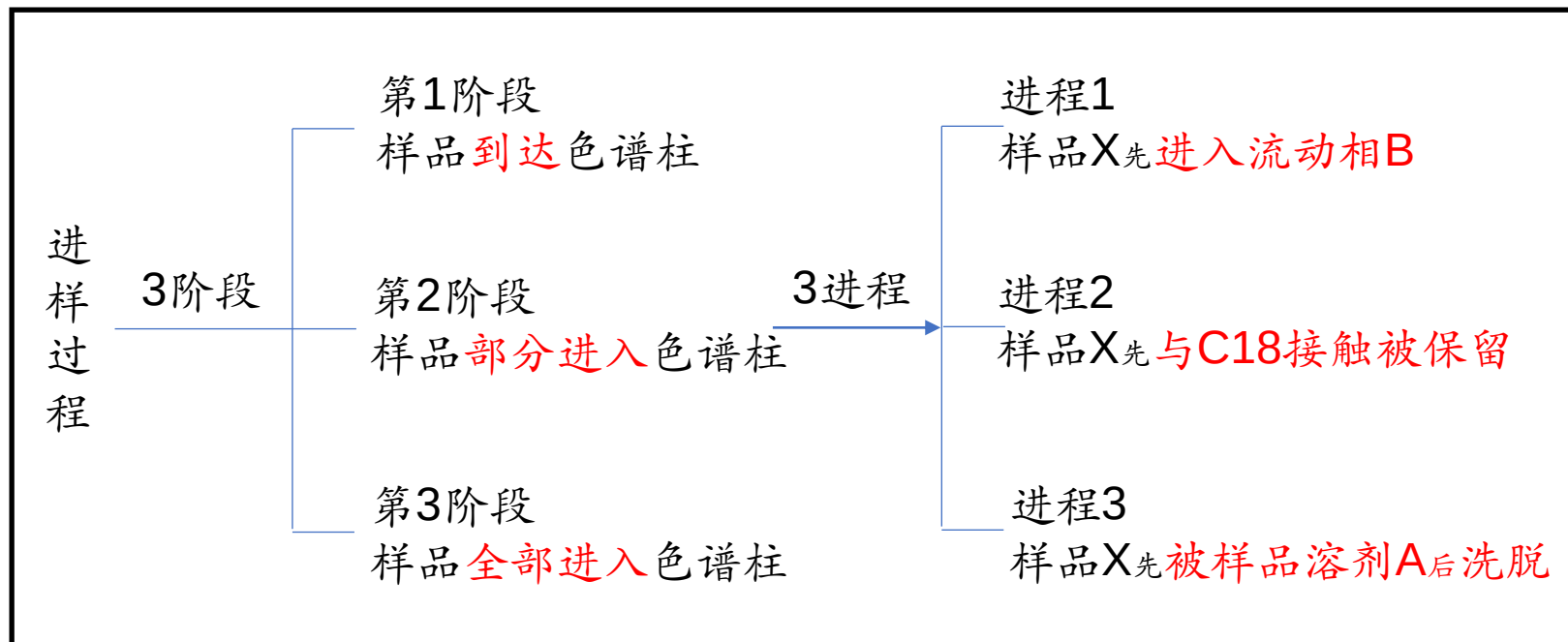
102mm长的管路内主成分为：样品溶剂A_后



样品分子X_先的流动相为样品溶剂A_后

进样过程剖析（总结）

进样过程总览



进样过程剖析（总结）

溶剂效应产生的原因

- 样品溶剂在进样过程中扮演着**双重角色**：

1. 本原的**溶解样品**的作用

这一作用会**影响到进程1中样品分子的传质和热身过程**，样品分子X释放、融入的过程是否顺畅直接影响与C18的接触，对峰形造成巨大影响。

2. 作为**瞬时流动相**的作用

进样过程中样品分子无法同时到达色谱柱，而是有先后顺序，这一作用**影响到进程3中样品分子X先和X后的相对移动速度**，进而对峰形造成影响。

进样过程剖析（总结）

溶剂效应产生的根本原因

样品溶剂与流动相的不匹配是溶剂效应产生的根本原因

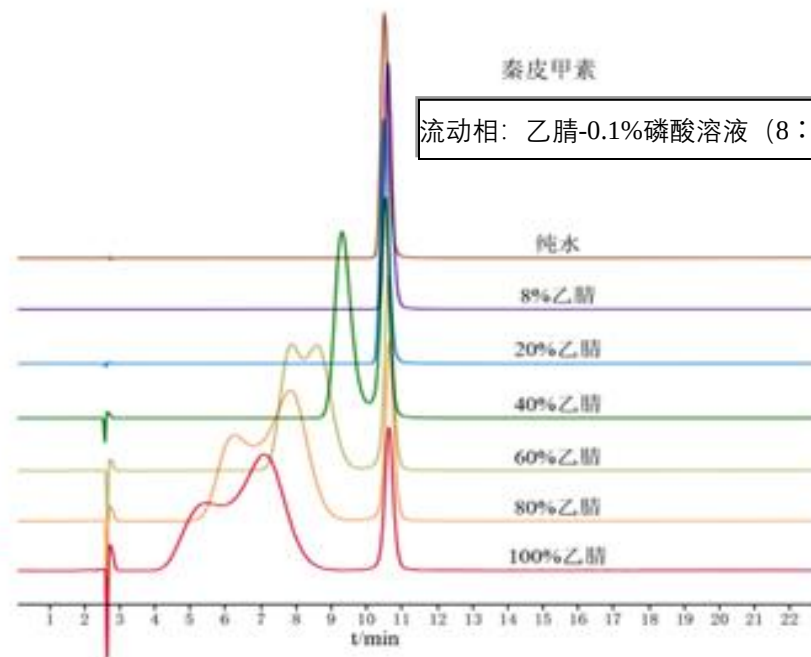
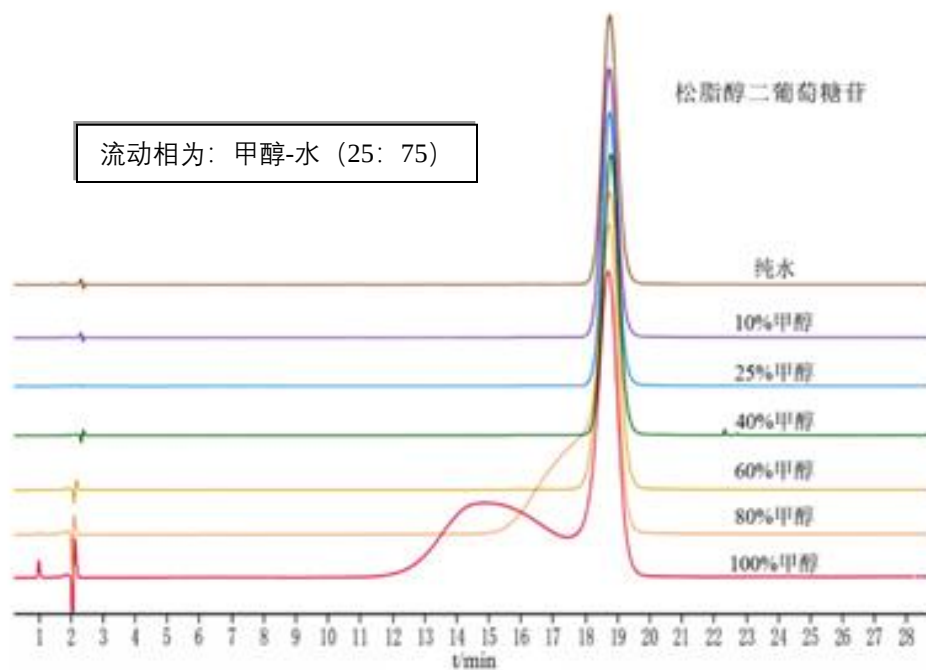
样品溶剂与流动相的不匹配包括：

- 二者的洗脱能力差异；（影响进程3）
- 二者的互溶能力差异；（影响进程1）
- 样品分子在二者中的溶解性差异；（影响进程1）
- 样品分子在二者中分子态和离子态的分布差异；（影响进程1）

经验分享

甲醇体系，甲醇比例相差55%可能会有溶剂效应

乙腈体系，乙腈比例相差32%可能会有溶剂效应



主要内容

一. 液相色谱异常峰形分析

二. 溶剂效应产生原理剖析

三. 溶剂效应的判断

四. 溶剂效应解决方案

三. 溶剂效应的判断

3.1 减小进样量 (X)

减小进样量对异常峰形的改善总是有益的，不管是前延还是拖尾，因此减小进样量后峰形变好，并不能以此判断就是溶剂效应引起的。

3.2 用流动相溶解样品 (✓)

用流动相溶解样品，峰形得到改善，是判断溶剂效应的金标准。

3.3 用接近流动相组成的溶剂溶解样品 (✓)

当用流动相溶解样品有困难时，使用组成更接近流动相的样品溶剂（比如在现有的样品溶液中加入水），峰形得到改善，也可以判断是溶剂效应。

主要内容

一. 液相色谱异常峰形分析

二. 溶剂效应产生原理剖析

三. 溶剂效应的判断

四. 溶剂效应解决方案

四. 溶剂效应解决方案

4.1 减少进样量

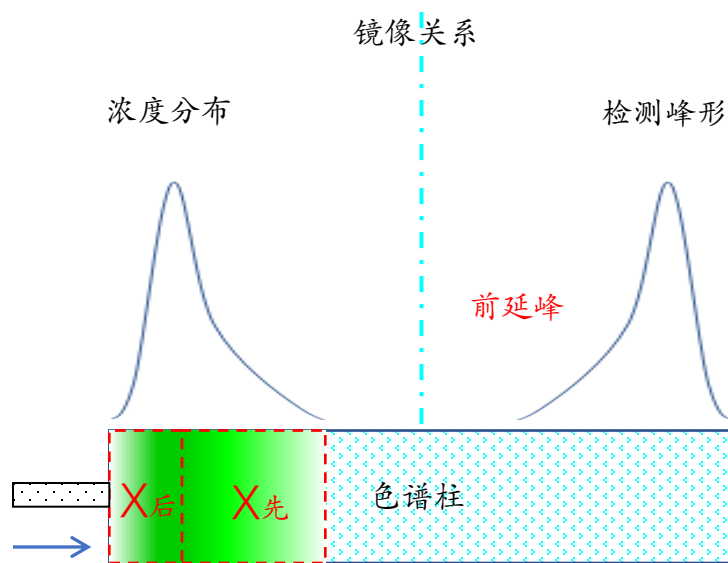
4.2 用流动相溶解样品

4.3 全新方案——溶剂效应消除器

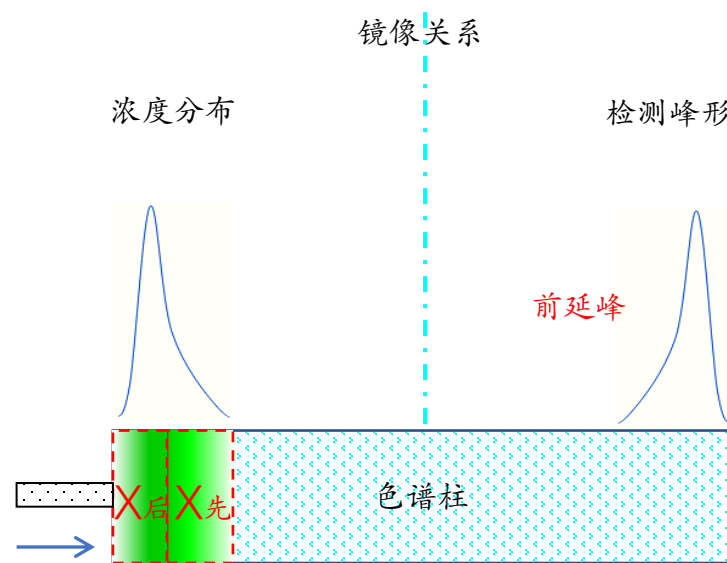
4.1 溶剂效应解决方案 之 减小进样量

按照前面**进样过程3阶段**的分析来解释（第2阶段一半进入色谱柱和第3阶段全部进入）

进样量减小，也就意味着推动X先移动的流动相减少，**X后和X先的移动速度接近**



进样量10ul时，样品分子X先的流动相：
10ul的一半占0.25mm内径102mm长的管路

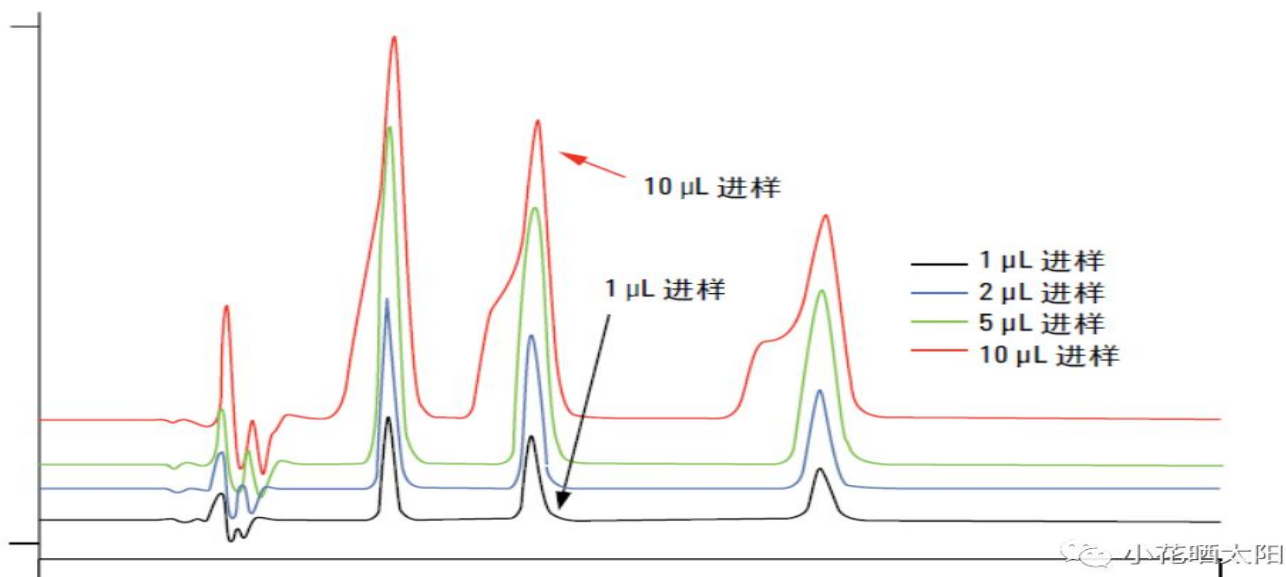


进样量5ul时，样品分子X先的流动相：
5ul的一半占0.25mm内径51mm长的管路

4.1 溶剂效应解决方案 之 减小进样量

进样量的大小与溶剂效应的关系：

随着进样量的减小，溶剂效应也越来越小；



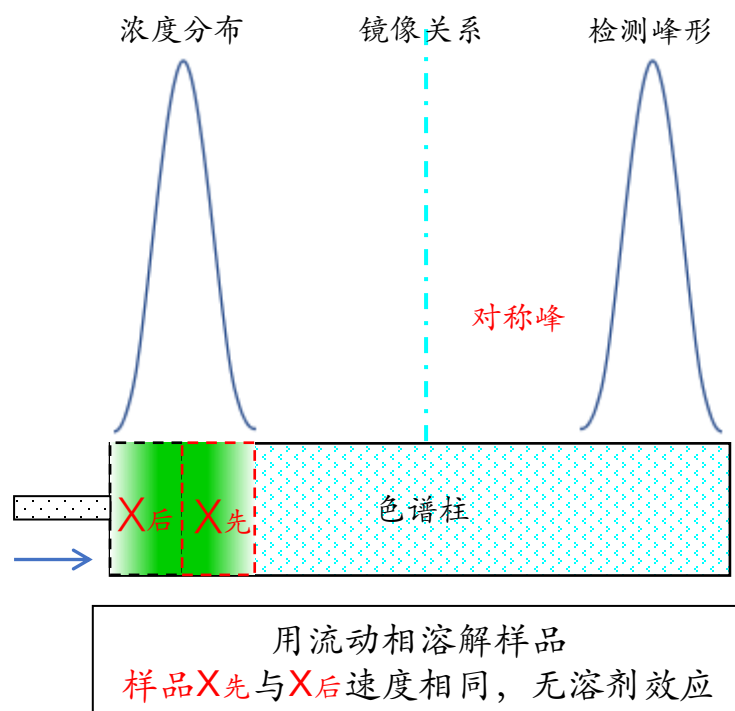
4.1 溶剂效应解决方案 之 减小进样量

- 优点：简单、快捷
- 缺点：以牺牲灵敏度为代价

4.2 溶剂效应解决方案 之用流动相溶解样品

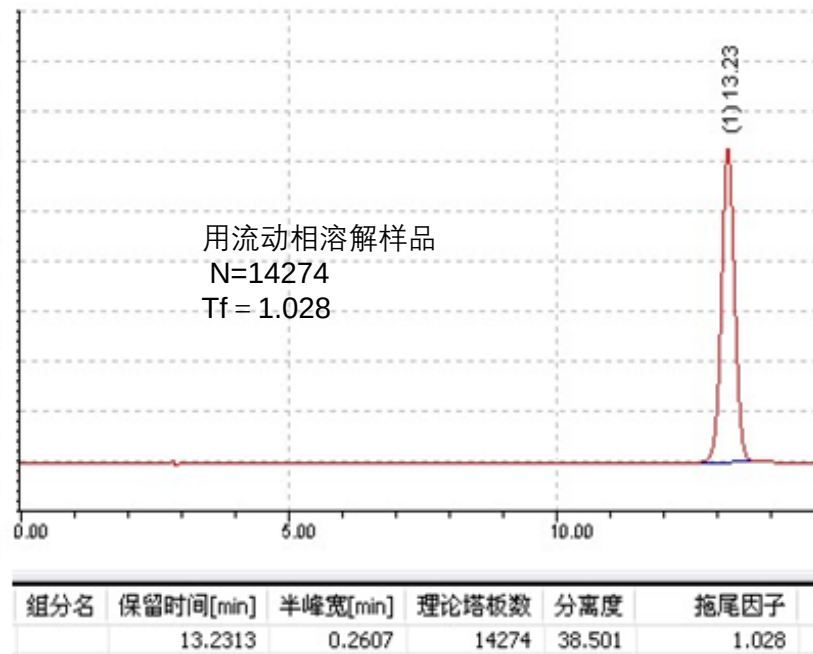
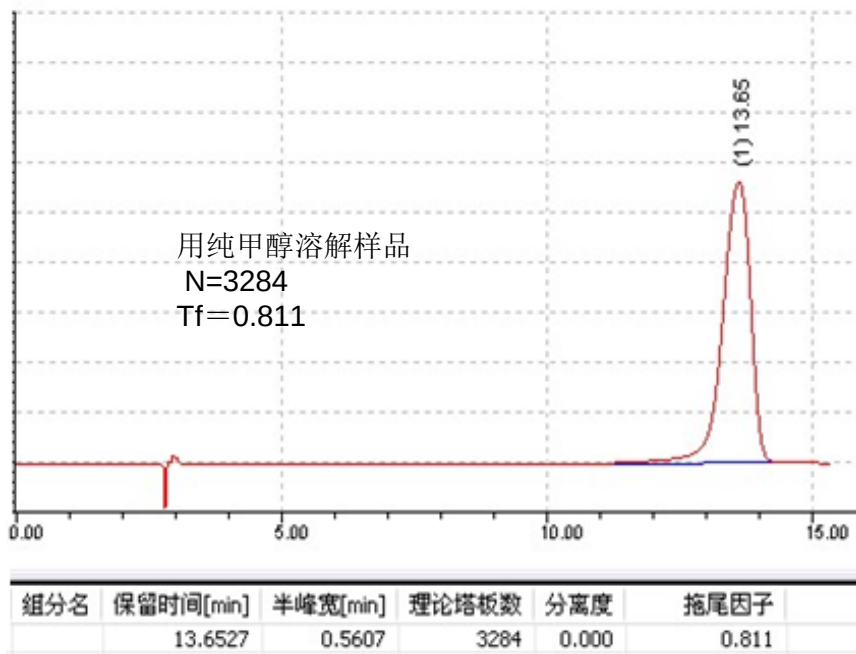
按照前面**进样过程3阶段**的分析来解释（第2阶段一半进入色谱柱和第3阶段全部进入）

等度条件用流动相溶解样品，梯度条件用初始流动相溶解样品



4.2 溶剂效应解决方案 之用流动相溶解样品

应用图谱:



4.2 溶剂效应解决方案

之用流动相溶解样品

- **优点：**是最理想的解决方案

- **缺点：**

1. 药典或国标等权威部门制定的方法不能随意改变，更换样品溶剂通常认为是对方法的改变，一般不被允许，如要改变，须得通过一系列复杂的方法学验证之后才可以。
2. 中药、中成药、指纹图谱等的分析，成分复杂，峰太多，需要走梯度才能分开，初始流动相通常有机相比比例都很低，而样品的前处理往往有机溶剂比例较高，容易出现溶剂效应，如果样品用初始流动相溶解则需要耗时耗力的吹干复溶过程，成本太高。
3. 食品和农残的分析，常需用固相萃取浓缩（原始样品中含量低），最后的淋洗液一般是甲醇或乙腈，洗脱能力强，直接进样容易产生溶剂效应，要转用流动相溶解则需进行吹干复溶，费时费力，成本太高。
4. 用流动相溶解有时候难以实现，如：
 - 1) 质保期的原因，通常样品在甲醇或乙腈等纯有机溶剂中更稳定，标准溶液质保期长，省时省力；
 - 2) 稳定性的原因，一些样品在流动相中不稳定，无法选择用流动相溶解样品；
 - 3) 溶解性的原因，一些样品在流动相中溶解性太差，无法选择用流动相溶解样品；

4.3 解决溶剂效应全新方案

——溶剂效应消除器

- 溶剂效应消除器简介
- 溶剂效应消除器的工作原理
- 溶剂效应消除器的应用图谱

➤ 溶剂效应消除器简介



- 谱宁科技发明专利，专利号: 201510005647.8

常规的HPLC型，耐压40MPa，描述：Solvent-Smoother Solvs-AB，货号： Solvs-AB

超高压UPLC型，耐压70MPa，描述：Solvent-Smoother Solvs-UP，货号： Solvs-UP

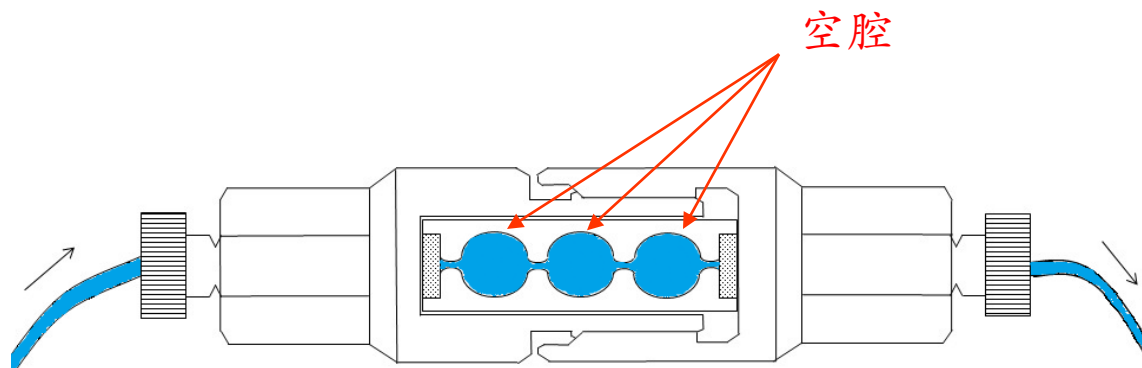
极高压UPLC型，耐压100MPa，描述：Solvent-Smoother Solvs-X，货号： Solvs-X

离子色谱和生物兼容型，耐压30MPa，描述：Solvent-Smoother Solvs-Peek，货号： Solvs-Peek

➤ 溶剂效应消除器的工作原理

之 溶剂效应消除器的结构

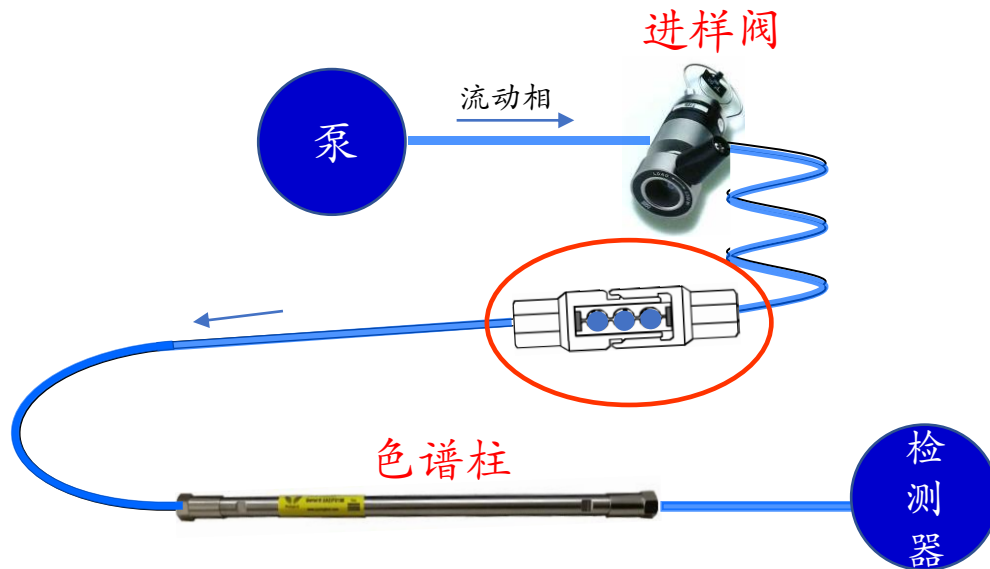
- 材质：316L 不锈钢+Peek材质——耐腐蚀、长寿命
- 空腔结构——以便于系统平衡时充满流动相



溶剂效应消除器的工作原理

之 溶剂效应消除器的安装

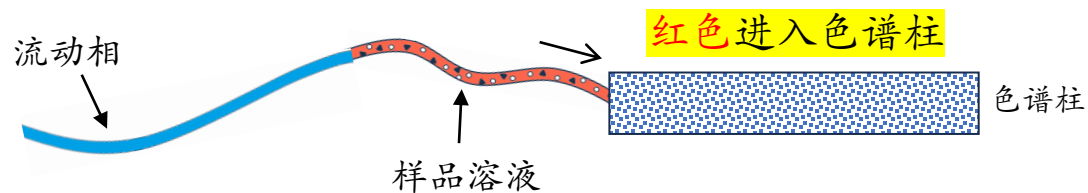
- 溶剂效应消除器的尺寸，大小与分析保护柱相当
- 溶剂效应消除器有方向，按箭头指示方向安装
- 接于进样阀与色谱柱之间（如有保护柱则需接在保护柱前）



溶剂效应消除器的工作原理

原理概括：它优化了进样过程第2阶段的**进程1**和**进程3**。

未接消除器的进样过程



加接消除器的进样过程

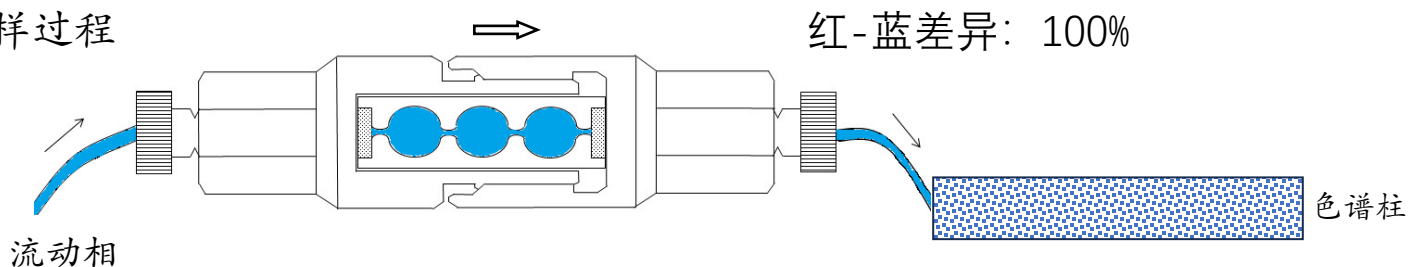


图1. 色谱系统平衡时流动相B充满空腔

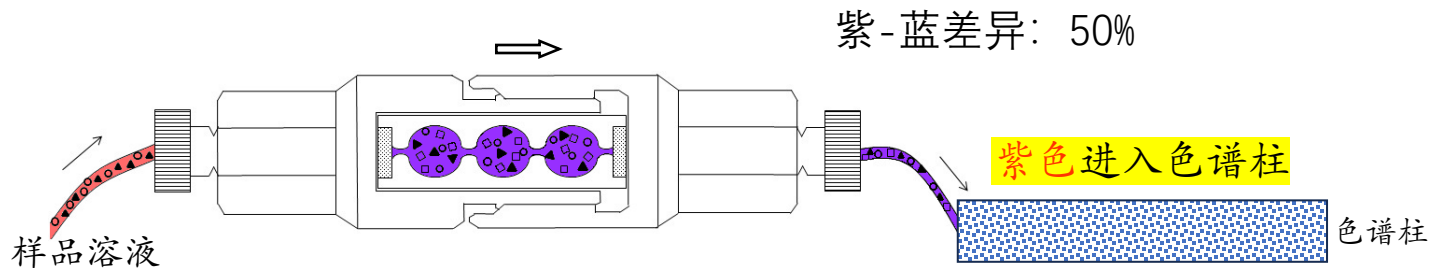


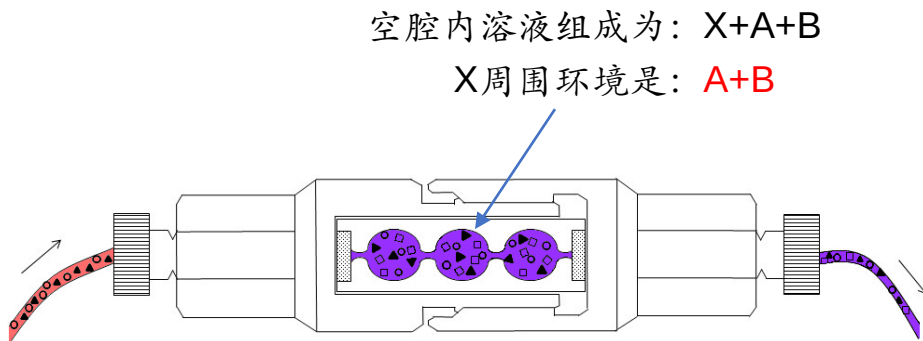
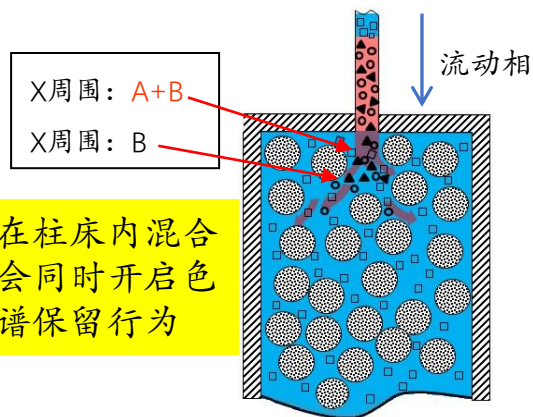
图2. 进样后样品溶液A+X与流动相B高效混合其组成A+X+B更接近流动相B

溶剂效应消除器的工作原理

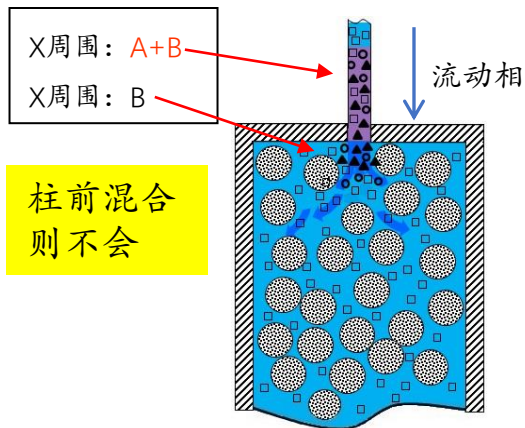
进程1的优化

传质和热身——将进样过程中的**进程1单独隔离**出来，提前在消除器的**空腔内就已经完成**，避免了样品分子X与流动相充分混合、作用前就开启色谱保留行为，**让样品分子X提前进入预分离状态**。

进程1：样品溶液(X先+A先)与柱内流动相B进行混合，样品分子X先从样品溶剂A先中被释放出来，进入流动相B中；



X为样品分子, A为样品溶剂、B为流动相

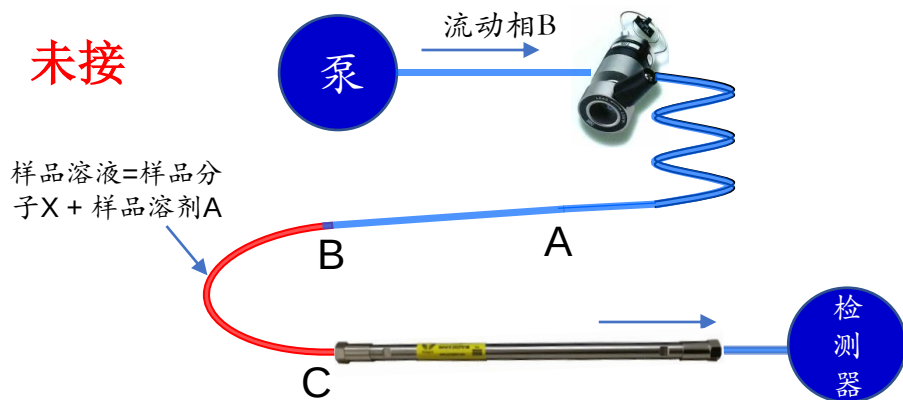


溶剂效应消除器的工作原理

进程3的优化

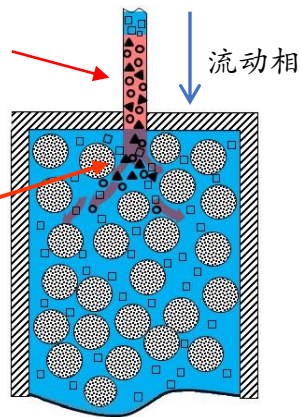
溶剂效应消除器拉平了样品溶剂A与流动相B的差异，削弱了溶剂效应。

未接



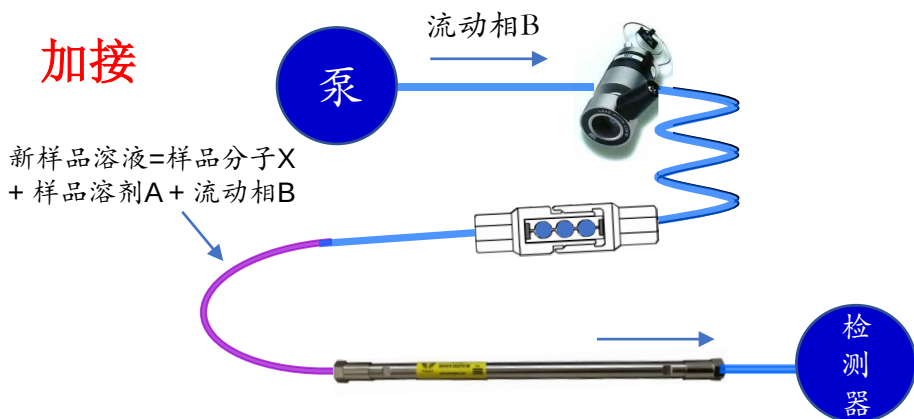
样品分子X先的
流动相为：A

样品分子X先



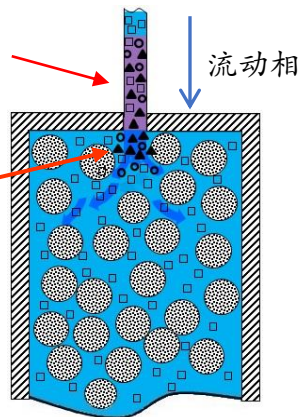
对比可知：X先的流动相(A+B)和更接近X后的流动相B，二者移动速度更接近。

加接



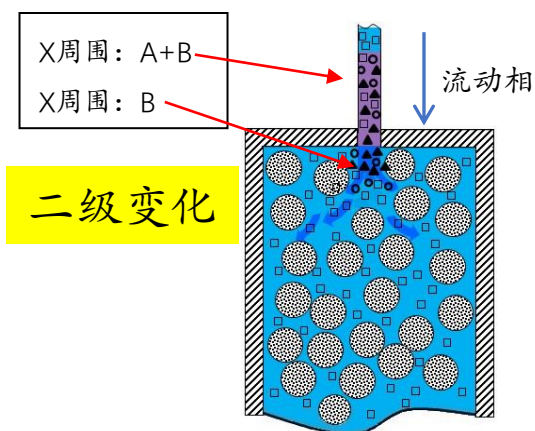
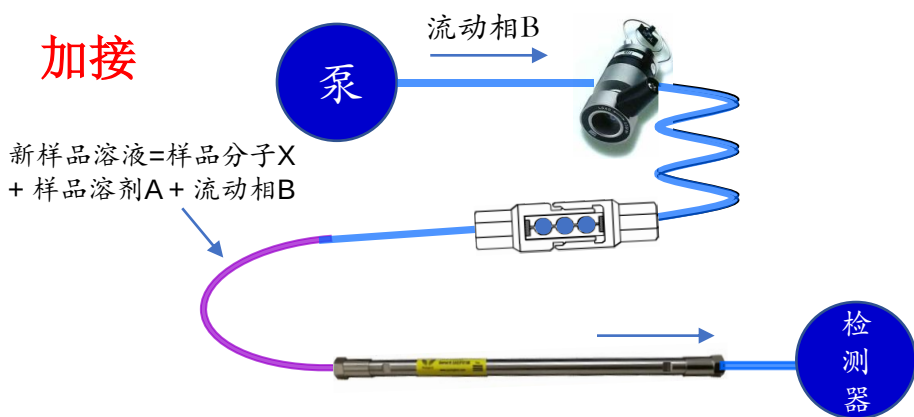
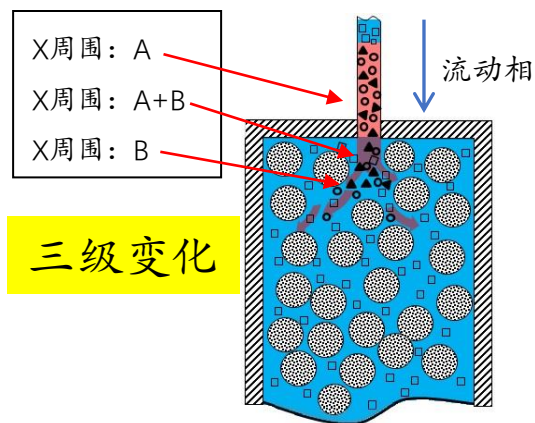
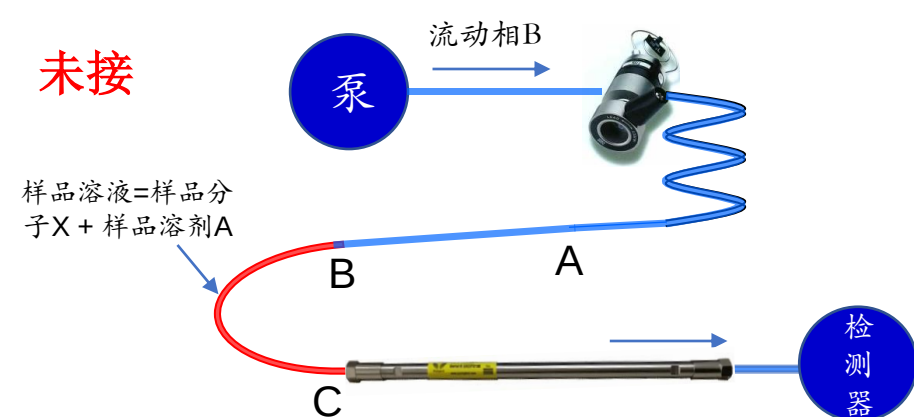
样品分子X先的
流动相为：A+B

样品分子X先



溶剂效应消除器的工作原理

一句话概括：它将进样过程中样品分子X周围环境的三级变化转化为二级变化



使用溶剂效应消除器改变了现有的方法吗？

色谱柱改变了吗？

流动相改变了吗？

进样量改变了吗？

流速改变了吗？

柱温改变了吗？

样品溶剂改变了吗？

没有

它改变了什么？

它改变了样品进样时的进程1和进程3

不加溶剂效应消除器，这两个进程就不存在吗？

它只是把进程1单独隔离了出来，优化了进样过程，一并优化了进程3

那它到底改变了方法的哪个地方？ 没有

➤ 溶剂效应消除器的应用图谱

• 药物分析

痛点、难点：1) 高浓度有机溶剂提取、溶解样品，高水相为流动相或初始流动相，溶剂效应明显。
2) 样品只溶于某些特殊溶剂或只有在某些特殊溶剂中才能稳定保存，但分析时容易产生溶剂效应。

加上消除器后的效果：

- 1) 可用高浓度有机溶剂溶解样品，标液更稳定，储存有效时间长；
- 2) 色谱基线更平稳，峰形更对称，柱效成倍提升；
- 3) 中药指纹图谱：柱效更高，分离度更好，更多杂质峰被检出，保留时间更稳定。

• 食品、农残分析

痛点、难点：含量低，需进行固相萃取+吹干复溶（耗时耗力）

由于含量低，需用固相萃取浓缩，固相萃取的最后一步都是用纯甲醇或纯乙腈之类的高有机相比比例的试剂来洗脱，此时直接进样则检测灵敏度太低，若为提高灵敏度加大进样量又会产生溶剂效应，因此，做此类样品时，通常会采取吹干复溶的办法以实现提高浓度或更换样品溶剂的目的。痛点是，吹干复溶耗时耗力，并有可能带来误差，特别是食品样本数量巨大，对时间和精力是一个巨大的损耗和浪费。

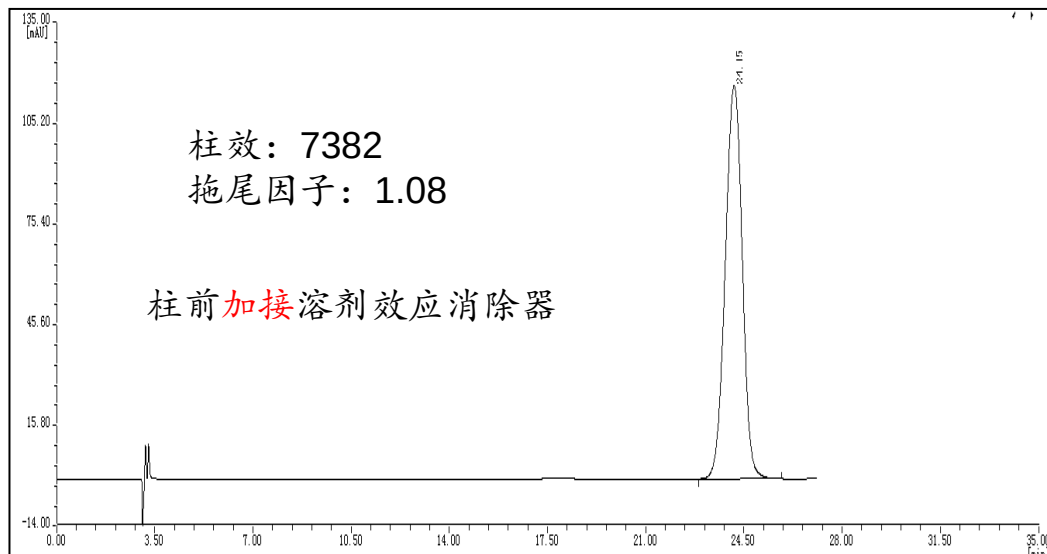
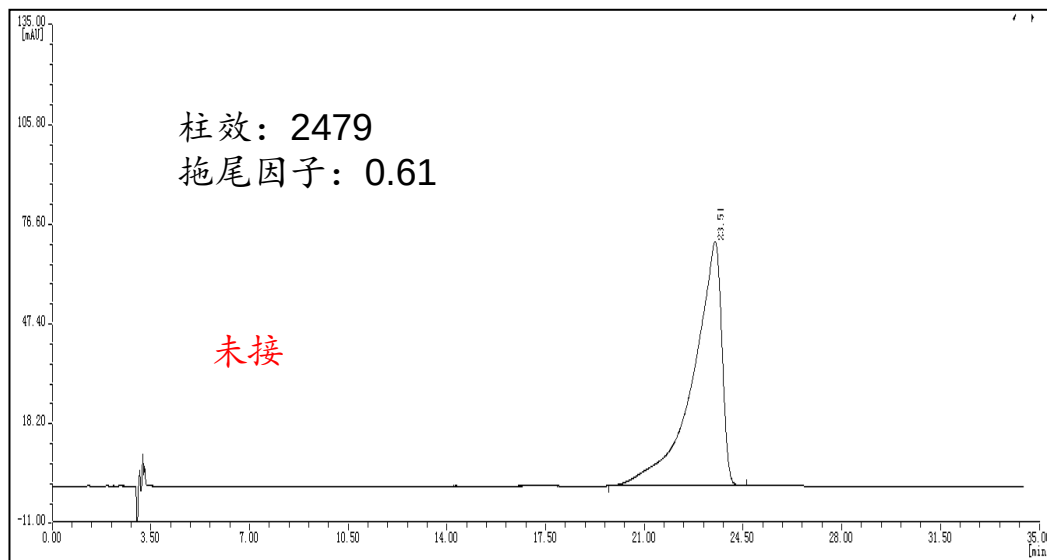
加上消除器后的效果：

1. 经固相萃取后的收集液可直接定容后进样。一般吹干复溶的目的都是浓缩3-10倍，加上溶剂效应消除器后，无需吹干复溶，可在无溶剂效应的干扰下直接把进样量提高3-10倍。
2. 在方法开发阶段加上溶剂效应消除器，开发出不需要吹干复溶的方法，为后续执行标准的企业节省大量成本。

溶剂效应消除器的应用图谱 1

刺五加中紫丁香苷 的分析

2020版药典方法



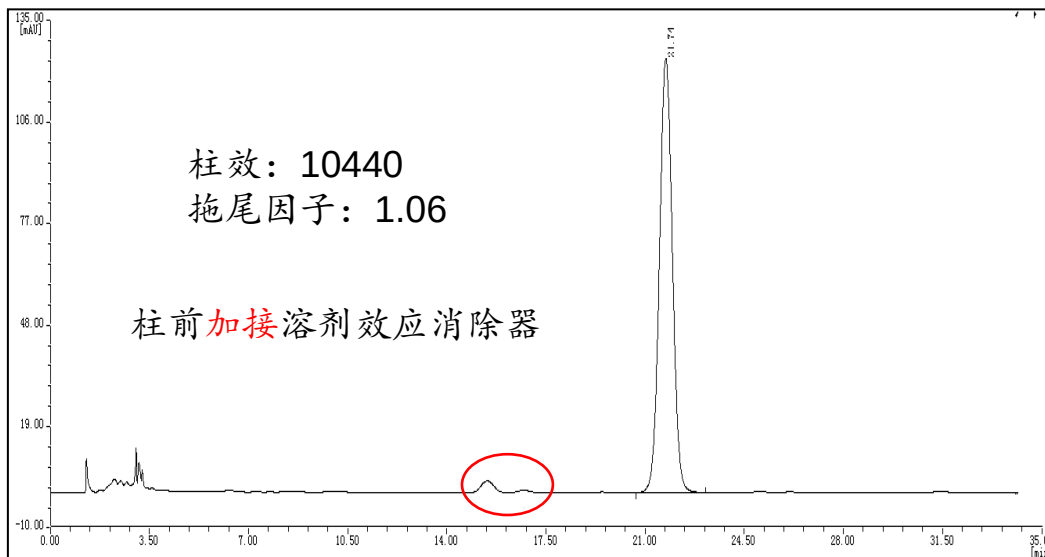
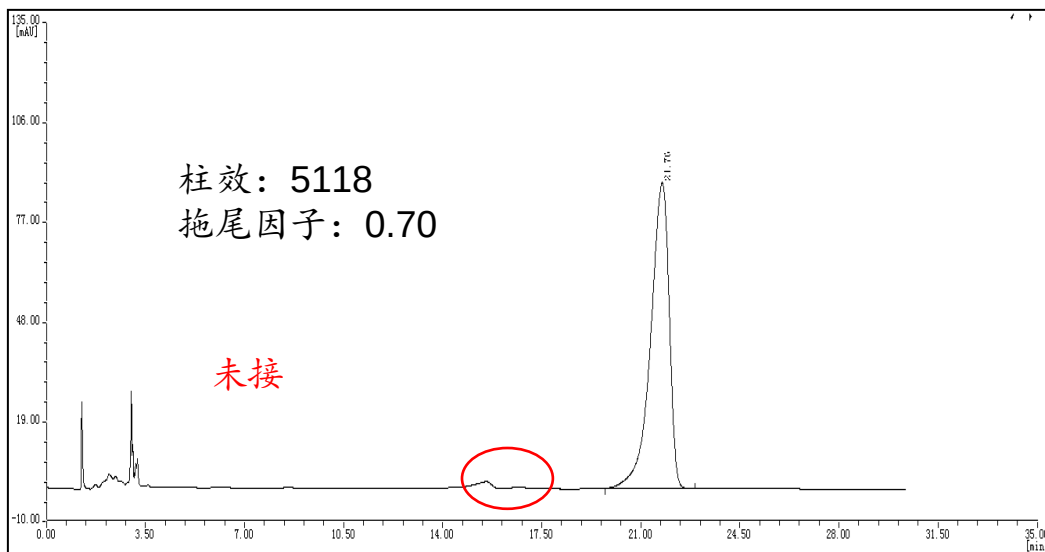
有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效成倍提高

溶剂效应消除器的应用图谱 2

龙胆中龙胆苦苷 的分析

2020版药典方法

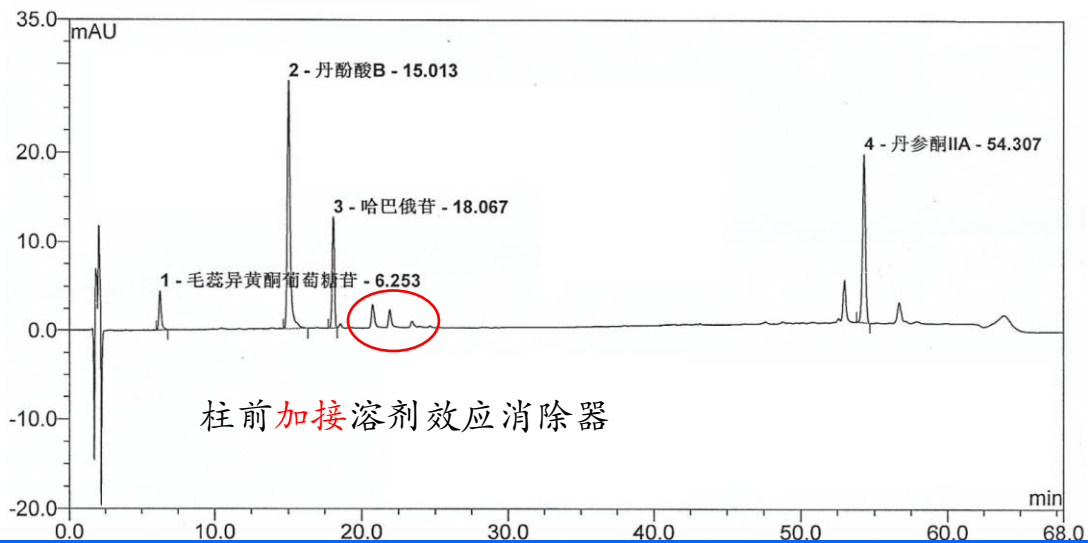
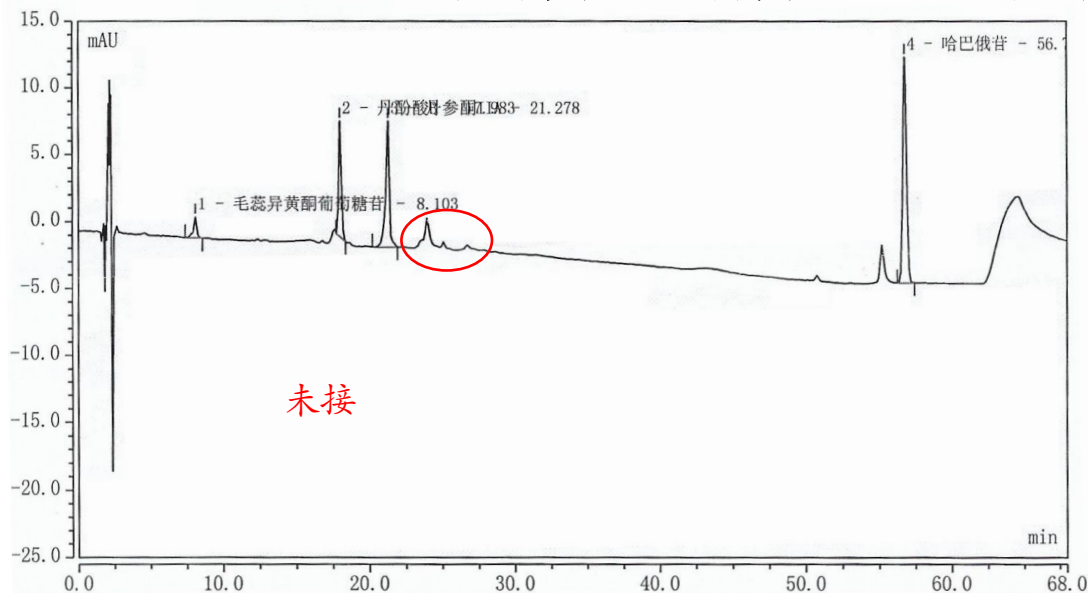


有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效成倍提高
3. 杂质被显现

溶剂效应消除器的应用图谱 3

丹参制剂的分析



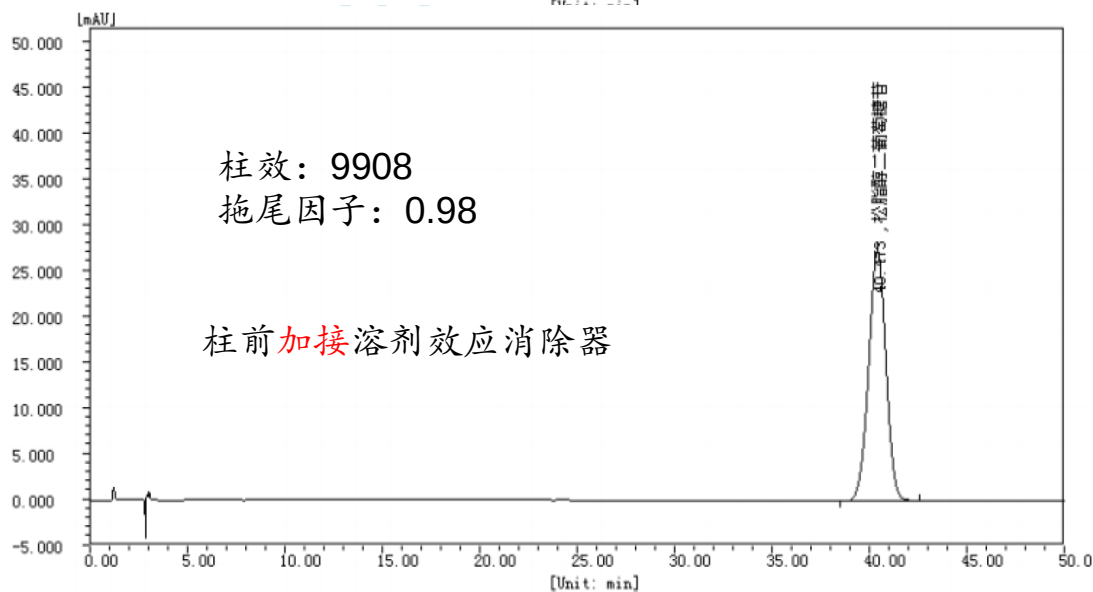
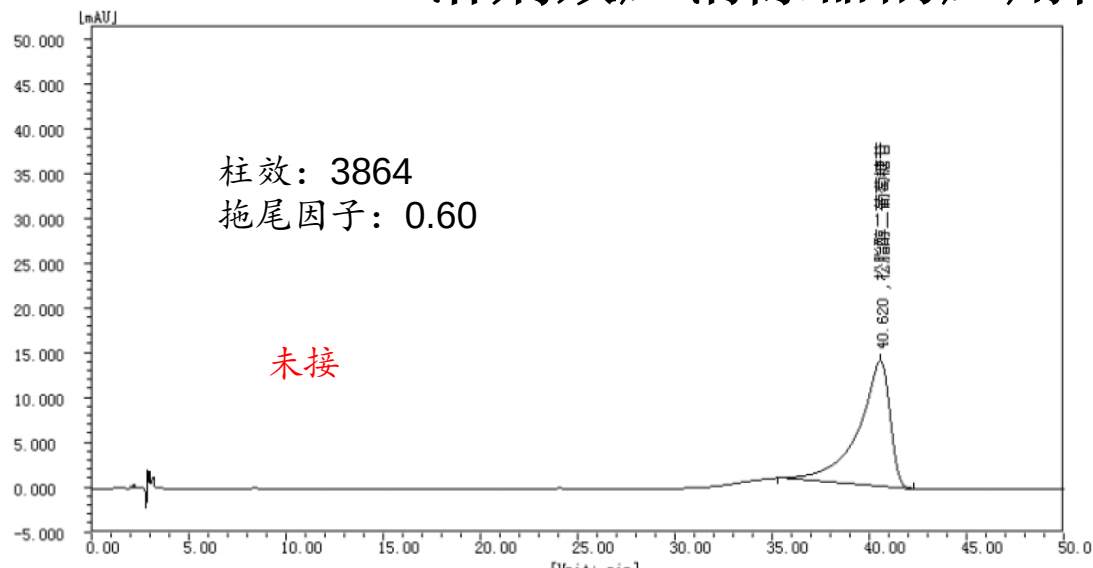
有益效果:

1. 基线更平稳
2. 峰形更尖锐
3. 杂质被检出

溶剂效应消除器的应用图谱 4

杜仲中松脂醇二葡萄糖苷的分析

2020版药典方法



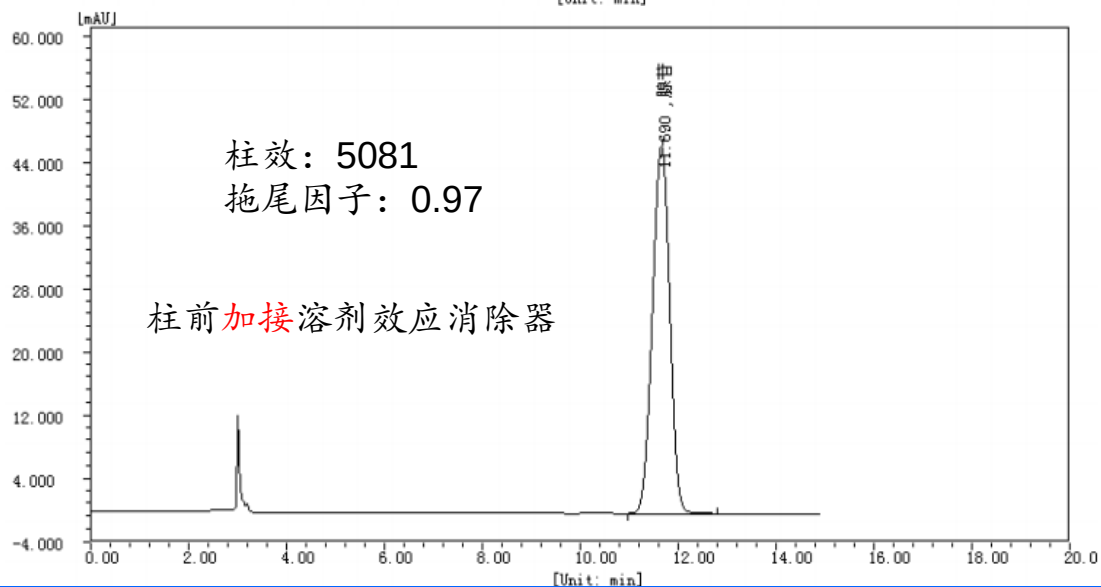
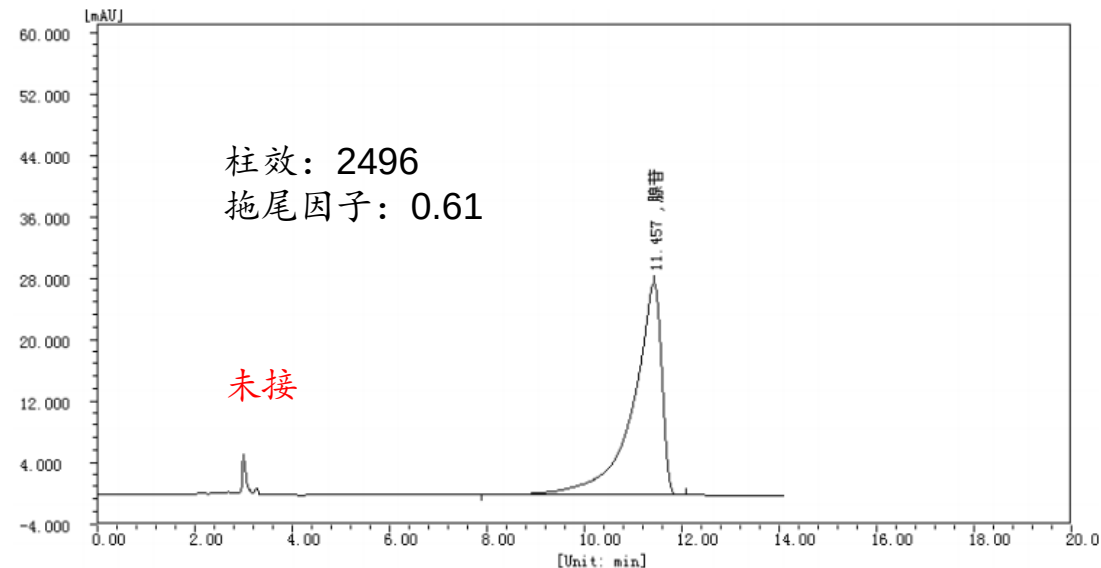
有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效成倍提高

溶剂效应消除器的应用图谱 5

冬虫夏草中腺苷的分析

2020版药典方法

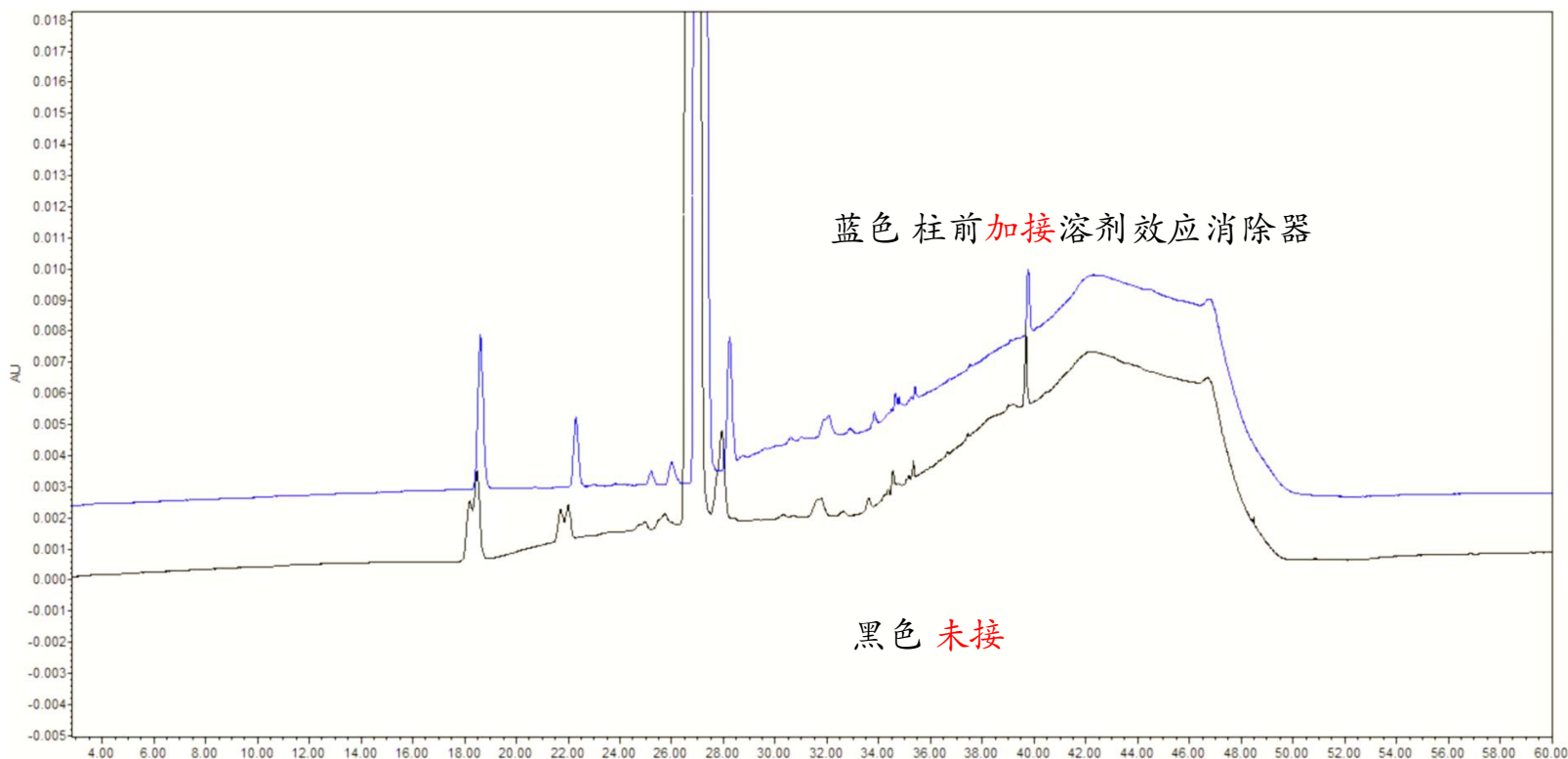


有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效成倍提高

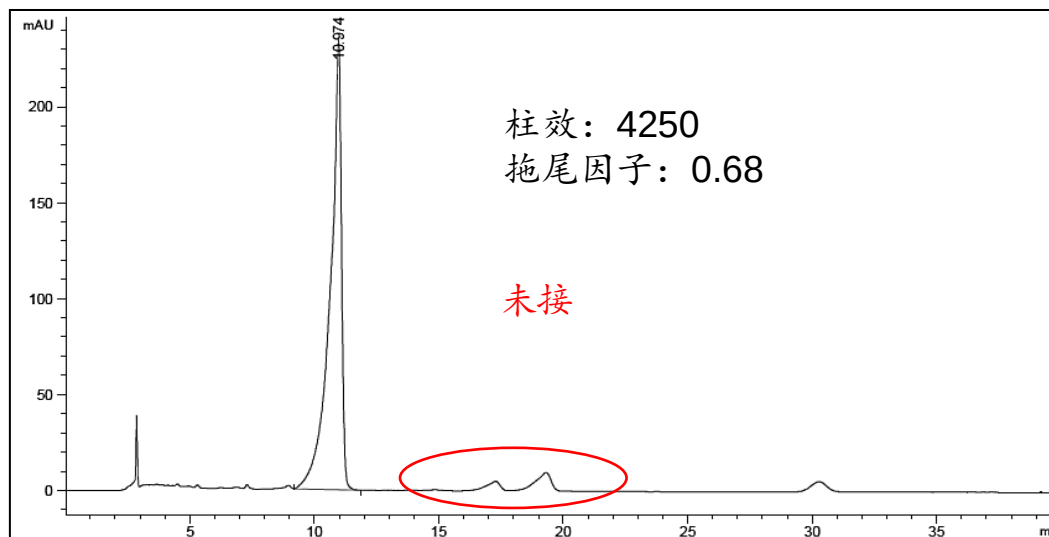
溶剂效应消除器的应用图谱 6

用户提供的分析图谱

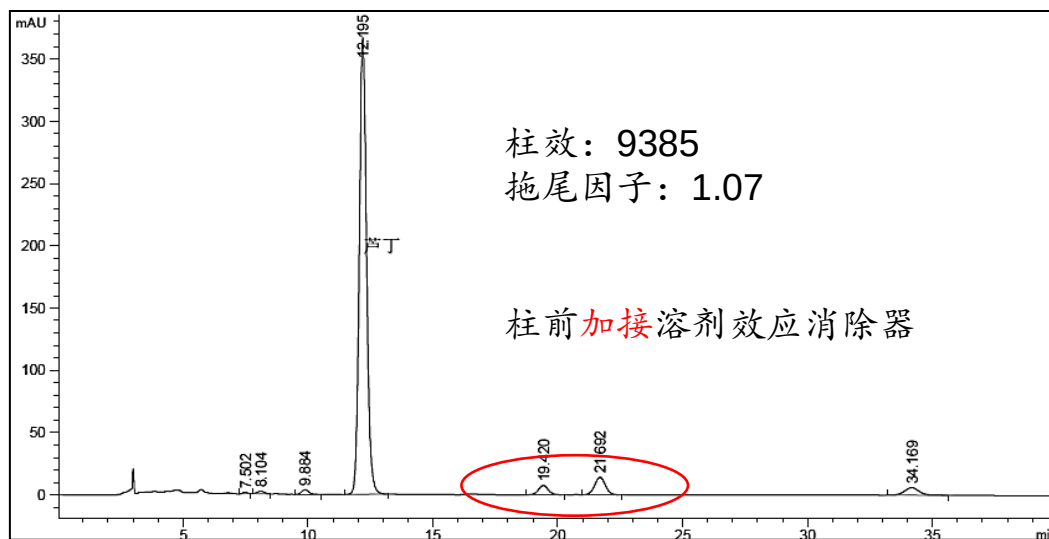


有益效果：1. 分叉消失，峰形更尖锐、对称； 2. 主峰与杂质峰的分离度变好；

溶剂效应消除器的应用图谱 7



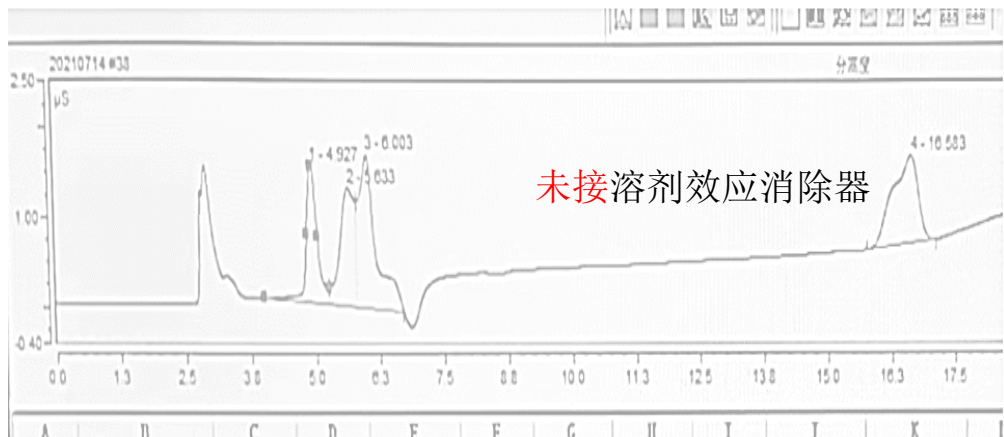
心脉通中芦丁 的分析



有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效成倍提高
3. 杂质检出更容易

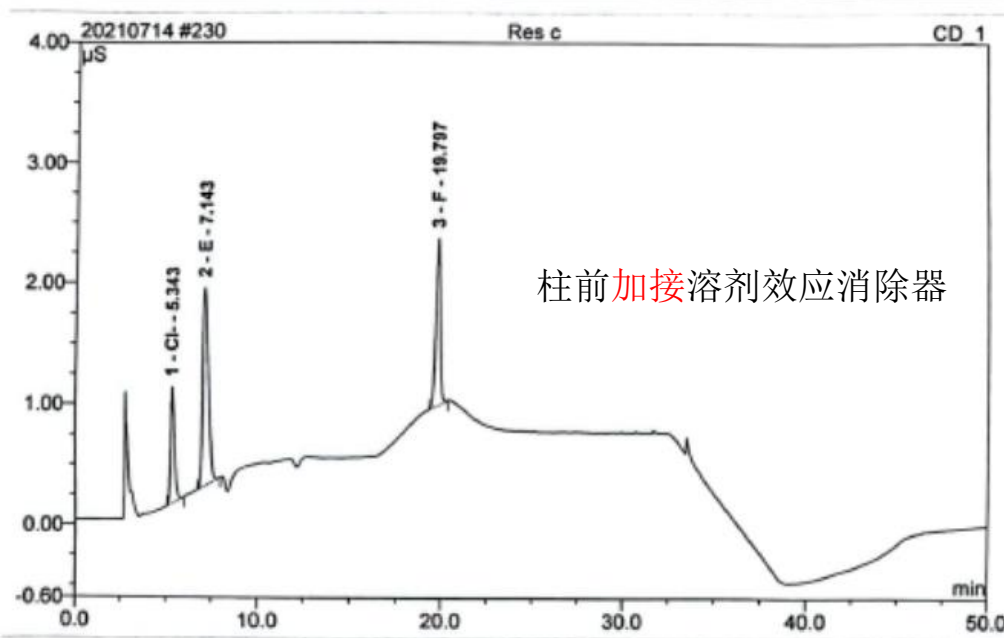
Solvs-Peek 溶剂效应消除器用于离子色谱分析 8



用于离子色谱

样品溶剂与流动相不同

化合物在样品溶剂中的离子形态与流动相中的离子形态不同



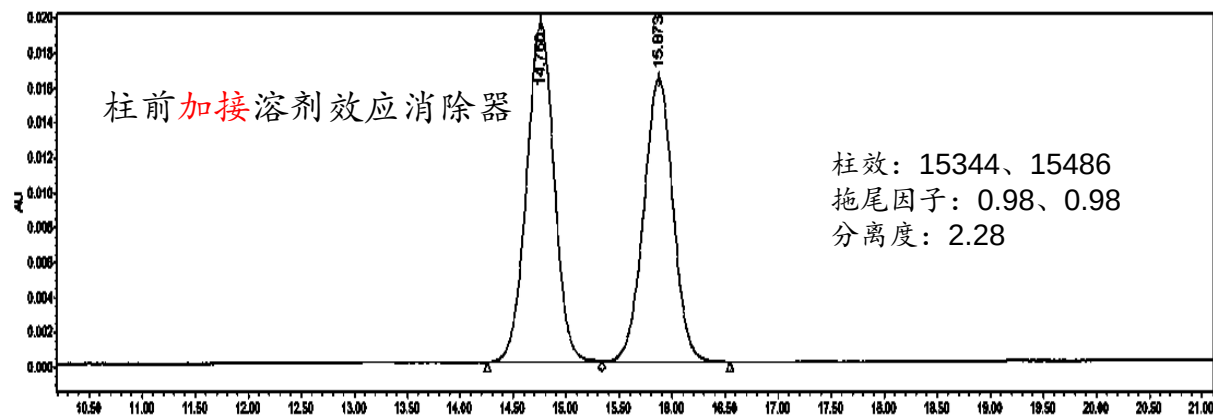
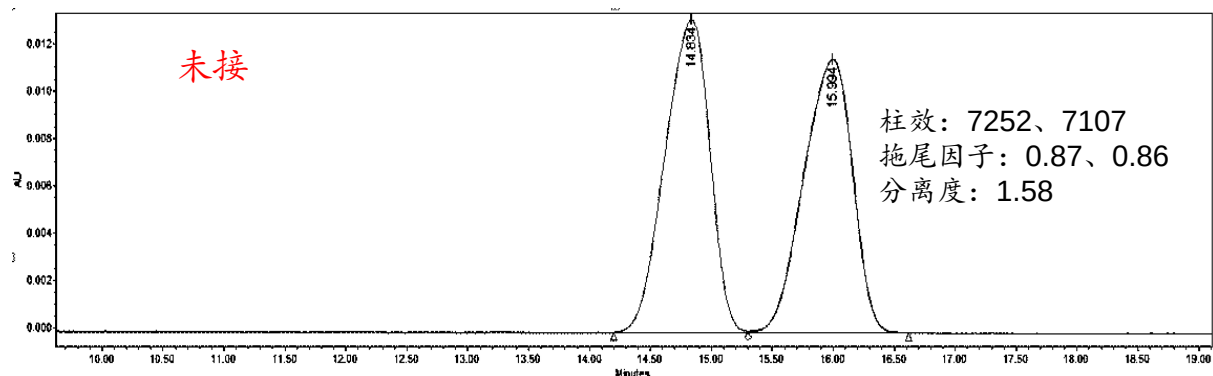
经过溶剂效应消除器后样品在进入色谱柱开始色谱保留行为之前，样品的离子形态与流动相中的保持了一致，峰形变得正常。

有益效果：

1. 异常峰变成了正常峰
2. 峰形尖锐、对称

溶剂效应消除器的应用图谱 9

注意：样品用流动相溶解仍然峰形异常

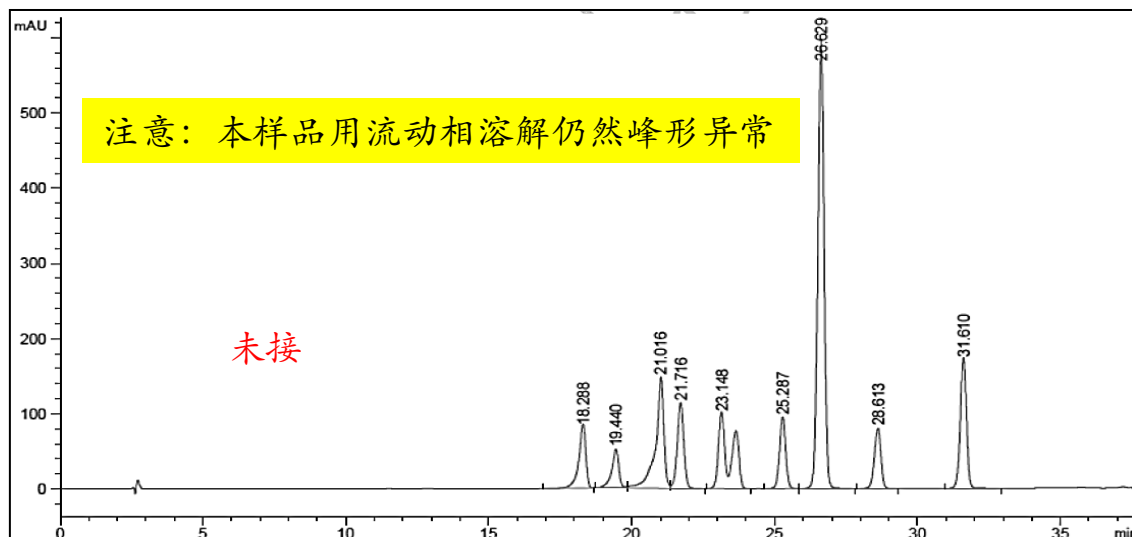


某样品的分析

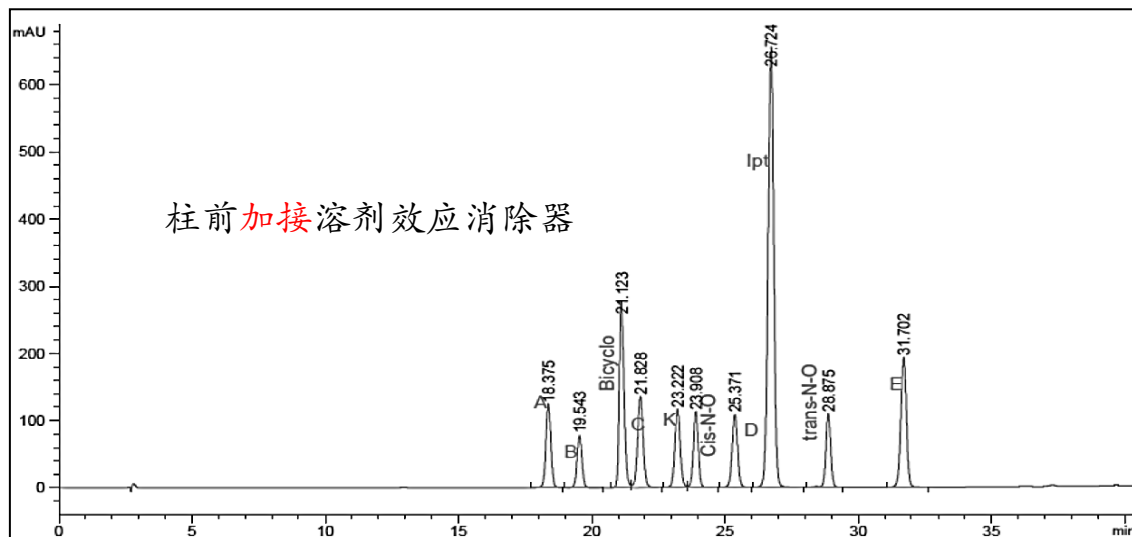
有益效果:

1. 峰形更尖锐、对称
2. 柱效提高1倍
3. 分离度大大提高

溶剂效应消除器的应用图谱 10



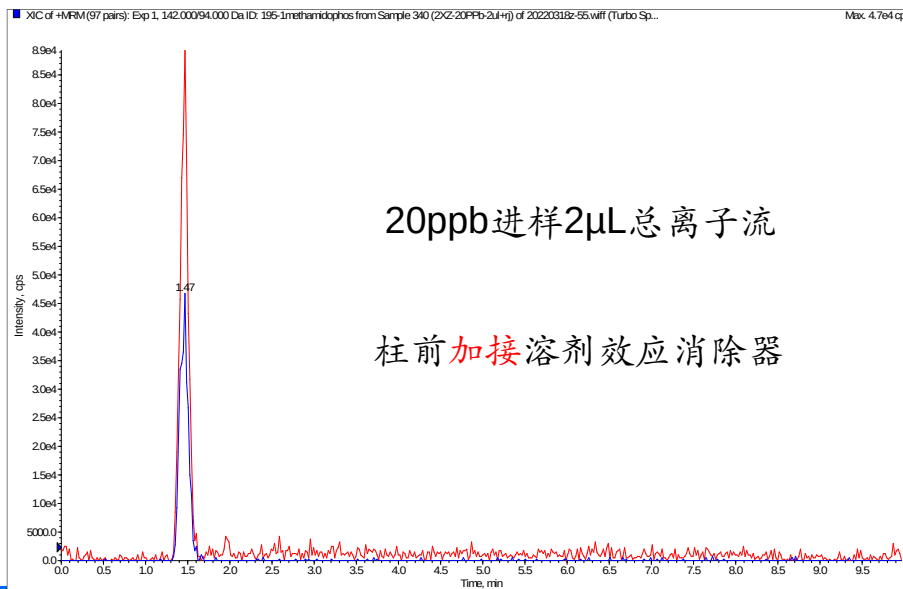
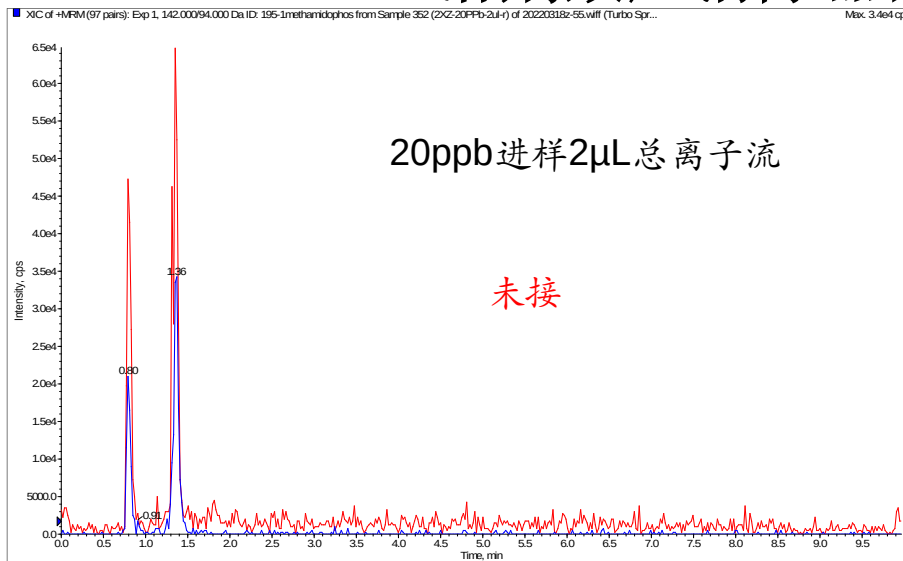
利培酮的有关物质
分析



有益效果：

1. 峰形更尖锐、对称
2. 分离度大大提高

溶剂效应消除器的应用图谱 11



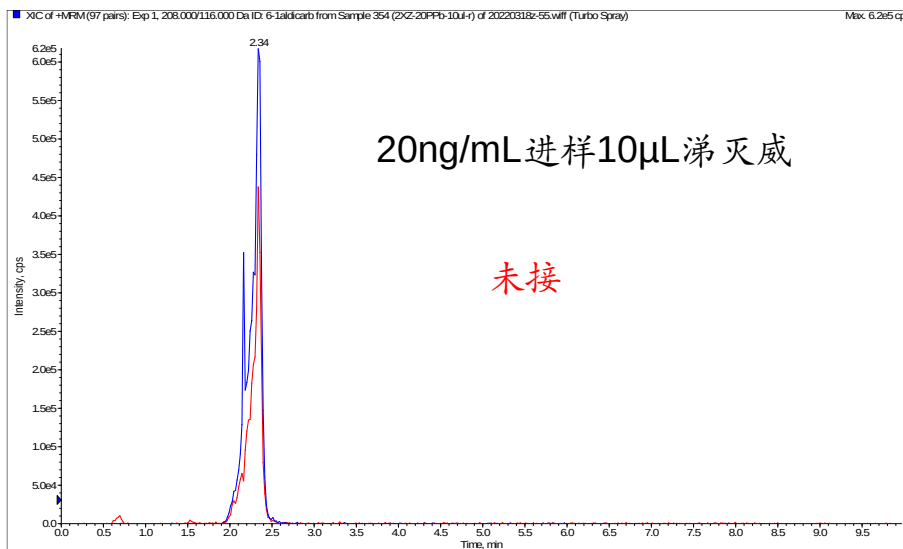
甲胺磷的分析

方法来源：GB 23200.121-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中331种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》

有益效果：

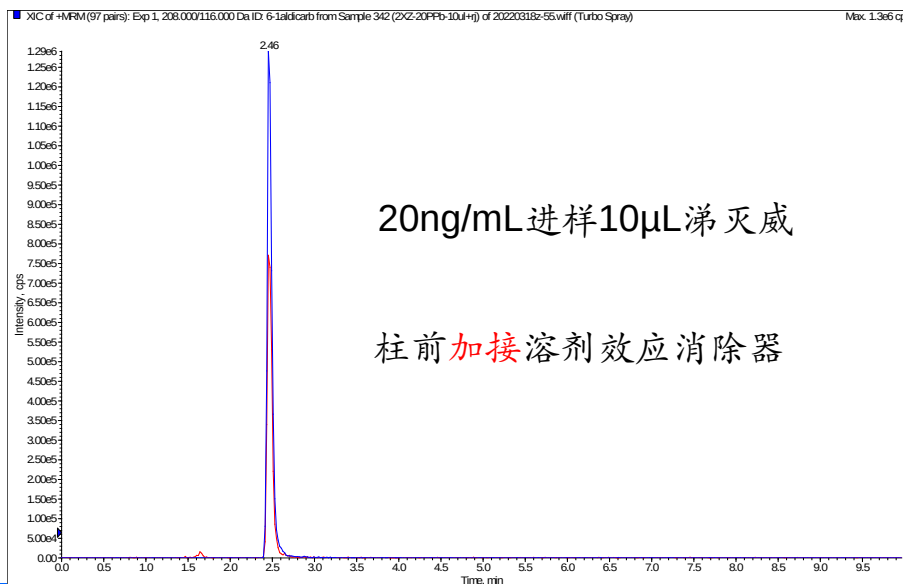
1. 裂分为2个峰的甲胺磷对照品，加接溶剂效应消除器后变为一个正常峰。

溶剂效应消除器的应用图谱 12



涕灭威的分析

方法来源：GB 23200.121-2021 《食品安全国家标准 植物源性食品中331种农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱联用法》

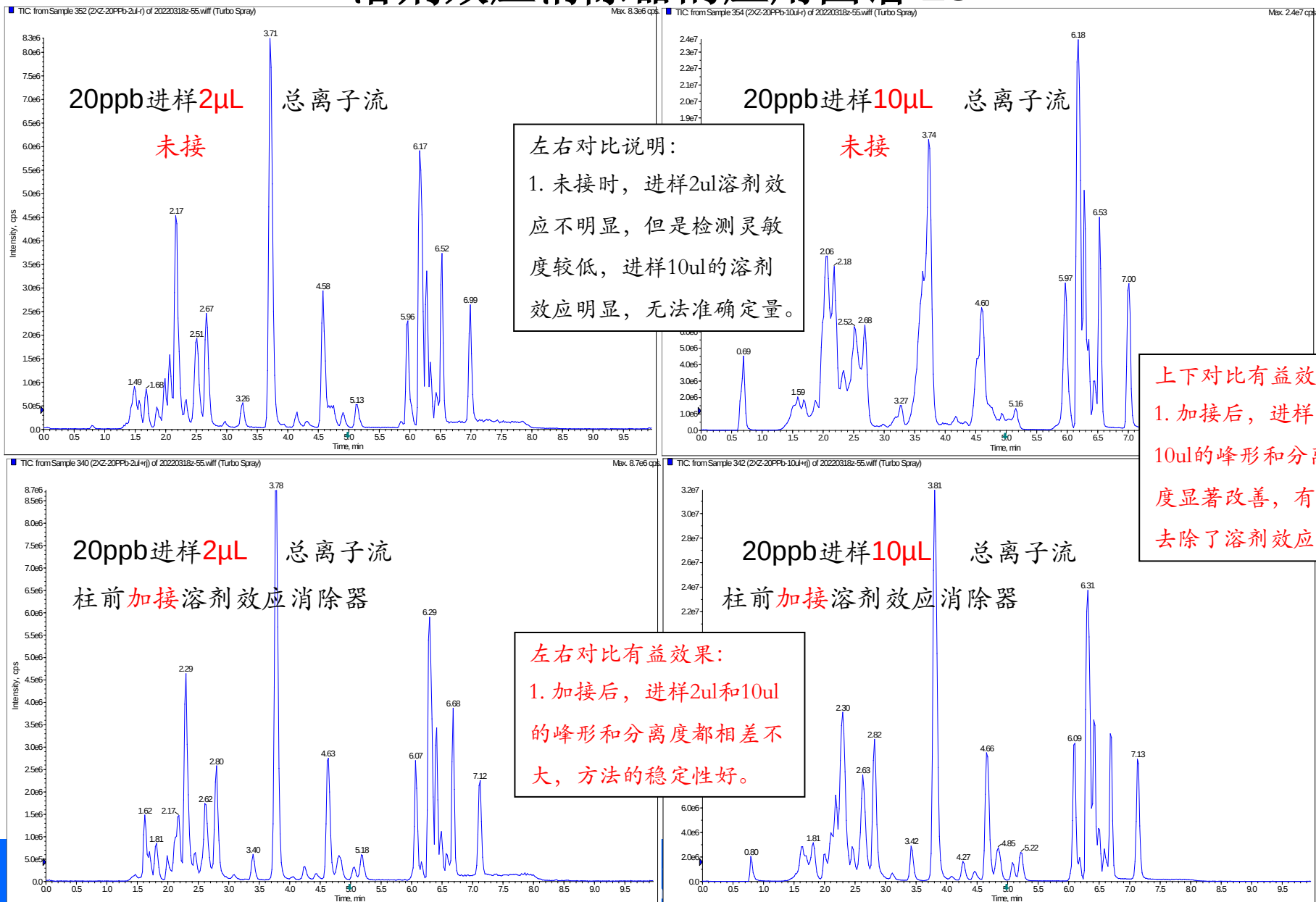


有益效果：

1. 峰裂分，加接溶剂效应消除器后变为一个正常峰。



方法来源: GB 23200.121-2021 溶剂效应消除器的应用图谱 13

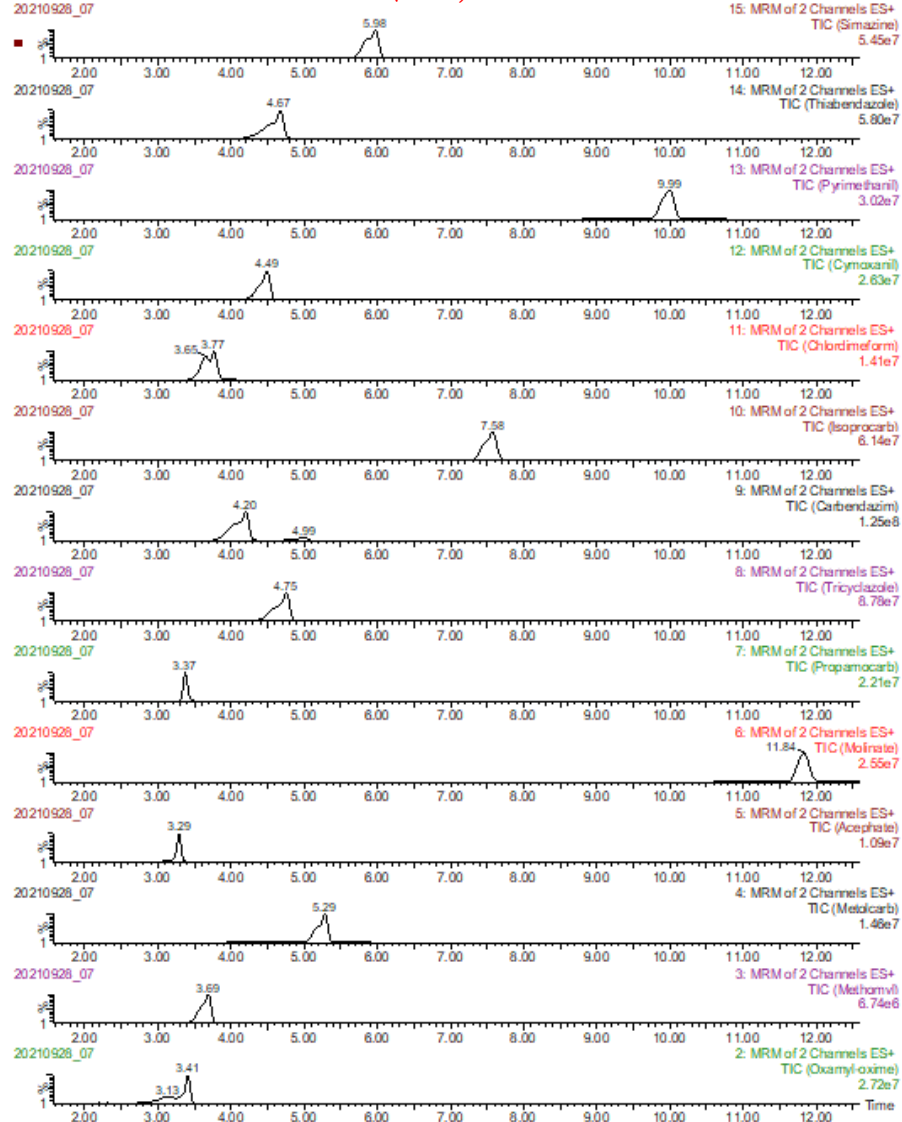




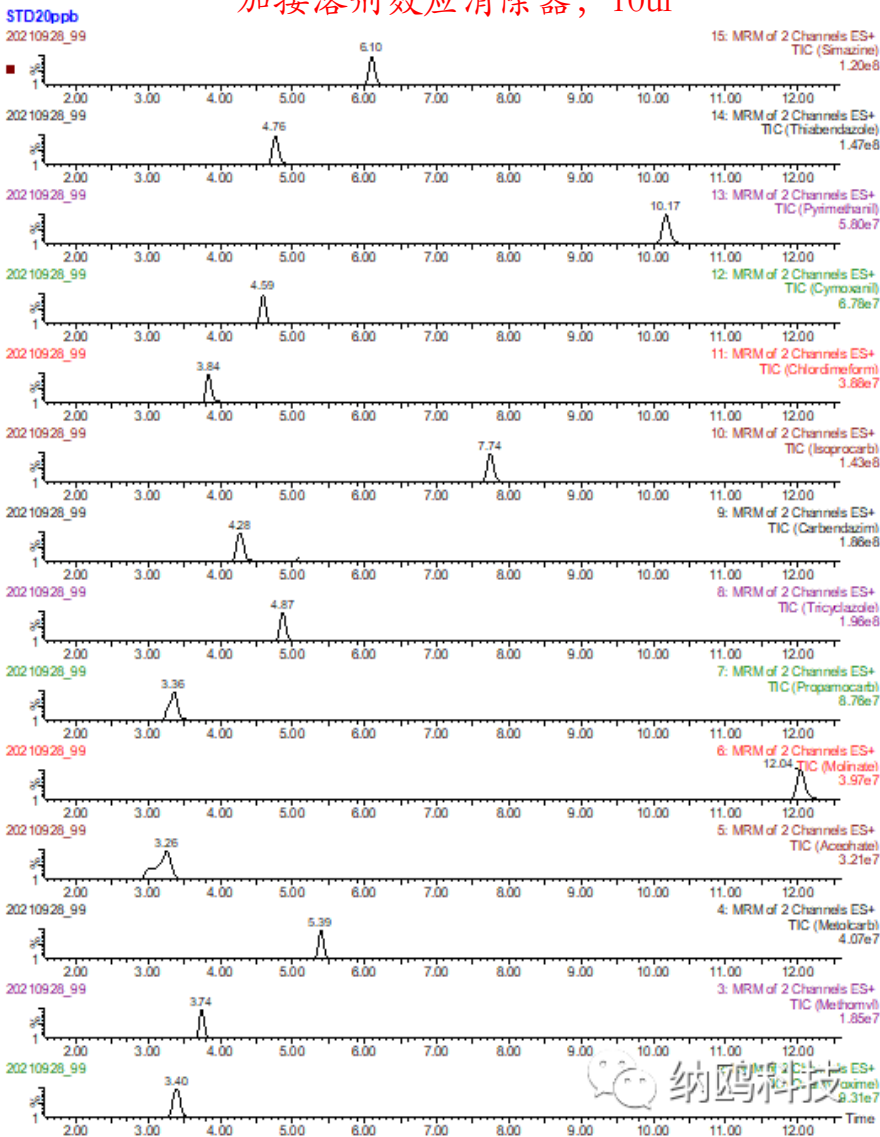
方法来源: GB 23200.121-2021

375种多农残LC/MS/MS检测-1

SP107+2 未接, 10ul



加接溶剂效应消除器, 10ul

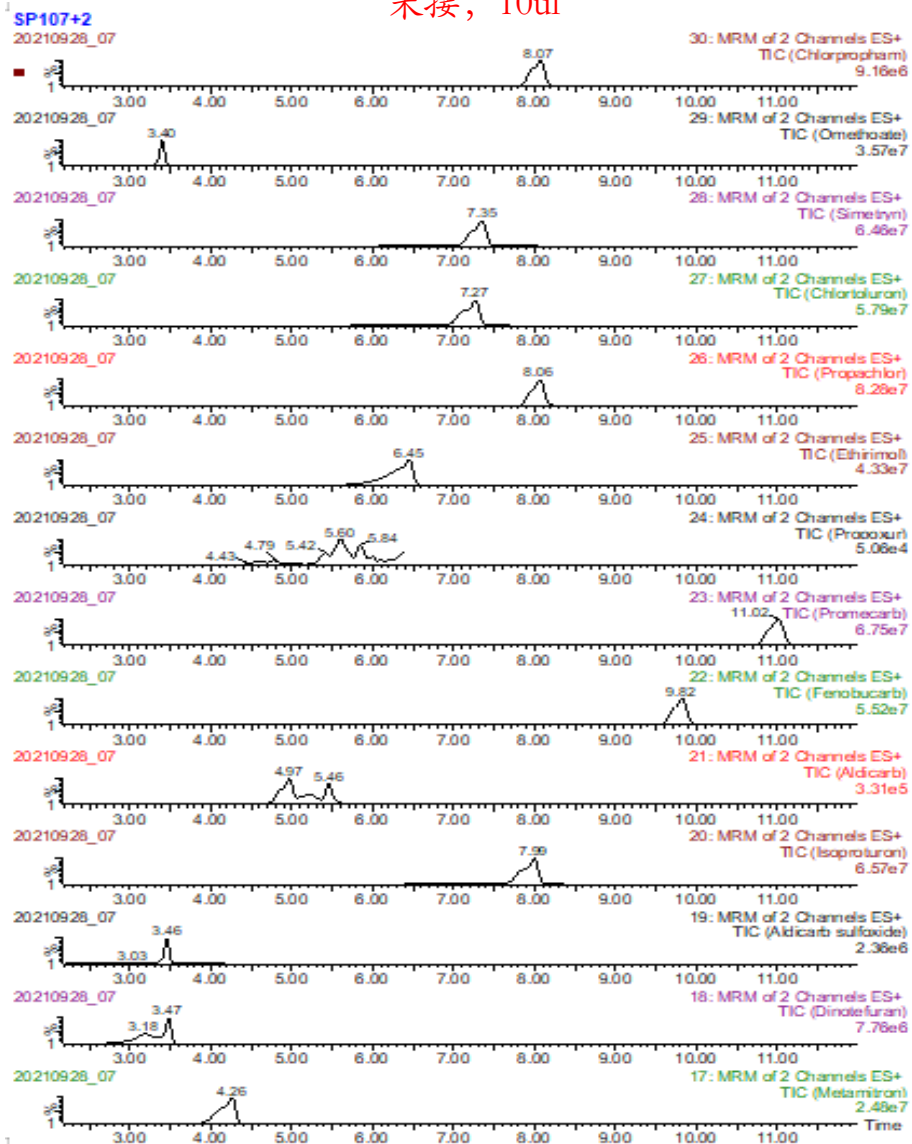




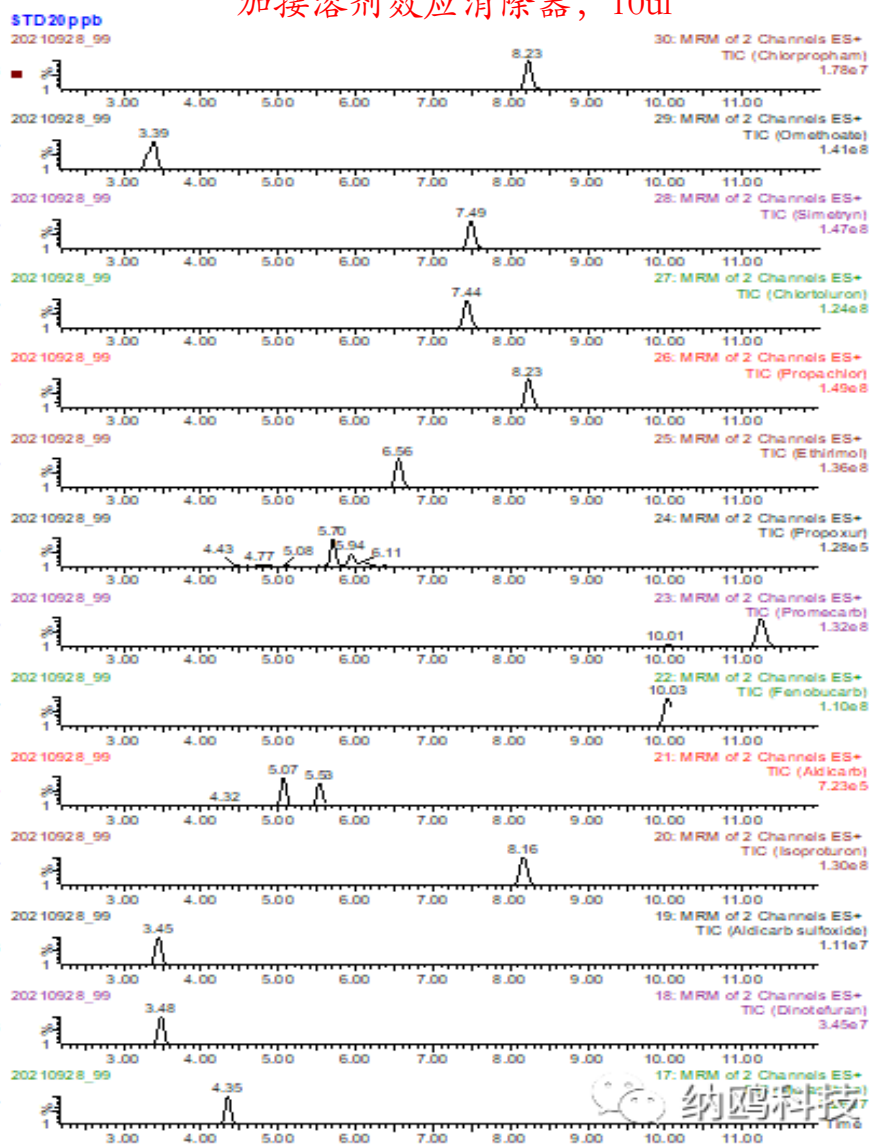
方法来源：GB 23200.121-2021

375种多农残LC/MS/MS检测-2

未接, 10ul

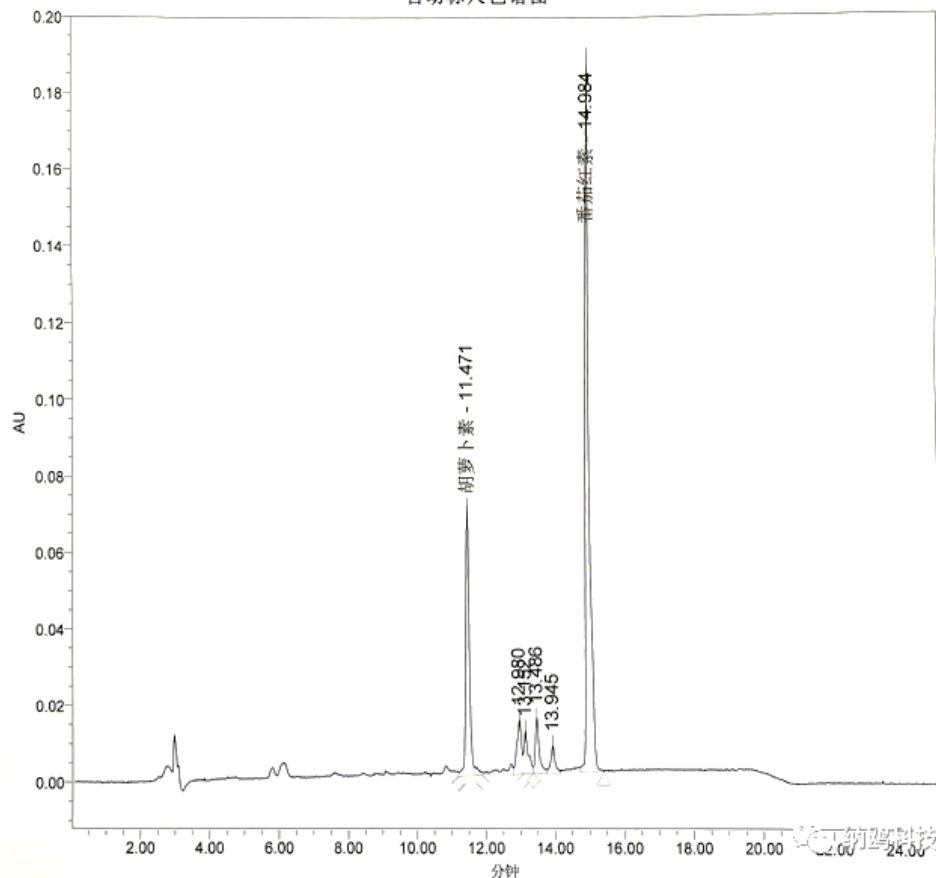


加接溶剂效应消除器, 10ul



样品名称:	西红柿	采集者:	System
样品类型:	未知	样品组名称:	1
瓶号:	36	采集方法组:	
进样次数:	1	处理方法:	
进样体积:	100.00 ul	通道名称:	472.0 纳米
运行时间:	25.0 Minutes	处理通道注释:	PDA 472.0 纳米
采集时间:			
处理时间:			

自动标尺色谱图



胡萝卜素和番茄红素的测定

原标准方法的进样量10ul，由于检测样品浓度较低，检测灵敏度不够，这时需要对样品进行浓缩等繁琐的操作。

柱前加接溶剂效应消除器后，可直接进样100ul而无溶剂效应引起的峰形变异，既满足了检测灵敏度的要求，同时省去了样品前处理浓缩等步骤，大大节省了人力、物力和时间成本，提高了检测效率。

4.3 解决溶剂效应全新方案

——溶剂效应消除器

- 优点（弥补了前面两个方法的缺陷）：

1. 不以降低灵敏度为代价；
2. 不需要改变药典、国标等权威部门制定的方法；
3. 中药及其制剂的分析：

不用担心溶剂效应引起的分离度差，杂质峰趴下看不见了。

样品制备时也不用担心所用溶剂给后续分析带来峰形异常的麻烦；

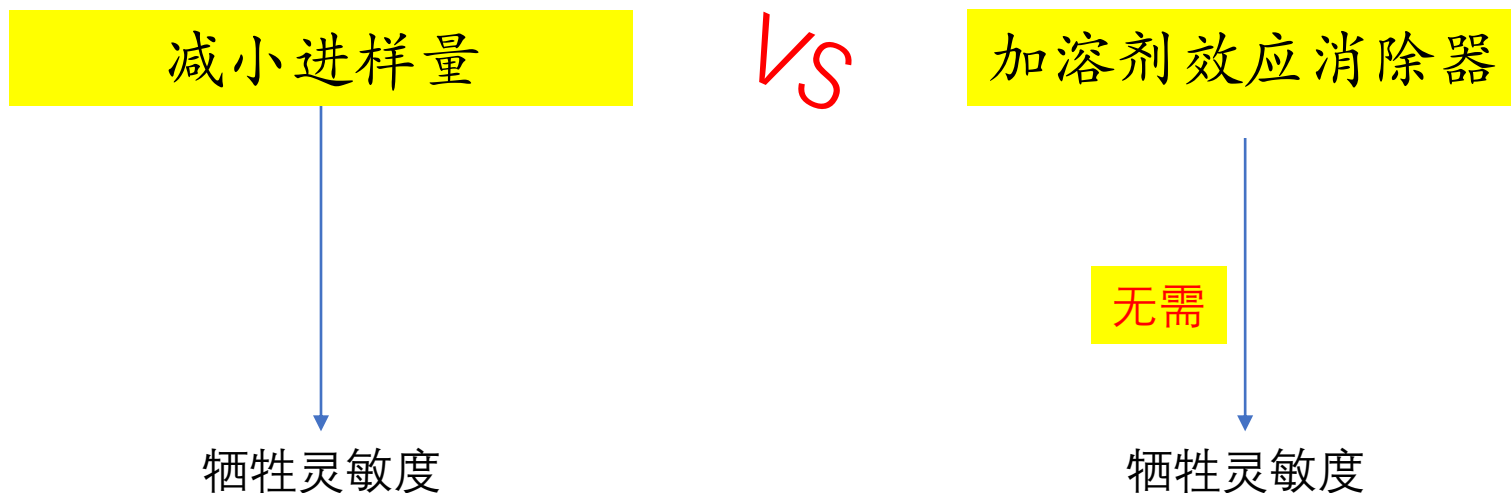
4. 化药分析：

可以更宽范围的自由选择样品溶剂，配制长时间稳定保存的标曲溶液，而不用担心质保期太短需要频繁配制；

- 缺点：

1. 引入了细微的柱前死体积，对某些死体积敏感的体系会有稍微的峰展宽；

解决方案的对比



解决方案的对比

将原方法的样品溶剂
改为用流动相溶解

VS

加溶剂效应消除器

样品溶液
稳定性考察

无需

样品溶液
稳定性考察

致 谢

李花禄老师 微信公众号小花晒太阳

张永老师、吴飞老师 上海中医药大学

谢巧金老师 纳鸥科技

几位老师为我们在技术、理论上的探讨和研究提供了很多帮助，本文稿的一些宝贵素材和建议也来源于他们。在此表示衷心的感谢！



Thank You