

采用 Cary 8454 和 Cary 60 紫外-可见分光光度计进行测定的比较



前言

方法开发和验证用于证明所有新仪器在现有仪器的操作范围和可接受标准内，能够提供相同的结果。将方法从一台仪器转移至另一台仪器时，验证要求取决于 GMP 指南，来确保结果的一致性和重现性。

本研究展示了在使用紫外-可见 ChemStation 软件的 Cary 8454 紫外-可见分光光度计与使用 Cary WinUV 软件的 Cary 60 紫外-可见分光光度计之间的方法转移。同时通过对比证明了两种分光光度计系统结果的准确性和重现性。方法的任何其他验证要求均需要满足法规指南和可接受标准。

实验部分

设备

- Cary 8454 紫外-可见分光光度计
- 紫外-可见 ChemStation 软件
- Cary 60 紫外-可见分光光度计
- Cary WinUV 软件

试剂

- 空白溶液： 0.00 mg/L 高氯酸空白
- 标准溶液： 40 mg/L、 80 mg/L 和 120 mg/L 重铬酸钾
- 样品溶液： 约 75 mg/L 重铬酸钾

第 1 部分：确定分析波长

使用 40 mg/L 的重铬酸钾样品确定合适的波长，并使用 Cary 8454 和 Cary 60 紫外-可见分光光度计在该波长下生成校准曲线。

仪器参数：Cary 8454

- ChemStation 软件： 标准模式，光谱/峰任务
- 波长显示： 200–800 nm
- 积分时间： 0.5 秒
- 峰/峰谷查找： 查找并标注最多两个峰

仪器参数：Cary 60

- WinUV 软件： “扫描” 应用程序
- 波长显示： 200–800 nm
- 扫描速度： 高级设置：数据间隔 3 nm
- 基线： 所选校正
- 峰信息： 峰阈值 0.010，X 标注（图 1）

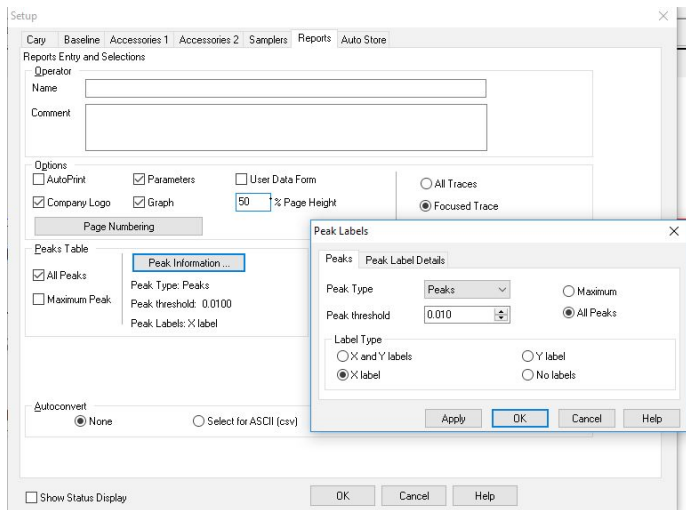


图 1. 在 Cary WinUV 设置菜单中设置峰标注

方法

开启 Cary 8454 紫外-可见分光光度计，将灯预热一小时。在预热过程中，打开紫外-可见 ChemStation 软件，选择“标准模式”进行分析并输入参数。预热后，使用高氯酸空白进行空白读数。使用 40 mg/L 高氯酸溶液采集单个光谱，从而确定分析波长。

Cary 60 紫外-可见分光光度计不需要预热。打开 Cary WinUV 软件，选择“扫描”应用程序并输入参数。使用高氯酸空白进行基线采集，然后采集 40 mg/L 重铬酸钾溶液的扫描结果。

结果

在 Cary 8454 紫外-可见分光光度计和 Cary 60 分光光度计上采集的重铬酸钾谱图具有高度重现性，且在 257 nm 和 350 nm 处鉴定出了相同的峰（图 2a 和 2b）。

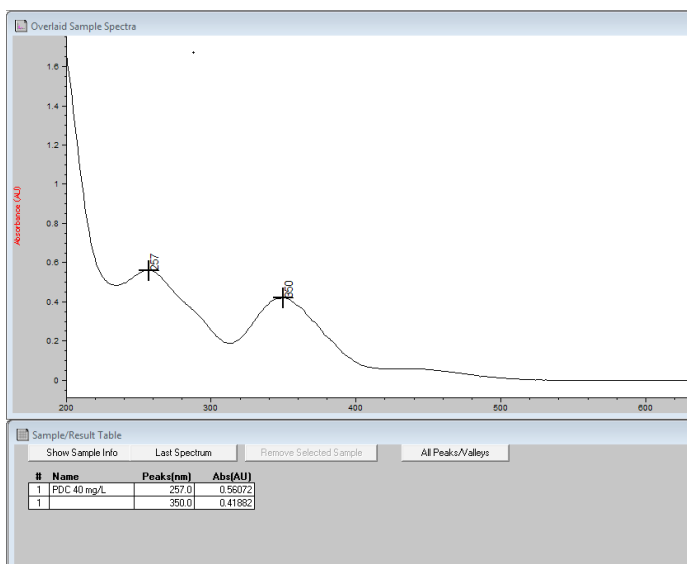


图 2a. 展示重铬酸钾光谱的紫外-可见 ChemStation 软件，图中在 257 nm 和 350 nm 处鉴定出两个峰。采集自 Cary 8454 紫外-可见分光光度计

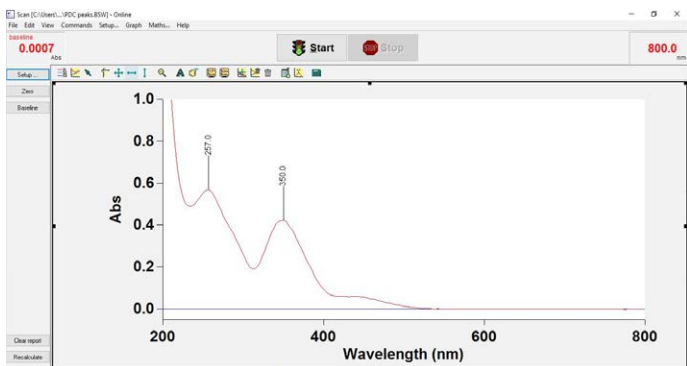


图 2b. 展示重铬酸钾光谱的 Cary WinUV 软件，图中在 257 nm 和 350 nm 处鉴定出两个峰。采集自 Cary 60 分光光度计

第 2 部分：确定未知样品浓度

在 Cary 8454 紫外-可见分光光度计和 Cary 60 中使用三种重铬酸钾标准溶液生成校准曲线。选择的分析波长为 350 nm。

仪器参数：Cary 8454 (图 3)

- ChemStation 软件：标准模式，定量分析任务
- 波长：350 nm
- 背景校正：无
- 校准曲线类型：线性
- 重量：单位为 mg/L
- 与体积校正
- 提示：用于标准品和样品信息

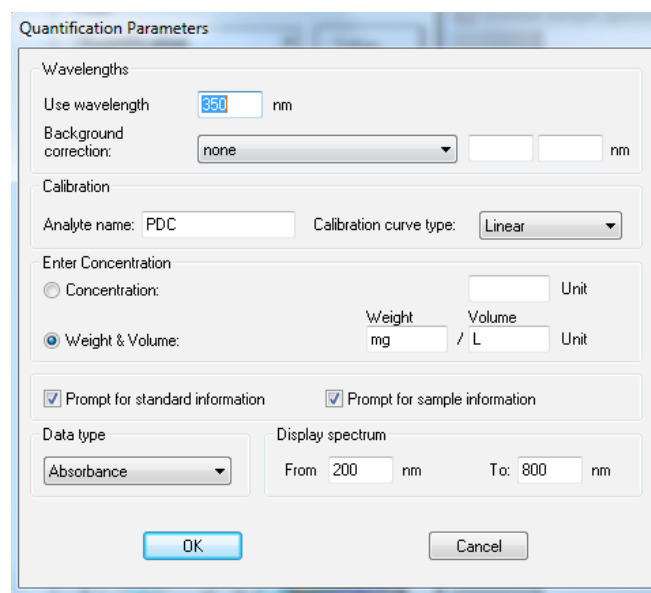


图 3. 紫外-可见 ChemStation 标准模式定量分析任务中的方法参数

仪器参数：Cary 60（图 4）

- WinUV 软件：“浓度”应用程序
- 波长：350 nm
- 标准品设置：单位为 mg/L，3 种标准品，线性拟合
- 重复次数：2 次

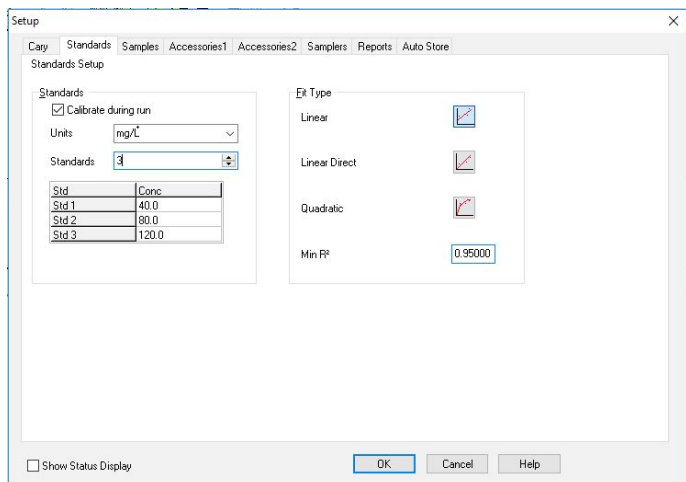


图 4. Cary WinUV “浓度”应用程序设置菜单中的方法参数

方法

在两种仪器中均使用高氯酸空白进行空白读数。对 40 mg/L、80 mg/L 和 120 mg/L 高氯酸溶液进行单次测定，生成校准曲线。然后对未知样品进行测定。

结果

根据生成的一条校准曲线，使用 Cary 8454 紫外-可见分光光度计测定的未知重铬酸钾溶液的浓度为 77.5 mg/L（图 5），使用 Cary 60 测定的浓度为 77.4 mg/L（图 6），表明两种系统能够获得相当的结果。

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 7 月 16 日，中国出版
5994-0072ZHCN

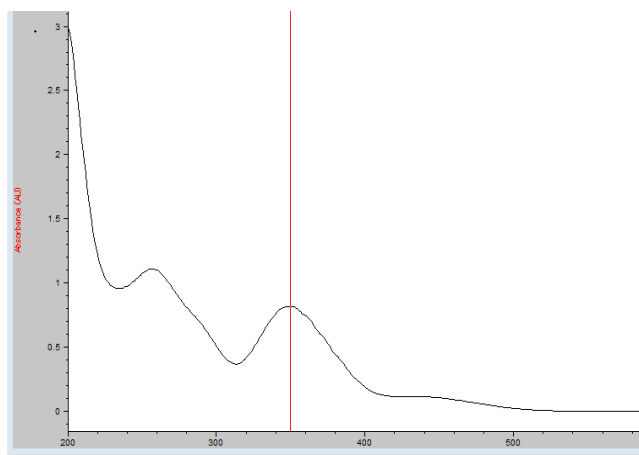


图 5. 展示样品/结果表的紫外-可见 ChemStation 软件，其中未知重铬酸钾样品浓度为 77.5 mg/L

Analysis					
Collection time	7/3/2018 9:14:34 PM				
Sample	Concentration F mg/L	Mean	SD	%RSD	Readings
Sample 1					0.8225
					0.8226
	77.4	0.8225	0.00007	0.00860	

图 6. Cary WinUV 软件浓度应用程序分析报告，展示重铬酸钾未知样品（样品 1）的浓度为 77.4 mg/L

结论

Cary 8454 紫外-可见分光光度计和 Cary 60 系统均分析快速且简单易用。如本研究所示，两种系统均有可轻松进行方法开发的软件，能够实现常规紫外-可见方法的快速设置。

从 Cary 8454 紫外-可见分光光度计到 Cary 60 紫外-可见分光光度计的两种方法的转移结果证明，可实现重现性峰采集以及准确的标准品和样品测定。

本研究分析结果表明，Cary 60 紫外-可见分光光度计（也支持可选的 21 CFR Part 11 软件工具）的卓越性能，可确保法规监管实验室在使用 Cary 60 执行之前为 8453 或 8454 仪器开发的方法时充满信心。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

