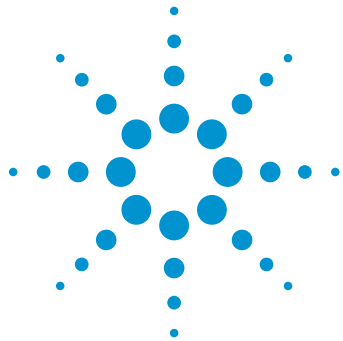




# Анализ взрывчатых веществ методом УВЭЖХ с УФ-детектированием на двух длинах волн

Система ВЭЖХ Agilent 1290 Infinity II с УФ-детектором  
с переменной длиной волны

## Рекомендации по применению

Экологический контроль

### Автор

Соня Шнайдер (Sonja Schneider)  
Agilent Technologies, Inc.  
Вальдброн, Германия

### Аннотация

В данных рекомендациях по применению описано проведение анализа смеси 20 взрывчатых веществ с использованием системы Agilent 1290 Infinity II с УФ-детектором с переменной длиной волны (VWD) в двухволновом режиме детектирования — 254 и 214 нм. Полученные результаты сравнили с данными разрешающей способности, чувствительности и линейности, полученными при использовании детектора на диодной матрице 1290 Infinity II (DAD). Данные разрешающей способности и чувствительности обоих детекторов абсолютно сопоставимы. Чувствительность прибора ВЭЖХ 1290 Infinity II с УФ-детектором с переменной длиной волны была даже выше при более низких пределах обнаружения и количественного определения. Проточная кювета (60 мм) детектора на диодной матрице 1290 Infinity II DAD обеспечивает превосходное определение и более высокую чувствительность. Также при использовании обоих детекторов наблюдалась высокая линейность с коэффициентами корреляции выше 0,9999 для большинства анализов.



**Agilent Technologies**

## Введение

Нитроароматические соединения — это органические соединения с одной или несколькими функциональными нитрогруппами ( $-\text{NO}_2$ ), которые непосредственно связаны с ароматическим кольцом. Большинство нитроароматических соединений — очень взрывоопасные вещества, особенно сильно это свойство проявляется с повышением числа нитрогрупп. Очень важной задачей является определение и идентификация этих веществ в окружающей среде, например в почвах на территориях бывших военных полигонов. Анализ взрывчатых веществ также необходим для проведения судебно-медицинской экспертизы на месте преступления и для обеспечения внутренней безопасности. Из всех методик чувствительного анализа нитроароматических соединений и нитраминс с использованием УФ<sup>2,3,4</sup>, предложенных агентствами экологического контроля, наиболее общепринятой считается методика Агентства по сохранению окружающей среды (EPA) 8330A/B<sup>1</sup>.

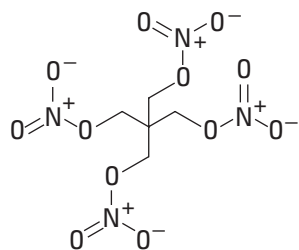


Рис. 1. Пентрит, или пентаэритриттетранитрат

Образец, использованный для анализа, содержал стандартную смесь 20 взрывчатых веществ от Dr. Ehrenstorfer, а также пентрит — вещество, не содержащее ароматическое кольцо (Рис. 1.).

По этой причине для определения всех веществ, находящихся в стандартном образце, было необходимо использовать две различные длины волн. УФ-детектор с переменной длиной волны (VWD) Agilent 1290 Infinity II — наиболее чувствительный и быстрый детектор такого класса. Его использование позволяет получать сигналы при двух длинах волн в двухволновом режиме. За счет переключения длины волны, которое программируется по времени, обеспечивается высокая чувствительность и селективность. Низкий уровень шума

детектора ( $< \pm 1,5$  мкАУ) и слабый дрейф базовой линии ( $< 1 \times 10^{-4}$  АУ/ч) способствуют точности количественного определения компонентов, даже если они присутствуют в следовых количествах.

В данных рекомендациях по применению приведено сравнение системы Agilent 1290 Infinity II с УФ-детектором с переменной длиной волны (VWD) в двухволновом режиме работы и системы Agilent 1290 Infinity II с детектором на диодной матрице (DAD). Данные разрешающей способности, линейности и чувствительности на пределах обнаружения (ПО) и пределах количественного определения (ПКО) сопоставимы.

## Экспериментальная часть

Модули системы ВЭЖХ Agilent 1290 Infinity II, использованной для эксперимента:

- Бинарный насос Agilent 1290 Infinity II High Speed Pump (G7120A)
- Автосамплер Agilent 1290 Infinity II Multisampler (G7167B)
- Термостат колоночного отделения Agilent 1290 Infinity II Multicolumn Thermostat (G7116B)
- Детектор на диодной матрице Agilent 1290 Infinity II (G7117B), оснащенный оптической ячейкой Max-Light 10 мм

## Хроматографические условия

| Параметр                             | Значение                                                                                                                       |
|--------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Скорость потока                      | 0,5 мл/мин                                                                                                                     |
| Градиент                             | 0 минут, 20% В<br>10 минут, 30% В<br>25 минут, 38% В<br>30 минут, 90% В                                                        |
| Время окончания                      | 35 минут                                                                                                                       |
| Время промывки колонки после анализа | 10 минут                                                                                                                       |
| Объем ввода                          | 1 и 2 мкл                                                                                                                      |
| Температура колонки                  | 50 °C                                                                                                                          |
| Детектор на диодной матрице          | Сигнал А 254 нм, опор. выкл.<br>Сигнал В 214 нм, опор. выкл.<br>Ширина пика $> 0,1$ минуты (время реакции: 2 секунды) (2,5 Гц) |
| Ширина пика VWD                      | Сигнал А 254 нм<br>Сигнал В 214 нм<br>Ширина пика при двухволновом режиме $> 0,2$ минуты (время реакции: 4 секунды) (2,5 Гц)   |

- УФ-детектор с переменной длиной волны Agilent 1290 Infinity II (G7114B), оснащенный стандартной проточной кюветой 10 мм

## Колонка

Agilent Poroshell 120 SB C18,  
3 × 150 мм, 2,7 мкм (кат. № 693975-302)

## Программное обеспечение

Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition  
для систем ВЭЖХ и ВЭЖХ-МС, версия  
C.01.07 [27]

## Растворители и образцы

Растворитель А: Вода

Растворитель В: Метанол

Образец: Смесь нитроароматических взрывчатых веществ Dr. Ehrenstorfer № 3 (кат. № 08330300), с концентрацией каждого компонента 10 нг/мкл

Все используемые растворители имели класс чистоты «для ВЭЖХ». Свежая вода высшей степени чистоты была получена в системе Milli-Q, оборудованной мембранным картриджем point-of-use с размером пор 0,22 мкм (Millipak). Смесь нитроароматических взрывчатых веществ Dr. Ehrenstorfer была приобретена у LGC standards, Тедингтон, Великобритания.

## Результаты и обсуждение

Анализ стандартного образца смеси 20 различных взрывчатых веществ необходимо проводить при использовании двух длин волн: 254 (более высокая чувствительность) и 214 нм (Рис. 2.). Использование длины волны 214 нм необходимо для определения пентрита (пик 20), который не определяется при длине волны 254 нм.

Двухволновый режим 1290 Infinity II VWD позволяет проводить анализ, используя две длины волн. На Рис. 3. изображено наложение сигналов при длине волны 254 нм, полученных при использовании системы 1290 Infinity II DAD (синий цвет) и системы 1290 Infinity II VWD (красный цвет). Обе хроматограммы сопоставимы по чувствительности и разрешающей способности. Сопоставимость хроматограмм подтверждена расчетами предела обнаружения (ПО) и предела количественного определения (ПКО) (Рис. 4. показан только предел количественного определения).

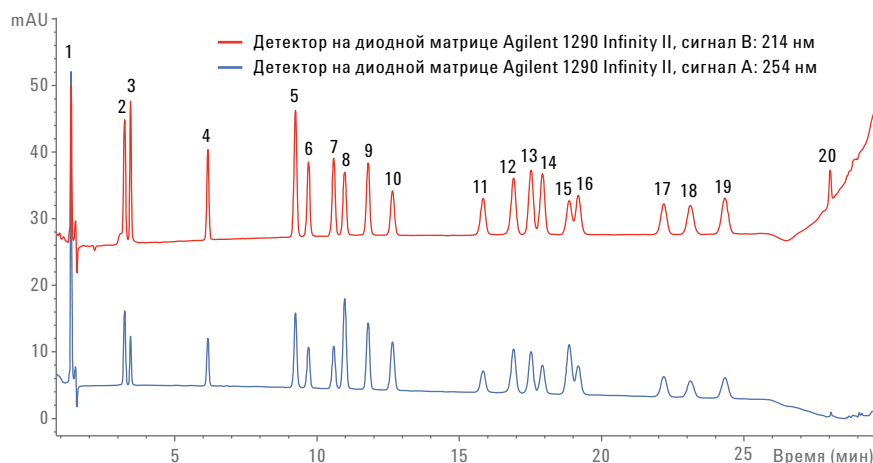


Рис. 2. Определение 20 взрывчатых веществ при использовании длин волн 254 и 214 нм. Пентрит (пик 20) детектируется только при длине волны 214 нм.

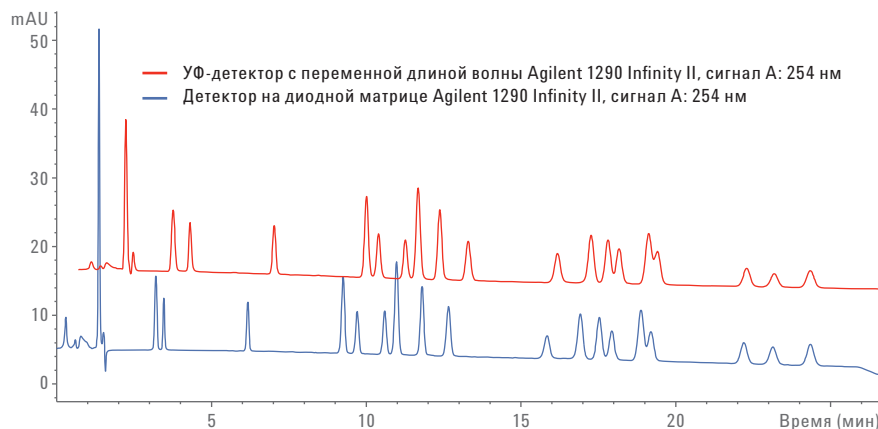


Рис. 3. Сигналы детектора на диодной матрице 1290 Infinity II и УФ-детектора с переменной длиной волны 1290 Infinity II при длине волны 254 нм. Чувствительность и разрешающая способность сопоставимы.

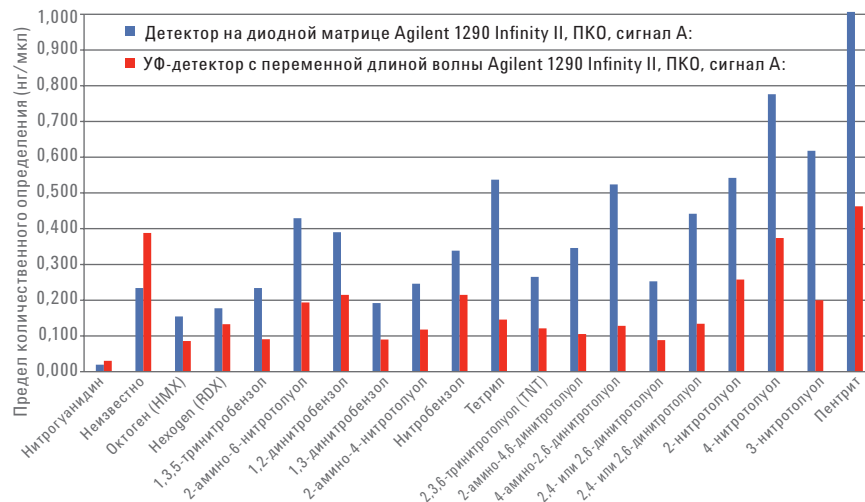


Рис. 4. Сравнение данных пределов количественного определения, полученных при использовании детектора на диодной матрице 1290 Infinity II и УФ-детектора с переменной длиной волны 1290 Infinity II при длине волны 254 нм. При анализе большинства аналитов чувствительность УФ-детектора с переменной волной 1290 Infinity II превышала чувствительность детектора на диодной матрице 1290 Infinity II более чем в два раза.

Сравнение данных ПО (данные не показаны) и ПКО позволяет сделать вывод о том, что детектор системы 1290 Infinity II VWD имеет более высокую чувствительность (все максимумы ПКО VWD, кроме первых двух, выше). Значения большинства максимумов ПКО детектора VWD свидетельствуют о том, что его чувствительность превышает чувствительность детектора DAD более чем в два раза. Также был выполнен расчет линейности с использованием серии разбавлений стандартного образца взрывчатых веществ в соотношении 1:2 для снижения концентрации каждого компонента от 10 до 0,625 нг/мкл. На табл. 1 показаны коэффициенты корреляции приведенного диапазона концентраций. При использовании детекторов DAD и VWD линейность была абсолютно сопоставима, при этом коэффициенты корреляции для большинства аналитов превышали 0,9999.

## Выводы

В рекомендациях по применению описано сравнение данных разрешающей способности, чувствительности и линейности, полученных при анализе 20 нитроароматических взрывчатых веществ с помощью систем Agilent 1290 Infinity II с детектором на диодной матрице и Agilent 1290 Infinity II с УФ-детектором с переменной длиной волны. Вследствие того, что в составе смеси содержались нитроароматические соединения и нитрамины, для анализа было необходимо использовать две различные длины волны — 254 и 214 нм. Использование УФ-детектора с переменной длиной волны системы 1290 Infinity II в двухволновом режиме позволило упростить проведение анализа. Полученные данные разрешающей способности и чувствительности обоих детекторов абсолютно сопоставимы. На основе данных ПО и ПКО сделан вывод о том, что при анализе большинства аналитов чувствительность УФ-детектора с переменной волной 1290 Infinity II была в два раза выше, чем чувствительность детектора на диодной матрице 1290 Infinity II. Кроме этого, при использовании обоих детекторов наблюдалась высокая линейность с коэффициентами корреляции выше 0,9999 для большинства аналитов.

Таблица 1. Коэффициенты корреляции в диапазоне концентраций от 10 до 0,625 нг/мкл для каждого аналита, полученные при использовании системы Agilent 1290 Infinity II DAD и Agilent 1290 Infinity II VWD

| Пик | Вещество                   | Коэффициенты корреляции (DAD) | Коэффициенты корреляции (VWD) |
|-----|----------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1   | Нитрогуанидин              | 0,97274                       | 0,99894                       |
| 2   | Неизвестно                 | 0,9846                        | 0,99835                       |
| 3   | Октоген (HMX)              | 0,99795                       | 0,99894                       |
| 4   | Гексоген (RDX)             | 0,99999                       | 0,99998                       |
| 5   | 1,3,5-тринитробензол       | 0,99999                       | 0,99998                       |
| 6   | 2-амино-6-нитротолуол      | 0,99998                       | 0,99995                       |
| 7   | 1,2-динитробензол          | 0,99999                       | 0,99999                       |
| 8   | 1,3-динитробензол          | 1                             | 0,99999                       |
| 9   | 2-амино-4-нитротолуол      | 0,99999                       | 0,99999                       |
| 10  | Нитробензол                | 0,99997                       | 0,99984                       |
| 11  | Тетрил                     | 0,99974                       | 0,99943                       |
| 12  | 2,3,6-тринитротолуол (TNT) | 0,99996                       | 0,99998                       |
| 13  | 2-амино-4,6-динитротолуол  | 0,99999                       | 0,99999                       |
| 14  | 4-амино-2,6-динитротолуол  | 0,99994                       | 0,99999                       |
| 15  | 2,4- или 2,6-динитротолуол | 0,99999                       | 0,99999                       |
| 16  | 2,4- или 2,6-динитротолуол | 0,99991                       | 1                             |
| 17  | 2-нитротолуол              | 0,99998                       | 0,99997                       |
| 18  | 4-нитротолуол              | 0,99995                       | 1                             |
| 19  | 3-нитротолуол              | 0,99997                       | 0,99996                       |
| 20  | Пентрит                    | 0,99919                       | 0,99767                       |

## Литература

1. Агентство по сохранению окружающей среды США, методика EPA 8330B-V-29, 2-я редакция. Определение нитроароматических соединений и нитраминов методом ВЭЖХ, октябрь 2006.
2. Р. Кингхорн (R. Kinghorn), С. Мильнер (C. Milner), Д. Цвейгенбаум (J. Zweigenbaum). Анализ взрывчатых материалов в следовых количествах с помощью времяпролетного ВЭЖХ-МС. *Рекомендации по применению Agilent Technologies*, номер публикации 5989-2449EN, 2005.
3. А. Г. Хьюсен (A. G. Huesgen). Плавный перенос методики EPA 8330A/B по определению нитроароматических соединений с системы ВЭЖХ Agilent серии 1200 на систему ВЭЖХ Agilent 1290 Infinity с бинарным насосом и ISET. *Рекомендации по применению Agilent Technologies*, номер публикации 5991-1194EN, 2012.

4. А. Г. Хьюсен (A. G. Huesgen). Оптимизация разделения 20 нитроароматических соединений при использовании последовательно колонки Phenyl-Hexyl и колонки C-18 Решения для разработки методики системы Agilent 1290 Infinity с четырехканальным насосом. *Рекомендации по применению Agilent Technologies*, номер публикации 5991-3212EN, 2012.

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

Информация в этом документе может быть изменена без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2015  
Напечатано в США 1 января 2015 г.  
5991-5463RU



**Agilent Technologies**