利用响应面技术优化 UPC^2 分离条件

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

李金蓉，李敏，夏兵，周燕
中国成都中国科学院成都生物研究所，邮编：610041

简介

由于受到多种可变因素的影响，对 UPC$^{2®}$ 色谱条件的优化十分困难。为了开发合适的方法，采用了一种积极且具有更高响应的统计学方法分析绢毛蔷薇叶片中的三萜类化合物，该方法利用响应面方法（RSM）对 UPC^2 分离条件进行优化。

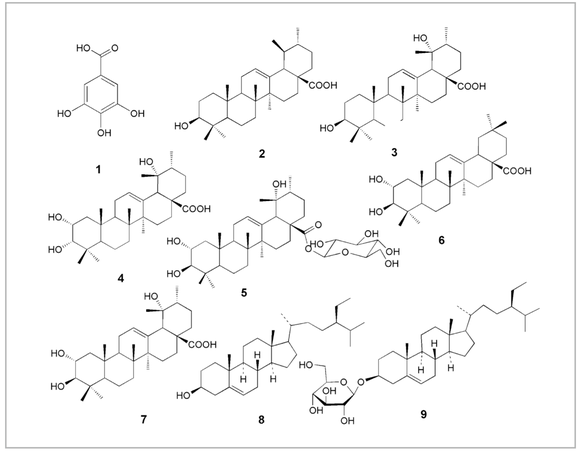
仪器

配有 ELSD 检测器的沃特世（Waters®） ACQUITY UPC$^{2™}$ 系统。此系统由 Masslynx® 4.1 控制。

色谱条件

流动相 A： CO_2
流动相 B： 甲醇 / 甲醇 +FA/TFA
流速： 1 mL/min
色谱柱： ACQUITY UPC^2 BEH 2-EP（3.0×100 mm，1.7 µm）
ACQUITY UPC^2 BEH（3.0×100 mm，1.7 µm）
ACQUITY UPC^2 HSS C_{18} SB（3.0×100 mm，1.8 µm）
背压： 1800 psi
柱温： 30 ˚C
进样体积： 2 µL

样品



标准品：没食子酸（1），熊果酸（2），19α-OH熊果酸（3），野鸦椿酸（4），野蔷薇苷（5），山楂酸（6），2α，3β，19α-OH熊果酸（7），β-谷固醇（8），胡萝卜苷（9）
草本提取物：绢毛蔷薇叶片的甲醇提取物

实验

利用 Box-Behnken 设计（BBD）进行优化，并使用 Derringer 功效函数描述多指标响应变量。在 8 小时内进行 46 次实验后得到了优化条件。

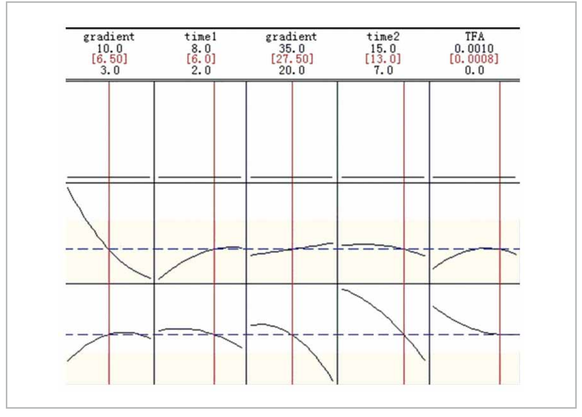


图1. 独立因素对于多指标功效和优化条件的主效应图。

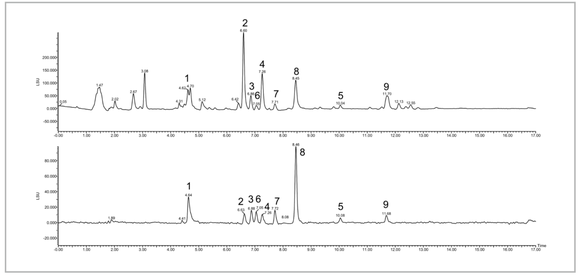


图2. 绢毛蔷薇叶片提取物在优化条件下的色谱图（A）；在优化条件下分析9种参比化合物的色谱图（B）；没食子酸（1），熊果酸（2），19α-OH熊果酸（3），野鸦椿酸（4），野蔷薇苷（5），山楂酸（6），2α，3β，19α-OH熊果酸（7），β-谷固醇（8），胡萝卜苷（9）。

结论

为了快速分离绢毛蔷薇叶片的复杂粗提取物，利用响应面技术开发了一种快速优化超高性能超临界流体色谱梯度的方法。通过 Box-Behnken 设计（BBD）进行优化，并使用 Derringer 功效函数描述多指标响应变量。基于因子设计实验，选择了五个因子进行 BoxB-Behnken 设计以优化 UPC^2 条件，并在 8 小时内进行了 46 次实验。这种新开发的 UPC^2-ELSD 方法被证实在分析传统中药的复杂草本提取物时快速且灵敏。

此研究发表于《分离科学杂志》（Journal of separation science）（DOI:10.1002/jssc. 201300289）。

如需下载此海报，请访问*WWW.WATERS.COM/POSTERS*

©2013 Waters Corporation