



---

## 摘要

本应用简报展示了一种使用反相溶剂和混合模式Waters Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱分析一组阳离子表面活性剂的简便方法。

### 优势

季铵化合物由于在反相条件下获得的峰形较差，长期以来，其分析一直是困扰分析人员的一大难题。开发混合模式Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱经证明可以使三种阳离子表面活性剂获得优异的峰形。

---

## 简介

表面活性剂广泛应用于化妆品、制药和农业领域，涵盖从抗菌剂到抗静电剂的各种用途。此类化合物由于具有两亲性（即，同时具有极性亲水性和非极性疏水性区域），在分析中存在较大困难。

阳离子表面活性剂通常含有携带正电荷的氮原子（主要在胺或季铵基团中），从而与一个或多个长烷基链偶联。季铵化合物(QAC)是应用最广泛的阳离子表面活性剂之一<sup>1</sup>。

表面活性剂分析通常采用HPLC法进行，但是，由于保留性能和峰形问题，常规的反相(RP)分离方法难以保留这些化合物。此外还可以使用离子对色谱法(IPC)和气相色谱法(GC)，但存在平衡时间和运行时间较长的问题，且GC通常依赖于分析物衍生化，该过程非常耗时，并可能引入样品前处理错误和/或变异。

---

## 实验

仪器:	配备ELSD检测器的 ACQUITY UPLC H-Class PLUS系统
数据管理:	Empower™ 3 CDS
<b>LC方法条件</b>	
色谱柱类型:	Atlantis PREMIER BEH C <sub>18</sub> AX
色谱柱大小:	2.1 × 100 mm, 1.7 μm
色谱柱温度:	30 °C
进样体积:	0.3 μL
流速:	0.4 mL/min
流动相:	(A) 0.1 mM甲酸铵水溶液, pH 4.0; (B)乙腈
梯度:	流动相B在8.34 min内从25%增加到85% (线性)
ELSD检测:	增益: 200
	数据采集速率: 10 pps
	时间常数: 正常
	模式: 冷却
	气体压力: 25 psi
	漂移管温度: 50 °C

表1.仪器参数

## 结果与讨论

为克服上述分析方法的短板，研究人员开发出混合模式RP/离子交换(IEX)色谱柱，其中采用的固定相同时包含疏水性和和离子交换功能<sup>2</sup>。

但是，许多混合模式RP/IEX色谱柱的批次间重现性不佳且水解稳定性较差。为克服这些问题，沃特世开发出一种采用反相/阳离子键合在亚乙基桥杂化颗粒硅胶上，可提供优异的批次间重现性，并且能够在宽泛的pH范围内保持稳定。该材料填充在新型MaxPeak高性能表面(HPS)色谱柱硬件中，旨在通过减少分析物与不锈钢表

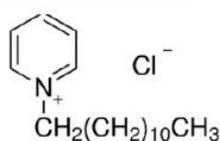
面的相互作用而减少分析物损失，从而提高分析物的回收率<sup>3</sup>。

在本技术简报中，我们介绍了三种阳离子表面活性剂（如图1所示）的混合物的分离，致力于实现良好的保留性能、基线分离和良好的峰形。

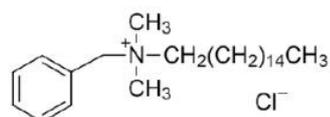
利用配备蒸发光散射检测器(ELSD)的ACQUITY UPLC H-Class PLUS系统分析样品，因为某些供试化合物仅具有弱发色团/无发色团。

所有化合物的分析标准品详见图1，均购自Sigma-Aldrich（英国普尔）。用水配制包含所有化合物的溶液，直接进样分析。使用表1所列方法条件分析样品。

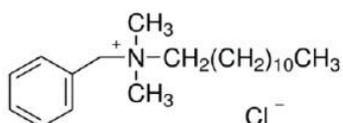
#### 阳离子表面活性剂(QAC)



1-十二烷基氯化吡啶



苄基二甲基十六烷基氯化铵



苄基二甲基十二烷基氯化铵

图1.使用混合模式Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱分析阳离子表面活性剂

化合物	保留时间(min)	保留因子(k)	USP拖尾因子
1-十二烷基氯化吡啶	3.59	3.8	1.16
苄基二甲基十二烷基氯化铵	4.56	5.1	1.33
苄基二甲基十六烷基氯化铵	6.58	7.8	1.39

表2.三种供试化合物的分析结果

Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱可使QACs成功实现基线分离，同时在10分钟运行时间内表现出优异的峰形（图2）。

三种化合物（1-十二烷基氯化吡啶、苄基二甲基十二烷基氯化铵和苄基二甲基十六烷基氯化铵）均获得了良好的保留，保留因子(k)分别为3.8、5.1和7.8，拖尾因子分别为1.16、1.33和1.39（表2）。

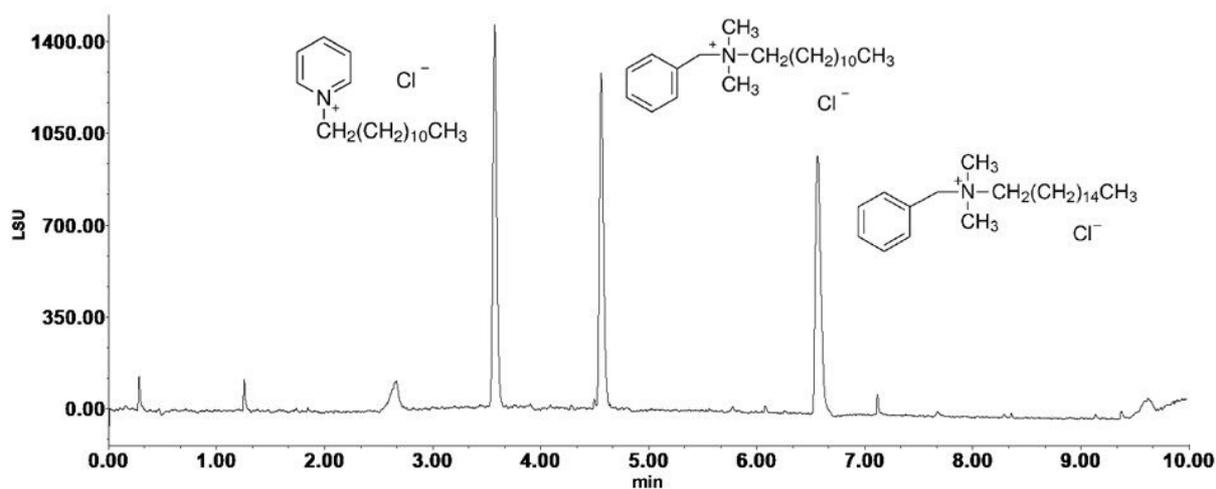


图2.使用混合模式Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱（梯度为25-85%流动相B）与ACQUITY ELSD检测器分析季铵化合物

## 结论

研究证明，将混合模式Atlantis PREMIER BEH C<sub>18</sub> AX色谱柱与反相溶剂相结合，无需使用衍生化或离子对试剂即可有效分析三种QACs混合物。

本研究所述的简便方法表明，该色谱柱能够为使用传统方法难以分析的化合物提供一种简单直接的解决方案。

## 参考文献

1. Olkowska, E; Ruman, M.; Kowalska, A.; Polkowska, Z. Determination of surfactants in

- environmental samples; Part 1 cationic compounds. *Ecol.Chem.Eng.S.* 2013, 20, 331–342.
2. Zhang, K.; Liu, X. Mixed-mode chromatography in pharmaceutical and biopharmaceutical applications. *J. Pharm.Biomed.Anal.* 2016, 130, 19–34.
  3. Walter, T.H.; Alden, B.; Boissel, C.; Field, J.; Lawrence, N.; Osterman, D.; Patel, A. A new mixed-mode reversed-phase/anion exchange stationary phase based on hybrid particles. Waters Corporation Application Note, 720006742EN <<https://www.waters.com/waters/library.htm?cid=511436&lid=135042697>> , 2020.
- 

## 特色产品

ACQUITY UPLC H-Class PLUS系统 <<https://www.waters.com/10138533>>

Empower 3色谱数据软件 <<https://www.waters.com/10190669>>

ACQUITY UPLC ELS检测器 <<https://www.waters.com/514219>>

720006746ZH, 2020年3月