

# 配备飞行时间质谱检测器的 Agilent 1260 Infinity 分析型 SFC 系统

## 使用方法筛选向导进行方法开发

### 作者

Stefan Bieber  
非靶向筛查分析研究所  
(AFIN-TS) 有限公司  
德国奥格斯堡

Thomas Letzel  
分析研究组  
城市水系统工程主席  
慕尼黑工业大学 (TUM)  
德国加兴

Edgar Naegele 和  
Daniel Kutscher  
安捷伦科技有限公司  
德国瓦尔德布隆

### 摘要

本应用简报介绍了 Agilent ChemStation 方法筛选向导软件在 Agilent 1260 Infinity 分析型 SFC（超临界流体色谱）系统上自动开发针对药物的非手性 SFC 分离方法方面的应用。SFC 系统配有溶剂选择阀和色谱柱选择阀，可以使用多达 12 种不同的溶剂和 6 种不同的固定相进行筛选。ChemStation 方法筛选向导软件可以直观而方便地创建方法和工作列表，从而实现全面、高效的方法开发。

## 前言

SFC 应用的数量正在不断增加，这主要归功于 SFC 可高效分离多种化合物的独特分离特征<sup>1</sup>。液相色谱 (LC) 中几乎所有非手性固定相都可用于 SFC，造就了 SFC 广泛的选择性范围。而鉴于 SFC 中流动相的压缩特性及其保留机理与经典 LC 不同，方法开发成为了一项挑战性的工作。为此，开发非手性 SFC 方法时，通常需要将不同固定相与不同流动相、添加剂、压力和温度组合筛选，很耗时间。之前的应用简报中已经报道了色谱柱和流动相筛选的优势<sup>2</sup>。

本应用简报将介绍软件协助开发的非手性 SFC 方法，在使用飞行时间质谱 (TOF MS) 分离 6 种药物活性化合物中体现出的优势。方法开发过程包括在 4 种固定相和 10 种流动相中的不同有机溶剂之间进行筛选。使用 ChemStation 方法筛选向导软件创建冲洗步骤、平衡步骤及分离方法。

## 实验部分

### 仪器

Agilent 1260 Infinity 分析型 SFC 色谱系统包含以下模块：

- Agilent 1260 Infinity SFC II 控制模块 (G4301A)
- Agilent 1260 Infinity SFC 二元泵 (G4302A)
- Agilent 1260 Infinity II SFC Multisampler (G4767A)
- 带高压 SFC 流通池的 Agilent 1260 Infinity 二极管阵列检测器 (G1315C)
- Agilent 1290 Infinity 柱温箱 (G1316C)

之前的技术概述<sup>3</sup>介绍了 Agilent 1260 Infinity 分析型 SFC 解决方案中包括的 Agilent 1260 Infinity II SFC Multisampler (G4767A) 的性能。

### 软件协助方法开发需要的其他部件

- Agilent 1290 Infinity 阀驱动 (G1170A)，配备 Agilent InfinityLab Quick Change 快速更换 12 位/13 通生物惰性溶剂选择阀 (G4235A)
- Agilent InfinityLab Quick Change 快速更换 6 位/14 通阀 (部件号 5067-4142)

### 质谱检测

- Agilent 6230 精确质量数飞行时间 LC/MS (G6230B)，配备安捷伦喷射流 ESI 离子源 (G1958-65138)
- Agilent 1260 Infinity 等度泵 (G1310B)，用于补偿流量

之前的技术概述<sup>4</sup>介绍了连接 SFC 和 TOF MS 时，喷射流电喷雾离子化参数的优化。

### 仪器设置

Agilent 1260 Infinity SFC 二元泵与 InfinityLab Quick Change 快速更换 12 位/13 通阀集成在 Agilent OpenLab CDS ChemStation 版软件中。此次筛选使用多达 12 种不同的溶剂/添加剂组合，这些组合在 OpenLab CDS ChemStation 版软件的仪器配置筛选中进行分配。1290 Infinity 柱温箱配备 InfinityLab Quick Change 快速更换 6 位/14 通 6 色谱柱选择阀，可以使用多达 6 种固定相进行筛选。将所使用的固定相添加至 OpenLab CDS ChemStation 色谱柱筛选的色谱柱表格中。所有方法均使用 ChemStation 方法筛选向导软件创建 (图 1)。

SFC 系统的出口连接至 6230 精确质量数飞行时间 LC/MS 的喷射流电喷雾离子源上。为进行连续的质量校准，需将 1260 Infinity 等度泵通过 T 形管连接至 SFC 的出口管路。将嘌呤和 HP 921 作为参比质量数进行 MS 重新校准。

### 色谱柱

- Agilent ZORBAX Bonus-RP，2.1 × 150 mm, 5 μm (部件号 883725-901)
- Agilent Polaris NH2，3.0 × 100 mm, 3 μm (部件号 A2014100X030)
- Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC，3.0 × 100 mm, 1.9 μm (部件号 695675-301)
- Agilent ZORBAX Rx-SIL，3.0 × 100 mm, 1.8 μm (快速分离高通量色谱柱；部件号 828975-301)

**Step 3 of 8: Set up column screening**

	Use	Name	Serial No.	Diameter [mm]	Length [mm]	Particle Size [μm]
	<input checked="" type="checkbox"/>	BonusRP	autolD-6	2.100	150.000	5.000
	<input checked="" type="checkbox"/>	Polaris NH2	autolD-7	3.000	100.000	3.000
	<input checked="" type="checkbox"/>	Poroshell HILIC	autolD-8	3.000	100.000	1.900
	<input checked="" type="checkbox"/>	Zorbax Sil	autolD-9-7	3.000	100.000	1.800

**Solvents on channel B:**

- 01: MeOH (Calib.: MeOH)
- 02: IPA (Calib.: IPA)
- 03: ACN (Calib.: ACN)
- 04: 20 mM NH4Ac in MeOH (Calib.: MeOH)
- 05: MeOH + 1% H2O (Calib.: MeOH)
- 06: MeOH + 0.2% FAc (Calib.: MeOH)
- 07: IPA + 1% H2O (Calib.: IPA)
- 08: IPA + 0.2% FAc (Calib.: IPA)
- 09: MeOH + 0.1% DEA (Calib.: MeOH)
- 10: IPA + 0.1% DEA (Calib.: IPA)
- 11:
- 12:

Select All    Invert

**Step 8 of 8: Summary**

You have set up method screening campaign "Column\_Solvent\_Screening\_01" as summarized:

Description		Sequence		Solvent Usage																	
#	Sample	Inj	Method	Type	Flow [mL/min]	Run Time [min]	Post Time [min]	Inj Vol [μL]	Vial	Column	Solvent(s)										
1			FlushBypass0001.m	Flush	1.000	17.50	0.00			Bypass	16.7 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 83.3 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
2			FlushBypass0002.m	Flush	1.000	2.50	0.00			Bypass	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
3			Equilibration0001.m	Equilibration	2.000	1.56	0.00			BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
4	Sample 2	1	Injection0001.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
5			Equilibration0002.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
6	Sample 2	1	Injection0002.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
7			Equilibration0003.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Poroshell HILIC (autolD-8)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
8	Sample 2	1	Injection0003.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Poroshell HILIC (autolD-8)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
9			Equilibration0004.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Zorbax Sil (autolD-9-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
10	Sample 2	1	Injection0004.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Zorbax Sil (autolD-9-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B01: MeOH (Calib.: MeOH)										
11			FlushBypass0003.m	Flush	1.000	15.00	0.00			Bypass	100.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
12			FlushBypass0004.m	Flush	1.000	2.50	0.00			Bypass	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
13			Equilibration0005.m	Equilibration	2.000	2.12	0.00			Zorbax Sil (autolD-9-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
14	Sample 2	1	Injection0005.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Zorbax Sil (autolD-9-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
15			Equilibration0006.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Poroshell HILIC (autolD-8)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
16	Sample 2	1	Injection0006.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Poroshell HILIC (autolD-8)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
17			Equilibration0007.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
18	Sample 2	1	Injection0007.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
19			Equilibration0008.m	Equilibration	2.000	2.81	0.00			BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
20	Sample 2	1	Injection0008.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B02: IPA (Calib.: IPA)										
21			FlushBypass0005.m	Flush	1.000	15.00	0.00			Bypass	100.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
22			FlushBypass0006.m	Flush	1.000	2.50	0.00			Bypass	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
23			Equilibration0009.m	Equilibration	2.000	1.56	0.00			BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
24	Sample 2	1	Injection0009.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	BonusRP (autolD-6)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
25			Equilibration0010.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
26	Sample 2	1	Injection0010.m	Injection	2.000	8.00	0.00	1.000	Vial 3	Polaris NH2 (autolD-7)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										
27			Equilibration0011.m	Equilibration	2.000	3.37	0.00			Poroshell HILIC (autolD-8)	95.0 % A: CO2 (Calib.: CO2 [pre-compressed]), 5.0 % B03: ACN (Calib.: ACN)										

图 1. 使用方法筛选向导软件的色谱柱溶剂筛选设置步骤

## 软件

用于 LC 和 LC/MS 系统的 OpenLab CDS ChemStation 版，版本 C.01.07 SR3，附带 ChemStation 方法筛选向导，版本 A.02.07 SR1，用于控制 SFC 系统及创

建方法。使用 Agilent MassHunter 数据采集软件 B 05.00 版记录 MS 数据。使用 Agilent MassHunter Profinder B.06.00 版和 Agilent MassHunter 定性分析软件 B06.00 SP1 版评估数据。

## 化学品

所有溶剂均购自 Merck，所有化学品均购自 Sigma-Aldrich。二氧化碳购自 Westfalen Gas (Muenster, Germany)

## 流动相组成

A: 二氧化碳

B: 含添加剂的有机溶剂，列于表 1 中

## 结果与讨论

此次研究建立了针对 6 种药物活性化合物的 SFC 分离方法及 TOF MS 检测。本研究的目的是寻找一种固定相和流动相的适当组合，使其可以同时检出 6 种化合物，并获得足够的保留、分离度和峰形。故使用通用的流动相梯度方法，对 4 种固定相和 10 种流动相的组合进行筛选。测试的固定相和流动相组合共有 40 种。在每个固定相和流动相组合运行时间为 8 分钟，且冲洗和平衡时间充足的情况下，大约可以在 11 小时内完成整个工作列表的筛选。使用 MassHunter Profinder，根据所研究化合物的总化学式对数据进行评估（批处理目标特征提取）。化合物成功获得 MS 检测的标准是，出现两个或两个以上特征离子信号，同时质量数准确度优于 10 ppm。表 2 总结了数据评估的结果。

表 1. 流动相 B 中的添加剂

有机溶剂	添加剂
甲醇	无
甲醇	1% 水
甲醇	0.2% 甲酸
甲醇	20 mmol/L 乙酸铵
甲醇	0.1% 二乙胺
异丙醇	无
异丙醇	1% 水
异丙醇	0.2% 甲酸
异丙醇	0.1% 二乙胺
乙腈	无

## 通用流动相梯度

时间 (min)	%B
0	5
4	40
6	40
7	5
8	5

## 样品

化合物	总化学式	[M+H] <sup>+</sup>	CAS 号	化合物用途
扑米酮	C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	219.11279	125-33-7	抗惊厥药物
卡马西平	C <sub>15</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O	237.10223	298-46-4	抗癫痫药物
非诺贝特	C <sub>20</sub> H <sub>21</sub> ClO <sub>4</sub>	361.12010	49562-28-9	降血脂药
萘夫西林 (钠)	C <sub>21</sub> H <sub>21</sub> N <sub>2</sub> NaO <sub>5</sub> S	415.13220 (不含钠)	985-16-0	β-内酰胺类抗生素
癸氧喹酯	C <sub>24</sub> H <sub>35</sub> NO <sub>5</sub>	418.25878	18507-89-6	抗原虫药
氯唑西林 (钠)	C <sub>19</sub> H <sub>17</sub> ClN <sub>3</sub> NaO <sub>5</sub> S	436.07283 (不含钠)	642-78-4	β-内酰胺类抗生素

将化合物溶于乙腈并混合制成工作混合物，乙腈中各化合物浓度均为 50 μmol/L。

## SFC 方法

参数	值
溶剂 A	CO <sub>2</sub>
改性剂 B	有机溶剂和添加剂的 10 种不同组合
SFC 流速	2 mL/min
反压调节器	100 bar, 60 °C
温度	25 °C
进样量	1 μL

## 质谱方法 (ESI 正离子模式)

参数	值
干燥气温度	275 °C
干燥气流速	5 L/min
鞘气温度	275 °C
鞘气流速	6 L/min
雾化器压力	45 psi
毛细管电压	4000 V
碎裂电压	150 V
锥孔电压	60 V

表 2. 由不同固定相和流动相组合筛选出的化合物保留时间 (RT)。未检出的化合物标记为“-”。使全部 6 种所选化合物实现有效分离和检测的组合用星号 (\*) 标出

固定相	流动相 (CO <sub>2</sub> 中的改性剂)	扑米酮 RT (min)	卡马西平 RT (min)	氯唑西林 RT (min)	非诺贝特 RT (min)	萘夫西林 RT (min)	癸氧喹酯 RT (min)
ZORBAX Bonus-RP	甲醇	0.89	0.84	1.85	0.65	-	1.59
ZORBAX Bonus-RP	甲醇 + 20 mmol/L 乙酸铵	0.86	0.79	1.54	0.63	2.10	1.52
ZORBAX Bonus-RP	甲醇 + 1% 水	0.90	0.83	1.81	0.65	3.13	1.54
ZORBAX Bonus-RP	甲醇 + 0.2% 甲酸	0.90	0.84	1.80	0.64	3.13	1.55
ZORBAX Bonus-RP	甲醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
ZORBAX Bonus-RP	异丙醇	1.20	1.10	-	0.66	-	2.29
ZORBAX Bonus-RP	异丙醇 + 1% 水	1.18	1.10	-	0.64	-	2.17
ZORBAX Bonus-RP	异丙醇 + 0.2% 甲酸	1.23	1.13	2.55	0.63	3.17	2.27
ZORBAX Bonus-RP	异丙醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
ZORBAX Bonus-RP	乙腈	2.55	1.56	-	0.62	-	-
Polaris NH2	甲醇	1.80	1.45	5.56	0.73	-	2.00
Polaris NH2	甲醇 + 20 mmol/L 乙酸铵	-	1.36	-	0.65	-	-
Polaris NH2	甲醇 + 1% 水	1.81	1.46	-	0.62	3.24	1.89
Polaris NH2	甲醇 + 0.2% 甲酸	1.84	1.47	5.79	0.60	-	1.93
Polaris NH2	甲醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
Polaris NH2	异丙醇	2.55	2.15	-	0.70	-	3.47
Polaris NH2	异丙醇 + 1% 水	2.55	2.14	-	0.67	-	3.26
Polaris NH2	异丙醇 + 0.2% 甲酸	-	2.23	-	0.68	-	7.35
Polaris NH2	异丙醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
Polaris NH2	乙腈	-	4.52	-	0.69	-	-
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇	1.84	1.54	1.72	0.63	1.94	1.36
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇 + 20 mmol/L 乙酸铵	-	-	-	0.60	3.63	-
*InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇 + 1% 水	1.79	1.51	2.51	0.55	2.56	1.41
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇 + 0.2% 甲酸	1.83	1.53	1.60	0.61	1.79	1.38
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇 + 0.1% 二乙胺	-	1.45	-	-	-	1.39
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	异丙醇	-	2.18	1.53	0.56	1.70	-
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	异丙醇 + 1% 水	2.28	2.03	1.54	0.60	1.70	-
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	异丙醇 + 0.2% 甲酸	2.43	2.20	1.39	0.59	1.54	-
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	异丙醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	乙腈	-	4.82	-	0.71	-	-
*ZORBAX Rx-SIL	甲醇	1.95	1.65	1.44	0.58	1.73	1.73
ZORBAX Rx-SIL	甲醇 + 20 mmol/L 乙酸铵	1.95	1.64	2.99	0.53	-	1.55
*ZORBAX Rx-SIL	甲醇 + 1% 水	1.95	1.63	2.44	0.56	2.62	1.53
ZORBAX Rx-SIL	甲醇 + 0.2% 甲酸	1.95	1.66	1.58	0.60	1.84	1.56
ZORBAX Rx-SIL	甲醇 + 0.1% 二乙胺	-	1.64	-	0.68	-	1.49
ZORBAX Rx-SIL	异丙醇	2.49	2.28	1.55	0.64	1.81	3.97
ZORBAX Rx-SIL	异丙醇 + 1% 水	2.41	2.18	1.58	0.63	1.80	-
ZORBAX Rx-SIL	异丙醇 + 0.2% 甲酸	2.55	2.35	1.49	0.63	1.69	-
ZORBAX Rx-SIL	异丙醇 + 0.1% 二乙胺	-	-	-	-	-	-
ZORBAX Rx-SIL	乙腈	-	4.85	-	0.73	-	-

有三个测试组合对 6 种研究化合物实现了充分分离与检测。这些组合分别为，InfinityLab Poroshell 120 HILIC 色谱柱与含 1% 水的甲醇、ZORBAX Rx-SIL 色谱柱与纯甲醇，以及 ZORBAX Rx-SIL 色谱柱与含 1% 水的甲醇。图 2 所示为三组不同分离的提取离子流色谱图 (EIC)。使用这三种组合有望在 3 分钟内分离 6 种化合物。对于扑米酮、卡马西平、非诺贝特

和萘夫西林，在所有分离设置下均可获得足够对称的峰形。使用甲醇在 ZORBAX Rx-SIL 色谱柱上进行分离时，癸氧喹酯和氯唑西林出现峰拖尾。向改性剂中加入 1% 水，可以改善这两种化合物的峰形。加入的水几乎不影响 EIC 的信号高度。比较 ZORBAX Rx-SIL 上分离的化合物的 RT (保留时间) 可以看出，水等添加剂不仅会影响峰形，还会影响化合物保

留 (表 3)。但这些影响几乎无法预测，对各化合物也各不相同。加入 1% 水后，扑米酮和卡马西平的保留略有减弱，而萘夫西林和氯唑西林的保留却显著增强。这表明在方法筛选过程中，使用不同的添加剂很有必要。这些经常发生相互作用的分离影响因素，使得 SFC 方法开发更加复杂。

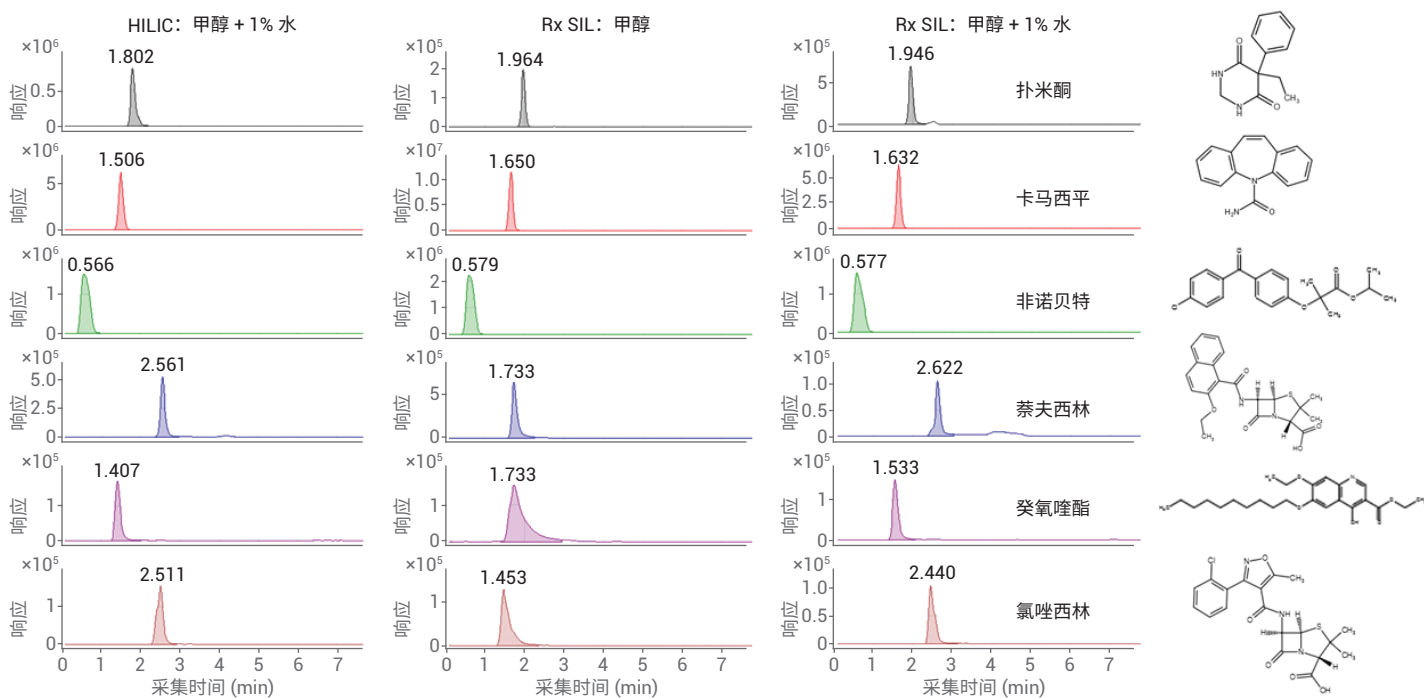


图 2. 6 种研究化合物的提取离子色谱图 (质量数准确度 20 ppm)，化合物的分离通过 SFC 进行，相组合分别为 InfinityLab Poroshell 120 HILIC 与甲醇 + 1% 水、Rx-SIL 与甲醇以及 Rx-SIL 与甲醇 + 1% 水

表 3. 使用甲醇或甲醇 + 1% 水时，化合物在 ZORBAX Rx-SIL 和 InfinityLab Poroshell 120 HILIC 上分离得到的 RT 和峰宽

色谱柱	CO <sub>2</sub> 中的改性剂	扑米酮		卡马西平		氯唑西林		非诺贝特		萘夫西林		癸氧喹酯	
		保留时间 (min)	峰宽 (min)	保留时间 (min)	峰宽 (min)	保留时间 (min)	峰宽 (min)	保留时间 (min)	峰宽 (min)	保留时间 (min)	峰宽 (min)	保留时间 (min)	峰宽 (min)
InfinityLab Poroshell 120 HILIC	甲醇 + 1% 水	1.80	0.10	1.51	0.10	2.51	0.07	0.57	0.24	2.56	0.07	1.41	0.11
ZORBAX Rx-SIL	甲醇	1.96	0.07	1.65	0.09	1.45	0.11	0.58	0.21	1.73	0.09	1.73	0.29
ZORBAX Rx-SIL	甲醇 + 1% 水	1.95	0.08	1.63	0.09	2.44	0.07	0.58	0.21	2.62	0.08	1.53	0.10

## 结论

本研究使用 SFC/TOF-MS 分离并检测了 6 种药物活性化合物。方法开发考虑了 40 种不同的固定相和流动相组合，发现两种硅胶固定相（InfinityLab Poroshell 120 HILIC 和 ZORBAX Rx-SIL）分别与含 1% 水（作为改性剂）的甲醇组合，以及纯甲醇与 ZORBAX Rx-SIL 的组合，在测试分析物的分离中是最适合的三种测试相组合。方法筛选向导软件以高度自动化的方式实现了多种固定相和流动相组合的筛选，大大缩短了创建筛选步骤所需的时间。该软件还提供了筛选与优化分离温度、流动相组成和梯度曲线的选项，由此确定了 SFC 中最重要的分离影响参数，从而实现快速全面的方法开发。

## 致谢

感谢安捷伦科技公司出借 SFC 系统，以及安捷伦科技有限公司 2016 年提供的研究项目资助。感谢 Andreas Borowiak、Thorsten Gebhardt、Patric Hörth、Uwe Kistler 和 Tom van de Goor 提供的持续支持以及随时随地的帮助。感谢 Sylvia Große、Felix List 和 Wolfgang Schröder 做出的贡献。

## 参考文献

1. Bieber, S.; *et al.* RRLC-HILIC and SFC with Mass Spectrometry: Polarity Extended Organic Molecule Screening in Environmental (Water) Samples. *Analytical Chemistry* **2017**, *89*(15), 7907-7914
2. Agilent 1260 Infinity SFC 系统的色谱柱和流动相选择策略, 安捷伦科技公司应用简报, 出版号 5990-7147CHCN
3. Supercritical Fluid Chromatography with Flexible Injection Volumes at Highest Precision – Performance Evaluation of the Agilent 1260 Infinity II SFC Multisampler in the Agilent Infinity II Analytical SFC Solution (在极高精度下具有灵活进样体积的超临界流体色谱 — 在 Agilent Infinity II 分析型 SFC 解决方案中对 Agilent 1260 Infinity II SFC Multisampler 进行性能评估), 安捷伦科技公司技术概述, 出版号 5991-7623EN
4. Agilent 1260 Infinity 分析型 SFC 系统与 Agilent 6230 TOF LC/MS 联用系统的喷射流 ESI 参数优化, 安捷伦科技公司技术概述, 出版号 5991-4510CHCN

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。

© 安捷伦科技 (中国) 有限公司, 2018  
2018 年 10 月 5 日, 中国出版  
5994-0251ZHCN