

i-PDeA 功能对未完全分离的咖啡因和灭多威组分的定量分析研究

LC-120

摘要： 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。对于未能完全分离的峰, i-PDeA 功能可以利用给定波长下吸光度斜率的显著差异, 将未分离的峰作为单一的峰抽出。利用此功能可对未分离组分或被主峰掩盖组分进行定性分析, 同时还可对未完全分离的目标组分进行准确的定量分析。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 功能定量分析未完全分离组分的方法。本方法具有简便、快速、准确的特点。

关键词： i-PDeA 咖啡因 灭多威

多个组分同时分析, 在高效液相色谱法的应用中是十分普遍的, 在对多个组分进行定性定量分析研究时, 对分离度提出了要求。传统的方法中认为两个相邻的峰分离度未达到 1.5 以上, 不能准确的进行定量分析, 因此检测人员需要花大量的时间和精力去选择合适的流动相、色谱柱和梯度洗脱条件等对分析方法进行优化。为了解决这一难题, 岛津推出了全新的 i-PDeA 数据处理技术。i-PDeA 技术基于导数光谱法, 导数光谱法具有加强光谱的精细结构和对复杂光谱辨析能力的特点, 是解决光谱干扰的一种技术。使用二极管阵列检测器结合 i-PDeA 数据处理功能, 对未能完全分离的色谱峰, 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 软件中 i-PDeA 功能对未能与咖啡因完全分离的灭多威组分进行定量分析的方法。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.5.54 SP3 (色谱工作站)

1.2 色谱条件

流动相: 甲醇 / 水 (40/60, 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

准确称取适量咖啡因和灭多威, 分别加入甲醇溶剂, 配制成 1000 mg/L 的咖啡因和灭多威储备液, 于 4°C 条件下保存。再用甲醇稀释咖啡因至浓度 200 mg/L, 灭多威浓度分别为 5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 和 100 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 中的分析条件进行检测, 咖啡因和灭多威的峰未达到基线分离要求, 如图 1 所示。如果此时对灭多威峰进行积分并定量, 结果会有明显误差。

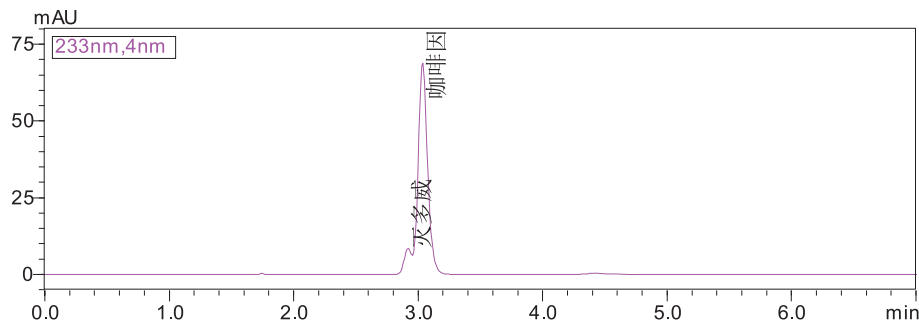


图1 未完全分离的灭多威和咖啡因色谱图

(灭多威浓度 5 mg/L, 咖啡因浓度 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咖啡因和的灭多威的 UV 光谱信息，见图 2。使用 i-PDeA 功能需要确定咖啡因的光谱导数波长，根据咖啡因的 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

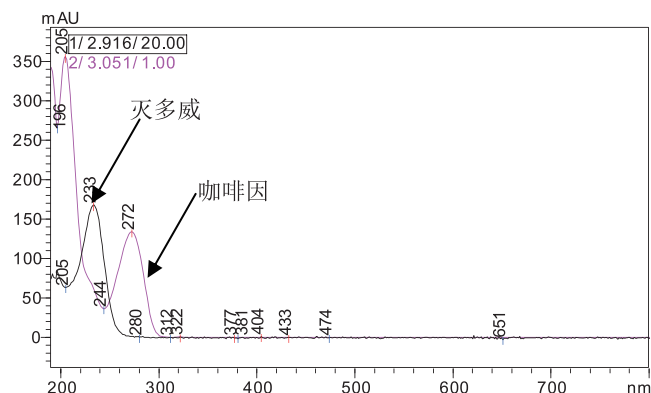


图2 咖啡因和灭多威的UV光谱信息

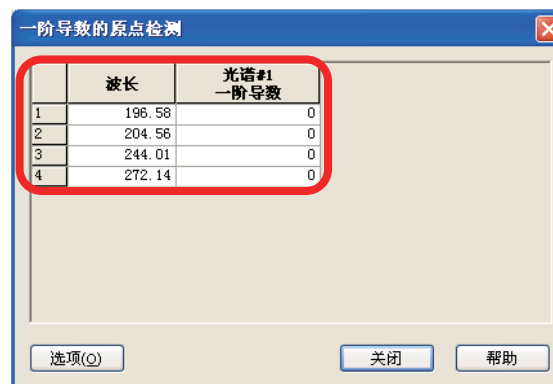


图3 咖啡因UV光谱一阶检测

从一阶导数值为零的波长列表中，选择 244 nm 作为咖啡因的光谱导数波长（虽然在 272 nm 处咖啡因有最大吸收，但灭多威在这个波长下没有吸收，故不选择 272 nm 作为咖啡因的光谱导数波长），用于灭多威的检测，滤除来自咖啡因的光谱干扰。在 LabSolutions 软件再解析窗口的多色谱图表中，选择导数，并设置咖啡因的光谱导数波长，见图 4。



图4 咖啡因光谱导数波长的设置

2.3 i-PDeA 功能处理后的色谱图

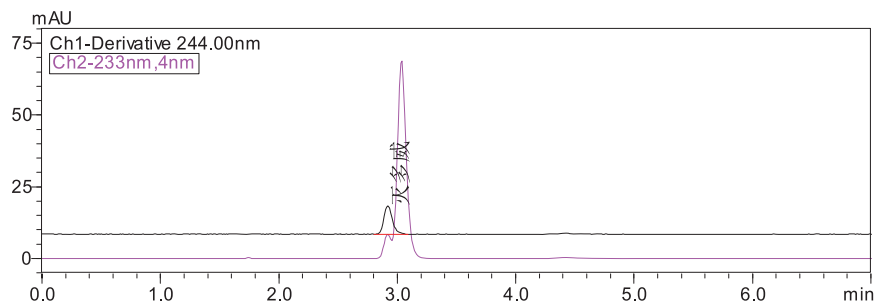


图5 滤除咖啡因后的灭多威色谱图和原色谱图比较

2.4 滤除咖啡因后的灭多威定量曲线制作

含 5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 和 100 mg/L 不同浓度灭多威的标准工作液按 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 $Y = (9504.81)X + (-13927.3)$ ；相关系数 $R=0.9994$ 。

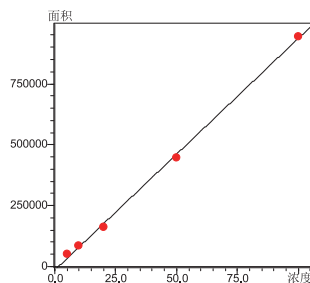


图6 灭多威的校准曲线

2.5 准确度实验

向 200 mg/L 的咖啡因溶液中添加相当于 6.5 mg/L 和 10 mg/L 浓度的灭多威，按 1.2 中的分析条件进行测定，使用 i-PDeA 功能做灭多威的定量分析，结果如表 1 所示。

表1 灭多威分析准确度结果

| 化合物 | 添加量 (mg/L) | 实测值 (mg/L) | 准确度 (%) |
|-----|------------|------------|---------|
| 灭多威 | 6.50 | 6.65 | 102.31 |
| | 10.00 | 10.22 | 102.20 |

结论

使用 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能定量分析了未能达到基线分离的灭多威。结果表明，所得校准曲线线性范围宽，且相关系数在 0.999 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，适用于未能完全分离组分的定量分析。