

# 采用Agilent RRHD Eclipse PAH色谱柱 分析18种PAH化合物的快速方法开发

## 应用报告

环境

### 作者

Anne E. Mack  
Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Road, Wilmington, DE  
19808  
USA

### 摘要

采用安捷伦 ZORBAX RRHD Eclipse PAH 色谱柱和Agilent 1290 Infinity UHPLC, 在 1200 bar压力范围内对18种PAH化合物进行快速梯度分离。乙腈/水作为梯度洗脱的流动相, 该典型流动相用于许多标准PAH分析, 如EPA 610和EPA 8330。通过计算不同条件下的分离度和峰容量来评估不同的梯度洗脱条件。



**Agilent Technologies**

## 引言

众所周知，多环芳香烃类物质（PAHs）具有致突变性和致癌性。PAHs是碳氢化合物（如煤、燃气、油和木头）不完全燃烧产生的，这些化合物随后进入周围环境，在土壤、水和空气中都可检测到。检测这些基质中有害的PAHs成为环境实验室的一项重要任务。

液相色谱技术的进步显著提高了样品分析通量，这对于许多环境实验室非常有利。安捷伦科技公司生产的1290 Infinity UHPLC和Agilent ZORBAX快速分离高分辨（RRHD）色谱柱耐压高达1200 bar。

近来，Agilent ZORBAX RRHD Eclipse PAH色谱柱已开始供货。该PAH色谱柱运用与先前的Eclipse PAH 色谱柱相同的化学键合相，但在高达1200 bar压力下依然稳定。这些柱子可很好地用于分离几何异构体，并且经过预期操作条件下的测试，优化了PAHs分析的重现性。此外，Eclipse PAH色谱柱为数众多的规格和粒径适合各种不同种类、规模的PAH分析。

## 实验部分

本实验采用Agilent 1290 Infinity UHPLC 和Agilent ZORBAX RRHD Eclipse PAH 2.1 x 100 mm, 1.8  $\mu\text{m}$  色谱柱（部件号 959758-918）。

流动相	A: 水 B: 乙腈
流速	0.84 mL/min
梯度	40–100% B 梯度时间( $t_g$ )从1~20min；100% B 保持2 min，再以40% B平衡色谱柱3 min。
样品	注入0.5 $\mu\text{L}$ 稀释的添加硫脲作为内标的安捷伦PAH混合物（部件号8500-6035）
柱温	25 $^{\circ}\text{C}$
二极管阵列检测器	Sig = 220, 4 nm; Ref = Off

版本B.03.01, B.02.00 和B.03.01的MassHunter工作站分别用于数据的采集、定性和定量分析。

对比了几种分离18种PAH化合物的梯度洗脱方法。两个参数用于评价梯度洗脱效率：分离度（公式1）和条件峰容量（公式2）。

分离度表示两个峰的分离程度。理想的基线分离需达到 $R_s=2$ 。最小分离度用于评价每个分析实验。

公式 1

$$R_s = 2(t_{R_j} - t_{R_i}) / (W_i + W_j)$$

此处： $t_{R_i}$  和  $t_{R_j}$  = 峰i和j的保留时间

$W_i$  和  $W_j$  = 峰i和j的基线峰宽

峰容量也用于评价每个分析实验，其定义是在一个梯度洗脱时间内，最多能从色谱柱洗出的理论上达到一定分离度的色谱峰个数。

公式 2

$$n_c = (t_{R_n} - t_{R_1}) / W$$

此处： $t_{R_n}$  = 最后一个洗脱峰的保留时间

$t_{R_1}$  = 第一个洗脱峰的保留时间

$W = 4 \sigma$  峰宽平均值 =  $4(W_{1/2} / 2.35)$

$W_{1/2}$  = 半峰宽平均值

## 结果与讨论

图1展示了分离18种PAH化合物的方法开发。对典型的乙腈/水梯度（40–100%  $\text{CH}_3\text{CN}$ ）进行筛选以快速得到适合的分析方法。通过条件峰容量和最小分离度对分析方法进行评价。由此我们可以看出，梯度洗脱时间越长，条件峰容量（ $n_c$ ）值越高。峰容量是在给定的梯度洗脱时间内，最多能从色谱柱洗出的理论上达到一定分离度的色谱峰个数。虽然对于梯度洗脱分析，条件峰容量是一个良好的评估参数，但它并不能成为唯一的评估参数，分离度也同样重要，尤其在采用UV方法如PAH分析时更重要。两个化合物的基线分离，通常分离度至少要达到2。仅有时间为5 min和10 min的梯度洗脱实现了最小分离度值大于2，5 min梯度洗脱的最小分离度值为2.12。虽然不同实验室对具体分析的要求不同，本实验采用5 min的梯度洗脱时间，即实现了总实验周期时间10 min的预期的PAH梯度洗脱分析（梯度洗脱+等度洗脱+再平衡时间）。

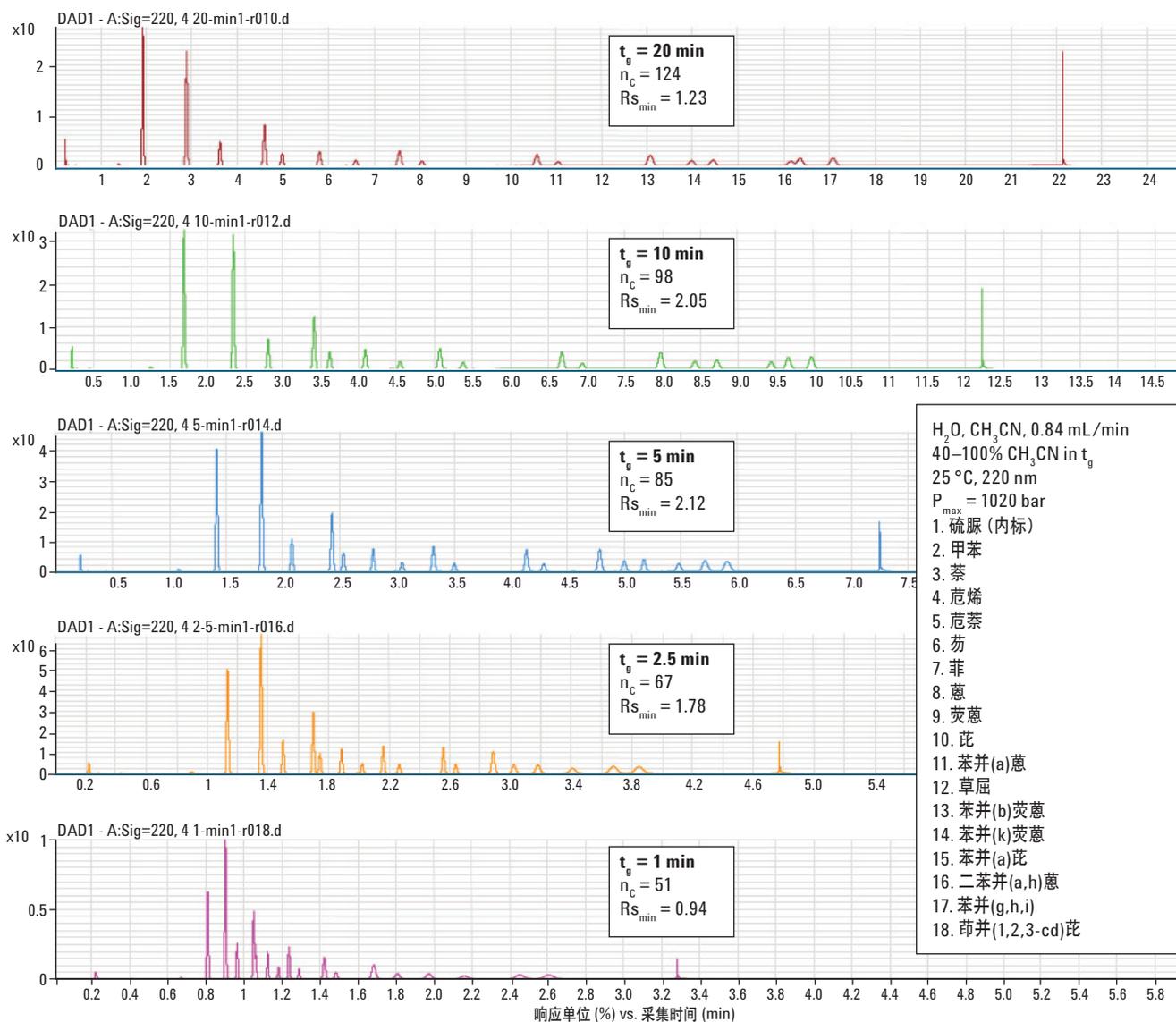


图1. 采用Agilent RRHD Eclipse PAH 2.1 x 100 mm, 1.8 μm色谱柱对18种化合物进行梯度洗脱的快速洗脱时间筛选, 详细参数见实验部分

## 结论

采用Agilent 1290 Infinity UHPLC及Agilent ZORBAX RRHD Eclipse PAH色谱柱, 在1200 bar压力下梯度洗脱时间进行了快速筛选。为了实现所有18种PAH化合物的基线分离(最小分离度为2), 必须选择5 min或10 min的梯度洗脱条件。类似的梯度洗脱, 如果在600 bar压力限度下采用亚2μm粒径填料色谱柱分析, 与现在接近最大可承受压力的1020 bar的分析相比, 至少需要两倍的的分析时间。在600 bar压力内可以考虑使用大粒径柱或短柱, 但在相同的高流速和梯度时间下运行, 分离度很可能会减小。

## 更多信息

这些数据代表了典型的结果。如需了解更多有关我们产品和服务的信息, 请访问我们的网站 [www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料中出现的错误，以及由于提供或使用本资料所造成的相关损失不承担责任。

本文中的信息、描述及技术规格如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2011

中国印刷

2011年6月28日

5990-8432CHCN



**Agilent Technologies**