

Химия под знаком «Сигма»: исследования, инновации, технологии [Текст]: Всероссийская научная молодежная школа-конференция / СО РАСХН; Ин-т проблем переработки углеводородов СО РАН; Ин-т катализа им. Г.К. Борескова СО РАН; Совет науч. молодежи ИППУ СО РАН; Совет науч. молодежи ИК СО РАН; Совет науч. молодежи СО РАН. – Омск, 2008. – С. 249–251.

□ ПРИМЕНЕНИЕ РЕГРЕССИОННЫХ МЕТОДОВ В СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМ АНАЛИЗЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СМЕСЕЙ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Шелпакова А.С., Корягина А.Ю., Масякова Е.Н.

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского

644077, Омск, пр. Мира, 55а

E-mail: vlasova@univer.omsk.su

Основной недостаток спектрофотометрических методов — низкая селективность, связанная с наложением спектров поглощения и как следствие — увеличение погрешности увеличением числа компонентов. Для повышения точности анализа используют различные регрессионные методы. В работе сделан сравнительный анализ различных подходов к решению задачи одновременного спектрофотометрического определения компонентов в смесях, содержащих от 3 до 5-6 искоемых компонентов с переурывающимися спектрами.

Спектры смесей снимали на спектрофотометре СФ-2000 в кварцевых кюветах толщиной 1 см с шагом 0,2 нм в диапазоне 220-300 нм. В качестве модельных 2-3-компонентных смесей использованы смеси лекарственных веществ, а 4-6-компонентных — смеси водорастворимых витаминов группы В. Качественный состав смесей и их соотношения идентичны некоторым лекарственным препаратам и витаминным добавкам к кормам

птиц — премиксам. Анализ смесей вели методом множественной регрессии (МР) и методом многомерной калибровки — проекции на латентные структуры (ПЛС).

Для нахождения концентраций компонентов методом множественной регрессии предварительно были вычислены коэффициенты поглощения индивидуальных соединений. Для построения многомерной градуировки были сняты спектры каждой смеси с изменением номинального состава компонентов на $\pm 20\%$.

Как показали полученные результаты, метод МР позволяет определять все компоненты в трехкомпонентной смеси, содержащей кофеин, парацетамол и ацетилсалициловую кислоту в соотношении 1:5:5 с погрешностью не более 8% отн. В качестве аналитического выбран спектральный диапазон 263-300 нм. Этот диапазон можно использовать и для определения данных веществ в таблетированных лекарственных препаратах «Аскофен».

При увеличении числа компонентов в смеси метод МР с использованием одного спектрального диапазона дает неудовлетворительные результаты — погрешности возрастают до нескольких десятков процентов. Поэтому при анализе 4-6-компонентных смесей витаминов для каждого компонента был подобран свой, оптимальный спектральный диапазон, который, как правило, соответствовал максимумам поглощения. Это позволило снизить погрешности определения компонентов до 2-5% отн. в случае 4-х и 5-компонентных смесей. Что касается 6-компонентной смеси, то даже после оптимизации не удалось точно определить витамины В₁ и В₃.

Наиболее перспективным для анализа смесей сложного состава оказался метод ПЛС. Метод ПЛС можно применять и в том случае, если отмечена мультиколлинеарность, т.е. наличие внутренних, скрытых связей между переменными, приводящих к множественным корреляциям, а также, если присутствуют погрешности при измерении оптической плотности и при приготовлении растворов.

Вначале были приготовлены и сняты спектры смесей с переменным содержанием компонентов. Например, для 6-компонентной смеси витаминов сняты спектры 20 смесей. Затем из полученного массива данных формировали два набора. Первый набор, называемый обучающим, используется для построения модели многомерной градуировки. Второй набор, называемый проверочным, служит только для её проверки. После этого построенная градуировка используется для анализа модельных смесей.

Таким образом, были построены градуировки для 3, 4, 5 и 6-компонентных смесей. В качестве примера в таблице 1 приведены результаты, полученные методами МР и ПЛС для трех- и шестикомпонентных модельных смесей. Затем построенные многомерные градуировки были применены к анализу реальных препаратов — таблеток «Аскофен» и премиксов. Полученные результаты свидетельствуют об адекватности построенных градуировок и пригодности их для использования в анализе реальных объектов.

Таблица 1

**Результаты анализа модельных смесей и реальных препаратов методами МР и ПЛС
(n=3, R=0,95)**

Модельные смеси

"Аскофен-П"

Компонент

C, мкг/мл

МР

ПЛС

MP

ПЛС

Номинал. масса, г/т

δC, %

W %

δC, %

W %

Аск

1,2

1,4

2,4

[-0,8

[0,8

[0,214 ± 0,004

[0,200 ± 0,002

[0,200

[K

[2,0

[-4,7

[0,8

[-1,4

[0,3

[0,038 ± 0,002

0,040 ± 0,002

0,040

0

0,0

2,1

1,5

1,2

1,4

0,229 ± 0,003

0,200 ± 0,003

0,200

Модельные смеси

Префикс

Компонент

C, мкг/мл

MP

PLS

PLS

Номинал. масса, г/г

δC , %

W %

δC , %

$W \%$

B_2

2,6

4,9

1,0

1,1

0,7

$2206,2 \pm 394,6$

2400,0

B_5

14,0

2,7

1,2

0,2

0,1

14710,6 ± 2632,2

16000,0

B₆

1,8

-5,0

4,7

-0,8

0,6

1103,1 ± 198,4

1200,0

K₃

0,9

5,4

2,1

-1,0

1,3

735,6 ± 131,8

800,0

B_1

1,1

-33,5

3,0

-1,2

0,6

$735,6 \pm 131,8$

800,0

B_3

4,4

-40,5

9,8

0,6

0,3

3678,1 ± 657,6

4000,0