



使用 Agilent Poroshell 120 EC-CN 和 EC-C18 色谱柱对爆炸物进行 EPA 8330A 方法分析

应用简报

环境

作者

Anne Mack
安捷伦科技公司

摘要

按照 EPA 方法 8330A，使用 HPLC/UV 对 14 种硝基芳香化合物和四硝基苯胺的化合物进行爆炸残留物痕量分析。与美国国家环境保护局 (EPA) 推荐的传统 5 μm 色谱柱相比，表面多孔 Agilent Poroshell 120 色谱柱可提高分析能力。该色谱柱使用了两种优良的固定相：Poroshell 120 EC-CN 和 Poroshell 120 EC-C18。正如 EPA 所推荐的，Poroshell 120 EC-CN 色谱柱与 Poroshell 120 EC-C18 色谱柱搭配使用时的正交选择性使其成为优良的确证柱。

前言

使用表面多孔颗粒填料的色谱柱来代替较大尺寸的 5 μm 全多孔颗粒填料的色谱柱具有重要意义。表面多孔颗粒填料的色谱柱的分离效率与亚 2 μm 全多孔颗粒填料的色谱柱的分离效率相当。这主要由于表面多孔颗粒填料的色谱柱具有较短的传质距离和更窄的粒径分布。此外，较大的粒径可产生较低的压力，可使色谱柱应用于几乎任何液相系统的分析方法中。将较大粒径填料的色谱柱改为表面多孔颗粒填料的色谱柱后，可显著节约时间和成本，因为表面多孔颗粒填料的色谱柱可在更快的流速下实现最佳运行并且其分离度与柱长短得多的色谱柱的分离度相当 [1,2]。

在该应用简报中，我们用 2.7 μm 表面多孔 Poroshell 120 色谱柱来代替 5 μm 色谱柱，对使用 HPLC/UV 进行爆炸残留物痕量分析的 EPA 方法进行修改。



Agilent Technologies

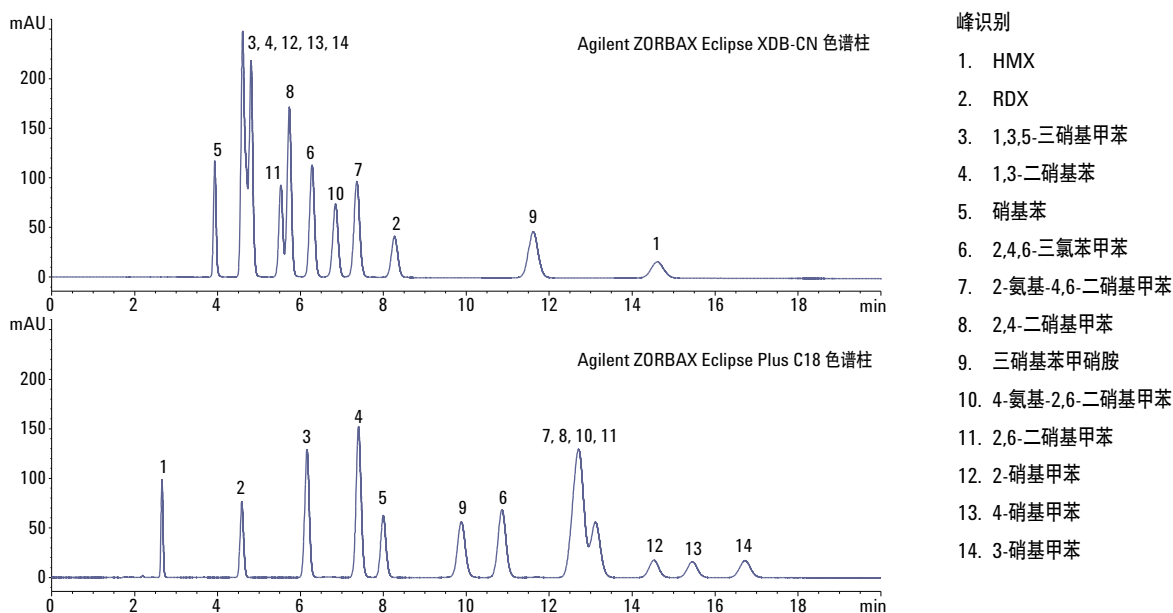
材料与方法

采用配有内径 0.075 mm 短毛细管柱的安捷伦超低扩散套装（部件号 5067-5189）和安捷伦液相系统支架（部件号 5001-3726），优化仪器安装使其获得尽可能低的柱外体积 [3]。

从 Cerilliant 公司购得 EPA 8330A 方法的储备标准品。14 种爆炸残留物均以 200 µg/mL 的浓度溶于乙腈溶液中。甲醇从 Honeywell International Inc. 购得。水由 18 Mohm.cm Milli-Q 仪器制备。

结果与讨论

图 1 显示了根据 EPA 方法 8330A 使用 HPLC/UV 对爆炸残留物进行痕量分析的结果，在 EPA 指定的 4.6 × 250 mm, 5 µm 色谱柱上完成。使用两种固定相 Agilent ZORBAX Eclipse XDB-CN 和 Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 来对样品进行确认性分析。图 1 显示了两种固定相的正交选择性。在 CN 色谱柱上对硝基甲苯异构体进行共洗脱，然后在 C18 色谱柱上进行分离；而二硝基甲苯化合物的分离过程则恰巧相反，先在 C18 色谱柱上对二硝基甲苯化合物进行共洗脱，然后再在 CN 色谱柱上进行分离。



条件

色谱柱: Agilent ZORBAX Eclipse XDB-CN 色谱柱, 4.6 × 250 mm, 5 µm 粒径 (部件号 990967-905)

Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱, 4.6 × 250 mm, 5 µm 粒径 (部件号 959990-902)

样品: 爆炸残留物

样品浓度: 每个化合物均为 20 µg/mL

流动相: A, 水; B, 甲醇

进样量: 20 µL

流速: 1 mL/min

等梯度: 50% B

温度: 25 °C

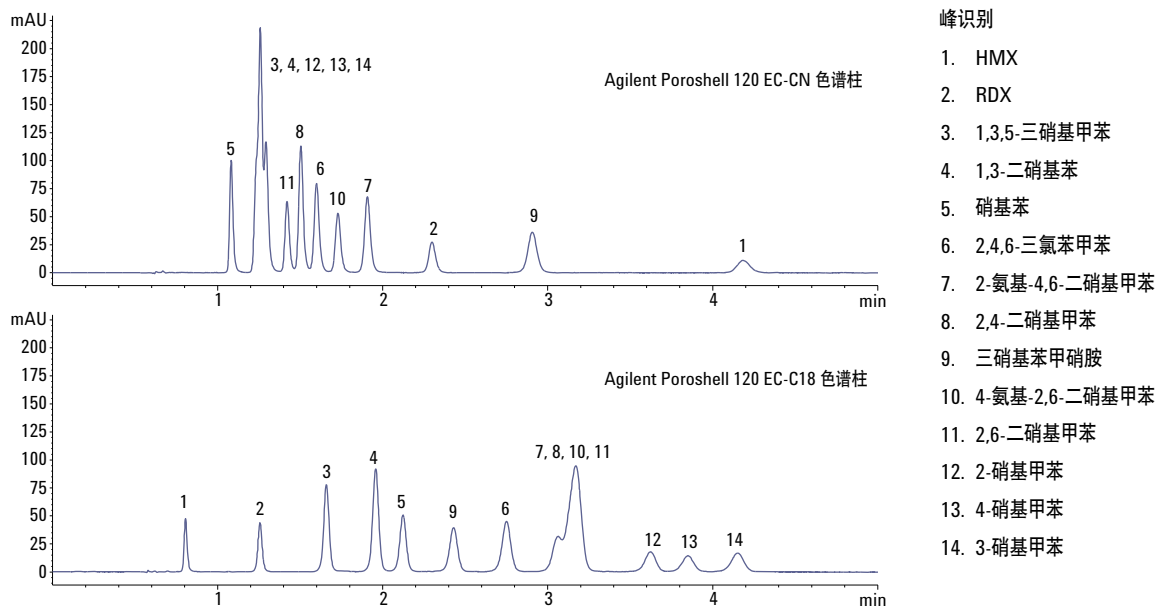
检测器: 254 nm

仪器: Agilent 1290 Infinity 液相色谱系统

图 1. 使用 EPA 方法参数（等度）和 Agilent ZORBAX Eclipse 色谱柱 (5 µm) 对爆炸物进行 EPA 8330A 分析

图 2 显示了可将 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$ 规格色谱柱上进行的分析转换到 2.1×100 mm, $2.7 \mu\text{m}$ 规格的 Poroshell 120 色谱柱上。Poroshell 120 EC-CN 色谱柱与 ZORBAX Eclipse XDB-CN 色谱柱的选择性极为相似, 而 Poroshell 120 EC-C18 色谱柱与 ZORBAX Eclipse Plus C18 色谱柱的选择性相似。这就简化了方法的转换。

可根据柱体积的差异按比例调整流速 (0.4 mL/min) 和进样量 ($1 \mu\text{L}$), 然后其他方法参数保持不变。分析结果几乎一致, 但与原始分析相比, 分析速度明显加快, 显著节省时间和溶剂。这样可以提高效率, 并且大幅节省成本。



条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC-CN 色谱柱, 2.1×100 mm, $2.7 \mu\text{m}$ 粒径 (部件号 695775-905)
 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 2.1×100 mm, $2.7 \mu\text{m}$ 粒径 (部件号 695775-902)

样品: 爆炸残留物

样品浓度: 每个化合物均为 $20 \mu\text{g/mL}$

流动相: A, 水; B, 甲醇

进样量: $1 \mu\text{L}$

流速: 0.4 mL/min

等梯度: 50% B

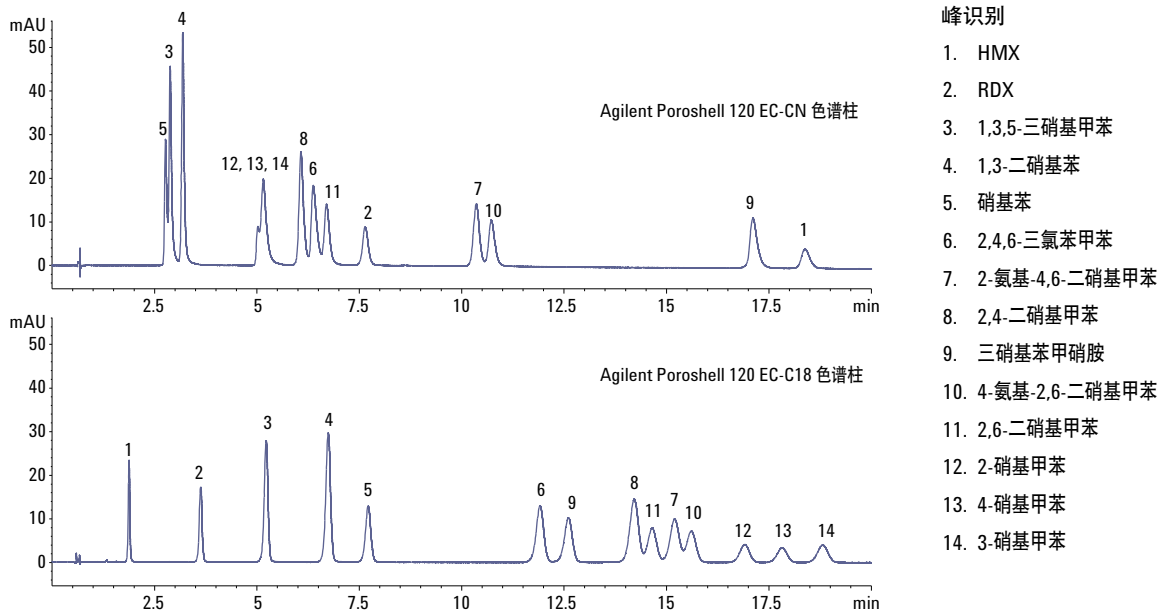
温度: $25 \text{ }^\circ\text{C}$

检测器: 254 nm

仪器: Agilent 1290 Infinity 液相色谱系统

图 2. 使用 EPA 方法参数 (等度) 和 Poroshell 120 表面多孔色谱柱对爆炸物进行 EPA 8330A 分析

图 3 显示的两种 Poroshell 120 色谱柱均可进行独立的优化梯度分析；Poroshell 120 EC-CN（7% B 相持续 7 min 后，13 min 内增至 35%），Poroshell 120 EC-C18（B 相在 20 min 内由 25% 增至 36%）。如图所示，完全分离出 14 种硝基芳香化合物和四硝基苯胺化合物是相当困难的，即使在优化分离条件下亦如此。这就为正交色谱柱的确认性分析需求提供了支持。



条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC-CN 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm 粒径 (部件号 695775-905)
 Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 2.1 × 100 mm, 2.7 μm 粒径 (部件号 695775-902)

样品: 爆炸残留物

样品浓度: 每个化合物均为 20 μg/mL

流动相: A, 水; B, 甲醇

进样量: 1 μL (ADVR 开启)

流速: 0.4 mL/min

梯度: Poroshell 120 EC-CN 色谱柱, 7% B 相持续 7 min 后, 13 min 内由 7% 增至 35%; Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, B 相 20 min 内由 25% 增至 36%。

温度: Agilent Poroshell 120 EC-CN 色谱柱, 20 °C; Agilent Poroshell 120 EC-C18 色谱柱, 25 °C

检测器: 254 nm

仪器: Agilent 1290 Infinity 液相色谱系统

图 3 使用 Agilent Poroshell 120 表面多孔色谱柱梯度洗脱对爆炸物进行 EPA 8330A 分析；使用延迟体积自动减少模式进样

结论

表面多孔 Agilent Poroshell 120 色谱柱可成功替代传统的 5 μm 色谱柱，按照 EPA 方法 8330A 使用 HPLC/UV 对爆炸残留物进行痕量分析。更小尺寸的 Poroshell 120 色谱柱能提高效率，并节省时间和成本，优于较大尺寸的 5 μm 色谱柱。此外，还发现两种 Poroshell 120 固定相（EC-CN 和 EC-C18）可提供正交选择性，轻而易举地进行确认性分析。

参考文献

1. A. Gratzfeld-Hüsgen, E. Naegele. “使用 Agilent Poroshell 120 色谱柱最大限度地提高柱效”，应用简报，安捷伦科技公司，出版号 5990-5602CHCN (2010)
2. V. R. Meyer. *Practical High Performance Liquid Chromatography*, Fourth Ed., p. 34. Wiley (2004).
3. A. Mack. “通过改善安捷伦 1290 Infinity 液相色谱系统的超低扩散性能，实现安捷伦 BORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱性能的最大化”，应用简报，安捷伦科技公司，出版号 5990-9502CHCN (2011)

更多信息

这些数据仅代表典型结果。有关我们的产品和服务的详细信息，请访问我们的网站：www.agilent.com/chem/cn

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、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，2013

中国印刷

2013 年 1 月 2 日

5991-1682CHCN



Agilent Technologies