

# 使用 i-PDeA 功能定量分析呋喃丹中的杂质

LC-117

**摘要：**在高效液相色谱数据分析方法中，i-PDeA (intelligent Peak Deconvolution Analysis, 智能峰解卷积分析) 是一种全新的数据处理技术。通过利用谱图的差异提取出单一峰，不但可以清晰检测到隐藏在主成分色谱峰中或者与主成分未完全分离的杂质峰，而且还可以对杂质实现定量分析。本文介绍了使用岛津 LC-20A 高效液相色谱系统 (配置二极管阵列检测器)，应用 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能定量分析呋喃丹中的杂质噻苯咪唑的方法。本方法具有简便、快速、准确的特点。

**关键词：**i-PDeA 呋喃丹 噻苯咪唑 杂质

随着高效液相色谱在生化、医药、环境等领域中的广泛应用，多组分化合物分离度的优化不但是重点，还是难点。在传统的药品杂质分析中，如果要实现主成分和杂质的分离，往往会选择合适的流动相和色谱柱，使用梯度洗脱来优化分离条件。然而，每一种化合物都有各自的光谱特性，可以使用二极管阵列检测器 (PDA) 确定不纯物的存在。独特的 i-PDeA (智能峰解卷积分析) 软件可以通过使用基于光谱特性的峰解卷积算法实现更好的定量共洗脱峰。对于未分离的色谱峰，如果应用 i-PDeA 功能，则可利用谱图的差异提取出单一峰，免去了未分离峰波形处理的烦恼。

本文介绍了使用岛津 LC-20A 高效液相色谱系统 (配置二极管阵列检测器)，应用 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能定量分析呋喃丹中的杂质噻苯咪唑的方法。该方法分析速度快，而且准确度高。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津高效液相色谱仪 LC-20A 系统。具体配置为 LC-20ADXR × 2 (输液泵)，DGU-20A5 (在线脱气机)，SIL-20ACXR (自动进样器)，CTO-20AC (柱温箱)，SPD-M20A (二极管阵列检测器)，CBM-20A (系统控制器) 和 LabSolutions Ver.5.50 (色谱工作站)

### 1.2 色谱条件

流动相：甲醇 / 水溶液 (71/29, v/v)

流速：1.0 mL/min

色谱柱：Shim-pack VP-ODS, 4.6 mm i.d.  
× 150 mm L., 5 μm

进样体积：10 μL

柱温：40°C

洗脱方式：等度洗脱

### 1.3 样品制备

准确称取适量呋喃丹和噻苯咪唑，分别加入甲醇溶剂，配制成 1000 mg/L 的呋喃丹和噻苯咪唑储备液，于 4°C 条件下保存。再用甲醇稀释成主成分呋喃丹浓度 100 mg/L，杂质成分噻苯咪唑分别为 2 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 和 40 mg/L 不同浓度的混合标准工作液。

## 结果与讨论

### 2.1 包含未完全分离杂质的主成分色谱图

按照 1.2 的分析条件，主成分呋喃丹峰和杂质噻苯咪唑峰没有获得很好的分离，如图 1 所示。如果对杂质噻苯咪唑峰进行积分并定量，所得结果可能会有较大的偏差。

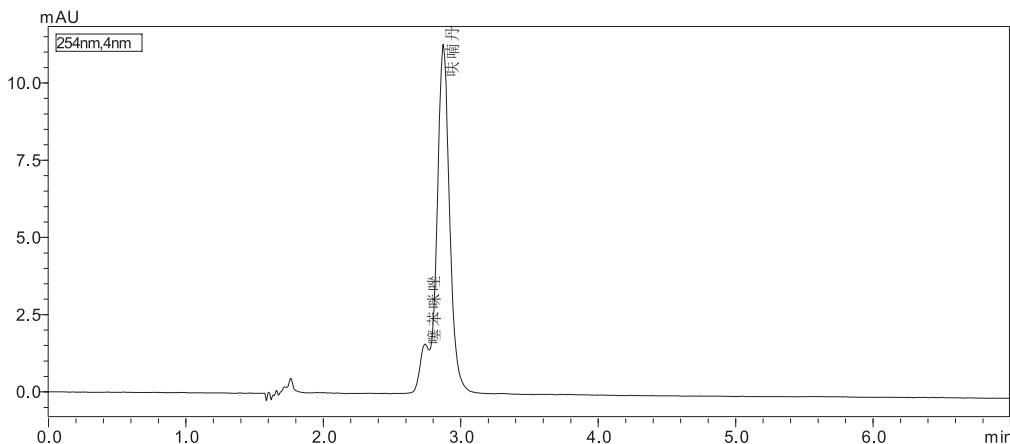


图1 包含未完全分离杂质的呋喃丹色谱图 (主成分浓度100 mg/L)

## 2.2 主成分光谱导出波长的确定

查看 LabSolutions 软件再解析窗口的光谱视图可以得到主成分呋喃丹和杂质噻苯咪唑的 UV 光谱信息，见图 2。使用 i-PDeA 功能需要确定主成分呋喃丹的光谱导数波长，根据呋喃丹的 UV 光谱信息，由 LabSolutions 软件可以很容易检测出 UV 光谱一阶导数值为零的波长位置，如图 3 所示。

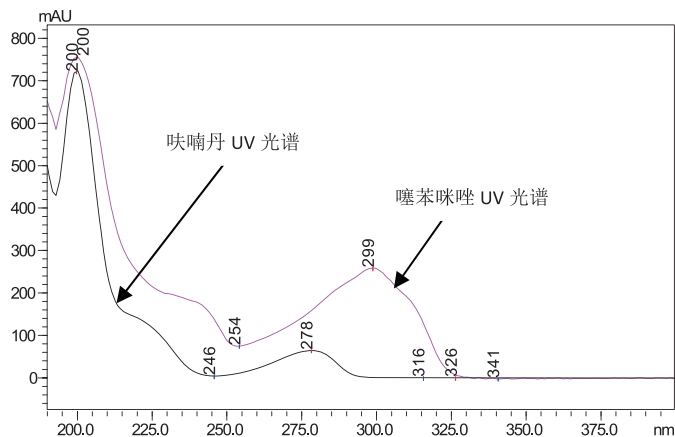


图2 呋喃丹和杂质噻苯咪唑的UV光谱信息

从一阶导数值为零的波长列表中，选择 277.82 nm 作为主成分呋喃丹的光谱导数波长。在 LabSolutions 软件再解析窗口的多色谱图表中，选择导数，并设置主成分呋喃丹的光谱导数波长，见图 4。

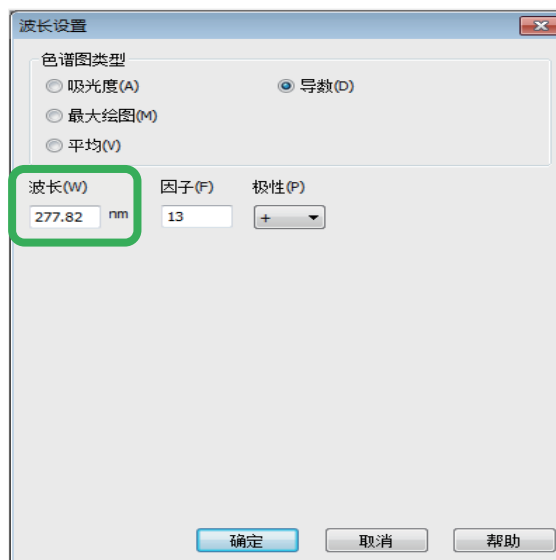


图4 呋喃丹光谱导数波长的设置

波数	光谱#1 导数值
199.97	0
246.23	0
277.82	0

图3 呋喃丹UV光谱一阶导数零点检测

## 2.3 移除主成分后的杂质色谱图

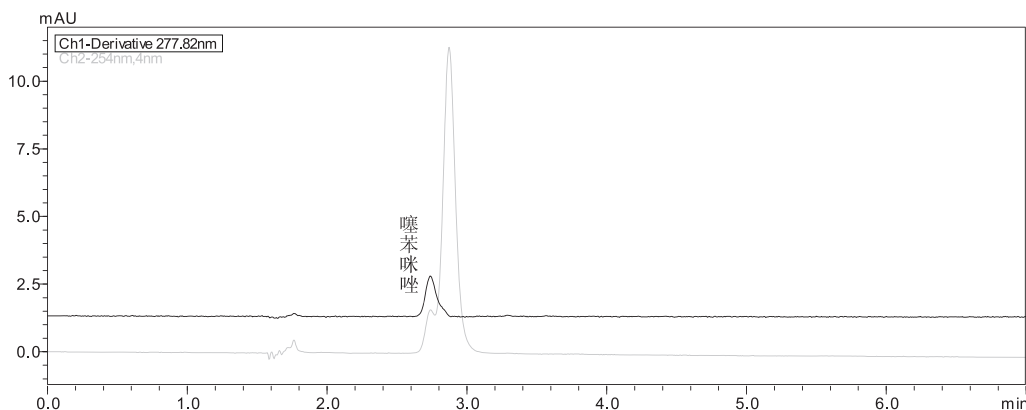


图5 移除主成分呋喃丹后的噻苯咪唑色谱图

## 2.4 移除主成分后的杂质定量曲线

0.2 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 和 40 mg/L 不同浓度杂质含量的标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，应用 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 6 所示；所得校准曲线线性关系良好，线性方程为  $Y = (72404.6)X + (-1337.77)$ ；相关系数  $R=0.9999$ 。

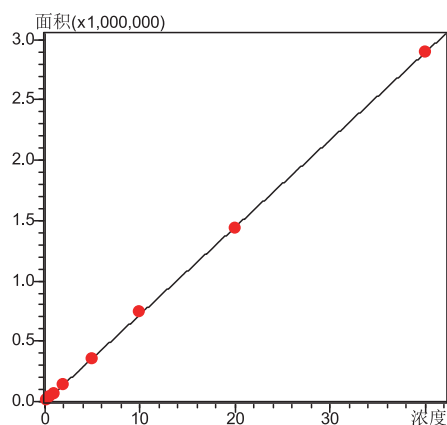


图6 噻苯咪唑的校准曲线

### 2.5 准确度实验

向呋喃丹中添加相当于 1 mg/L 和 6 mg/L 浓度的噻苯咪唑，按 1.2 中的分析条件进行测定，使用 i-PDeA 功能做噻苯咪唑的定量分析，结果如表 1 所示。

杂质	添加量 (mg/L)	实测值 (mg/L)	准确度 (%)
噻苯咪唑	1.00	1.04	104
	6.00	5.92	98.7

### ■ 结论

使用 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能定量分析了呋喃丹中的杂质噻苯咪唑。结果表明，所得杂质噻苯咪唑校准曲线线性范围宽，且相关系数在 0.9999 以上；定量准确度良好。该方法分析速度快，操作简便，而且准确度高，适用于医药品或合成化合物中杂质的定量分析。