

SPD-M30A 结合 i-PDeA 功能定量分析未完全分离的噻苯咪唑和呋喃丹组分

LC-123

摘要：岛津 SPD-M30A 二极管阵列检测器具有世界领先水平的灵敏度和光谱分辨率，卓越的分离性能，支持超快速分析，并具备使未分离色谱峰实现完全分离的 i-PDeA (intelligence Peak Deconvolution Analysis, 智能峰解卷积分析) 功能。本文介绍了使用岛津 LC-30A 高效液相色谱系统 (配置 SPD-M30A 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：iSPD-M30A i-PDeA 噻苯咪唑 呋喃丹

在生化、医药、环境等领域中，使用高效液相色谱法进行多个组分的同时分析已经十分普遍。然而，在进行多个组分定性定量分析研究时，对分离度的优化却是一个难题。为了解决这一难题，岛津推出了全新的 i-PDeA 数据处理技术。独特的 i-PDeA 功能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。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。对于未分离的色谱峰，如果应用 i-PDeA 功能，则可免去未分离峰波形处理的烦恼。

本文介绍了使用岛津 LC-30A 高效液相色谱系统 (配置 SPD-M30A 二极管阵列检测器)，应用 LabSolutions 软件中 i-PDeA 功能对未能与呋喃丹完全分离的噻苯咪唑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-30A 系统。具体配置为 LC-30AD×2 (输液泵)，DGU-20A5 (在线脱气机)，SIL-30AC (自动进样器)，CTO-30A (柱温箱)，SPD-M30A (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 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 和 20 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，噻苯咪唑和呋喃丹的峰未达到基线分离要求，如图 1 所示。如果此时对噻苯咪唑峰进行积分并定量，结果会有明显误差。

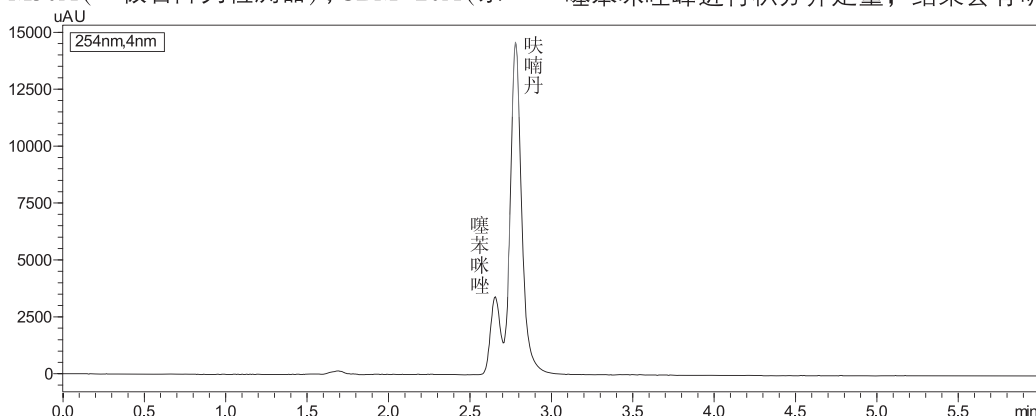


图1 未完全分离的噻苯咪唑和呋喃丹色谱图

(噻苯咪唑浓度 2 mg/L, 呋喃丹浓度 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未分离组分噻苯咪唑的 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。

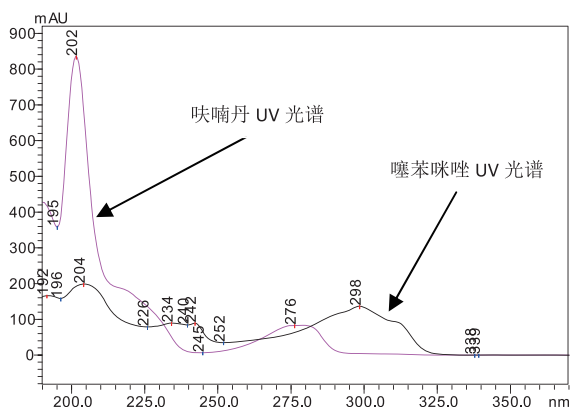


图2 呋喃丹和杂质噻苯咪唑的UV光谱信息

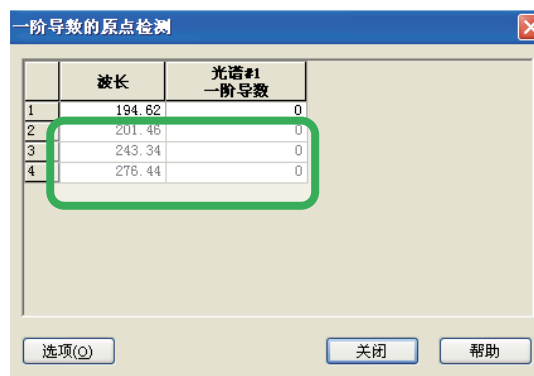


图3 呋喃丹UV光谱一阶导数零点检测

从一阶导数值为零的波长列表中，选择 276.44 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

2.3 i-PDeA 功能处理后的色谱图

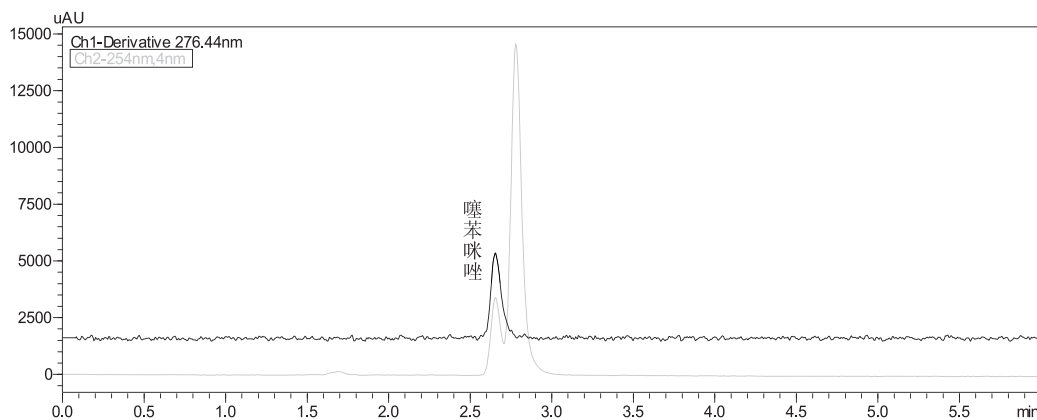


图5 滤除主成分呋喃丹后的噻苯咪唑色谱图和原色谱图图比较

2.4 滤除主成分吠喃丹后的噻苯咪唑定量曲线制作

含 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 和 20 mg/L 不同浓度噻苯咪唑的标准工作液按 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 $Y = (65235.6)X + (3636.64)$ ；相关系数 $R=0.9993$ 。

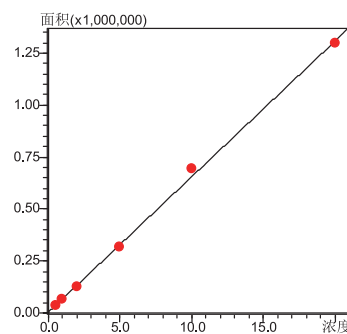


图6 噻苯咪唑的校准曲线

2.5 准确度实验

向吠喃丹中添加相当于 1.5 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	1.50	1.40	93.3
	6.00	5.81	96.8

2.6 数据比较

比较使用 SPD-M20A 检测器主成分吠喃丹和杂质成分噻苯咪唑 (0.2 mg/L)，使用 SPD-M30A 检测器采集到的数据灵敏度高，且使用 i-PDeA 功能滤除主成分吠喃丹后的噻苯咪唑色谱峰明显优于使用 SPD-M20A 检测器采集到的数据。两种检测器比较图谱见图 7。

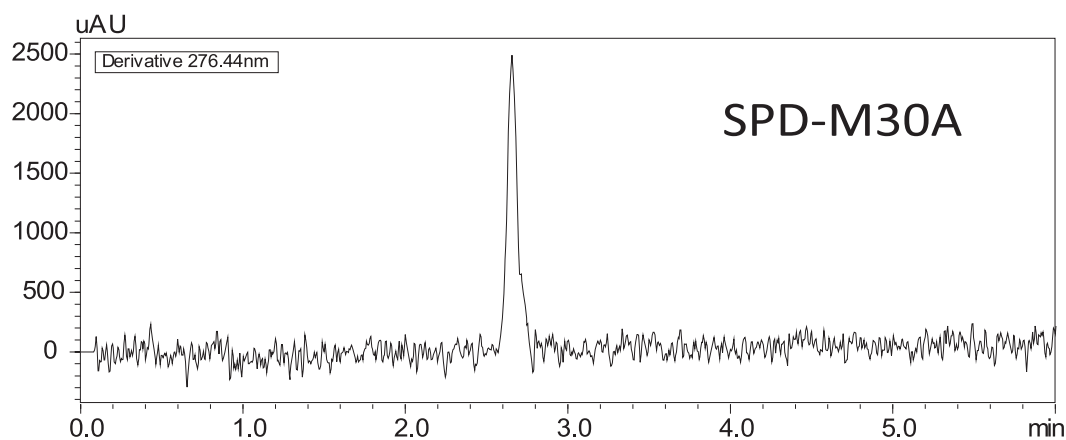
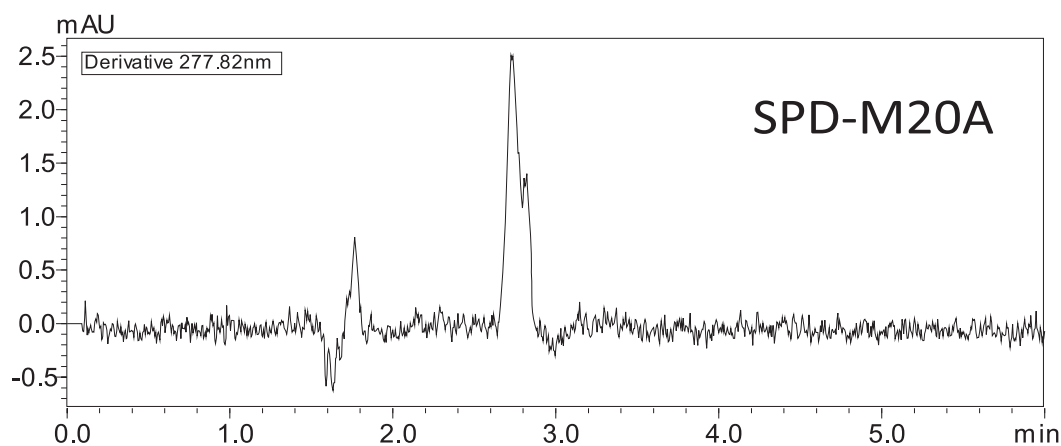


图7 两种检测器图谱比较

表2 SPD-M30A和SPD-M20A数据分析结果比较

	SPD-M30A	SPD-M20A
灵敏度	++++	+++
线性范围	++++	+++
分辨率	++++	+++
降低噪音	++++	+++
质控样准确度	++++	++++
	95.1% *	101.4% *

* 噻苯咪唑定量分析结果

■ 结论

使用岛津 LC-30A 系统（配置 SPD-M30A 二极管阵列检测器），结合 LabSolutions 软件 i-PDeA 功能定量分析了与主成分咪喃丹未完全分离的噻苯咪唑。结果表明，导数光谱法所得校准曲线线性范围宽，且相关系数为 0.9993；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，适用于未完全分离组分的定量分析。