

■利用UHPLC测定多环芳烃示例 (DAD检测)

AS/LC-040

在AS/LC-039中已经介绍了在日立超高速液相色谱仪ChromasterUltra Rs上连接6440荧光检测器, 对多环芳烃 (PAHs: Polycyclic Aromatic Hydrocarbons) 的16种成分进行测定的示例。此次我们将介绍使用DAD作为检测器的测定示例。

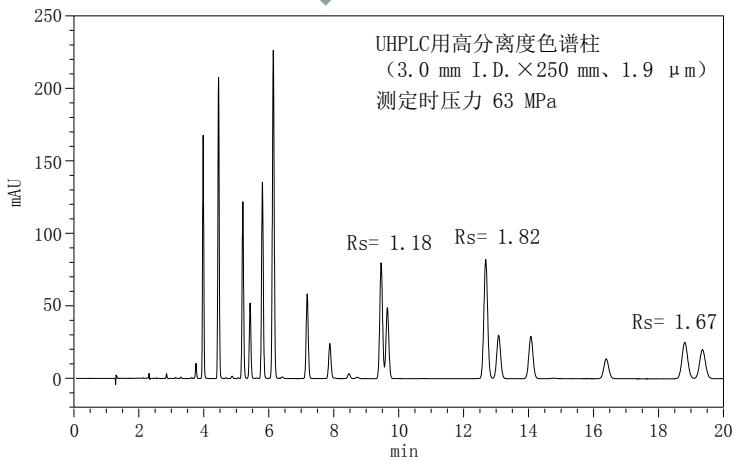
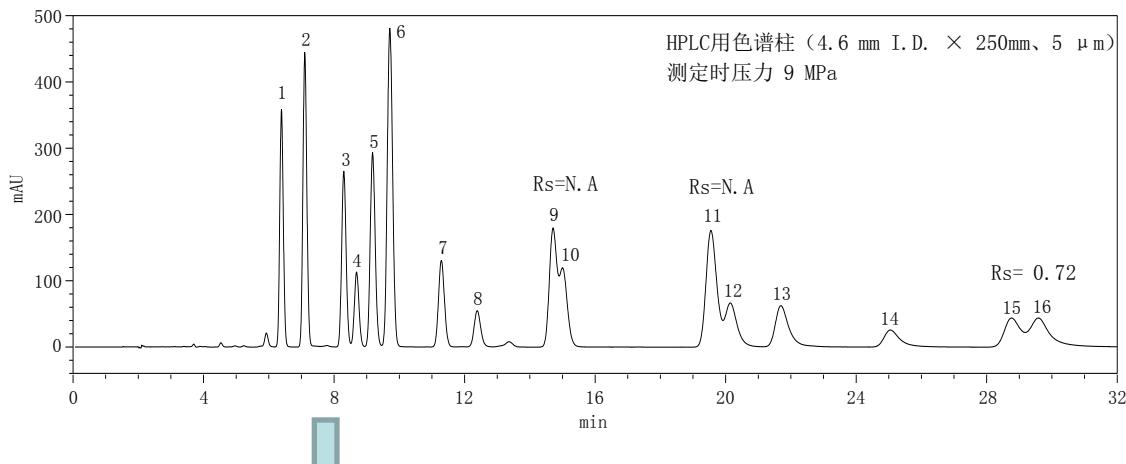
色谱柱采用高通用性的LaChromUltra II 系列及LaChrom II 系列, 通过填充剂粒径及色谱柱尺寸的差异, 对不同的分离状态进行比较。此外, 还将介绍通过DAD检测无荧光成分的测定示例。

PAHs是具有多个苯环的化合物的总称, 部分成分已知有致癌的危险。并且, 多环芳烃广泛存在于人类生活的自然环境如大气、水体、土壤、作物和食品中。为此, 世界各国纷纷进行了实际情况调查, 或者作出了相应规定。

ChromasterUltraRs

(连接DAD的示例。)
(含选件, 客户准备物品)

■多环芳烃16种成分的测定示例 (各 10 ~ 200 μg/mL)



<标准样品>

No.	成分名称	No.	成分名称
1	Naphthalene	9	Benzo(a)anthracene
2	Acenaphthylene	10	Chrysene
3	Acenaphthene	11	Benzo(b)fluoranthene
4	Fluorene	12	Benzo(k)fluoranthene
5	Phenanthrene	13	Benzo(a)pyrene
6	Anthracene	14	Dibenzo(a, h)anthracene
7	Fluoranthene	15	Benzo(ghi)perylene
8	Pyrene	16	Indenol(1, 2, 3, -cd)pyrene

标准样品采用SS EPA 610 PAH Mix (SIGMA)

LaChromUltra II C18色谱柱采用比传统的硅胶拥有更强的物理与化学上的耐久性的无机-有机复合型硅材料, 实现了高耐压性。由此, 推出了理论塔板数50000/色谱柱 (规定条件) 的UHPLC用高分离度色谱柱 (1.9 μm、250 mm长)。采用该色谱柱, 与HPLC用色谱柱相比, 分析时间可缩短大约40 %, 同时还大大提高了分离度。

<HPLC用色谱柱测定条件>

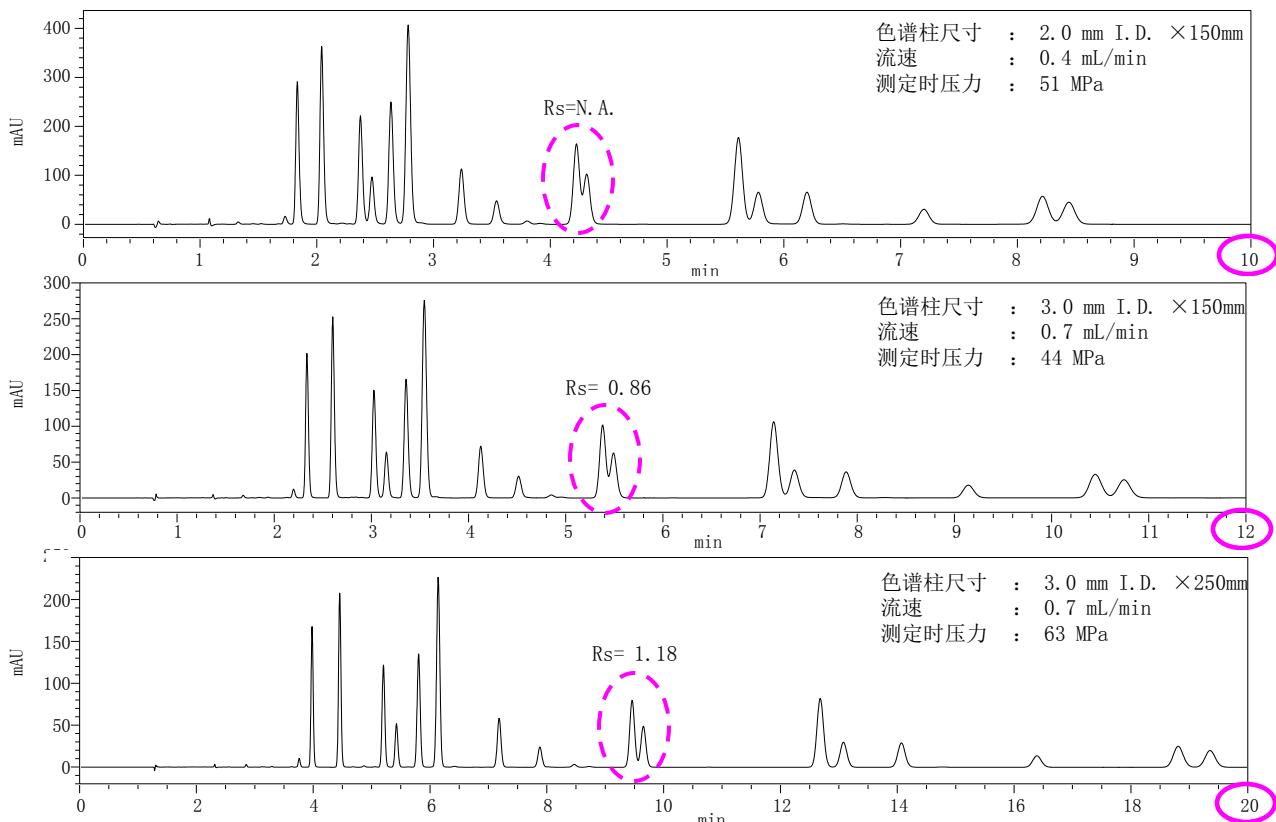
色谱柱 : LaChrom II C18 (5 μm) 4.6 mm I.D. × 250 mm
 流动相 : CH₃CN / H₂O = 80 / 20 (v/v)
 流速 : 1.0 mL/min
 柱温 : 30 °C
 检测波长 : UV 254 nm (DAD)
 进样量 : 20 μL

<UHPLC用高分离度色谱柱测定条件>

色谱柱 : LaChromUltra II C18 (1.9 μm) 3.0 mm I.D. × 250 mm
 流动相 : CH₃CN / H₂O = 80 / 20 (v/v)
 流速 : 0.70 mL/min
 柱温 : 30 °C
 检测波长 : UV 254 nm (DAD)
 进样量 : 2 μL

■利用UHPLC测定多环芳烃示例 (DAD检测)

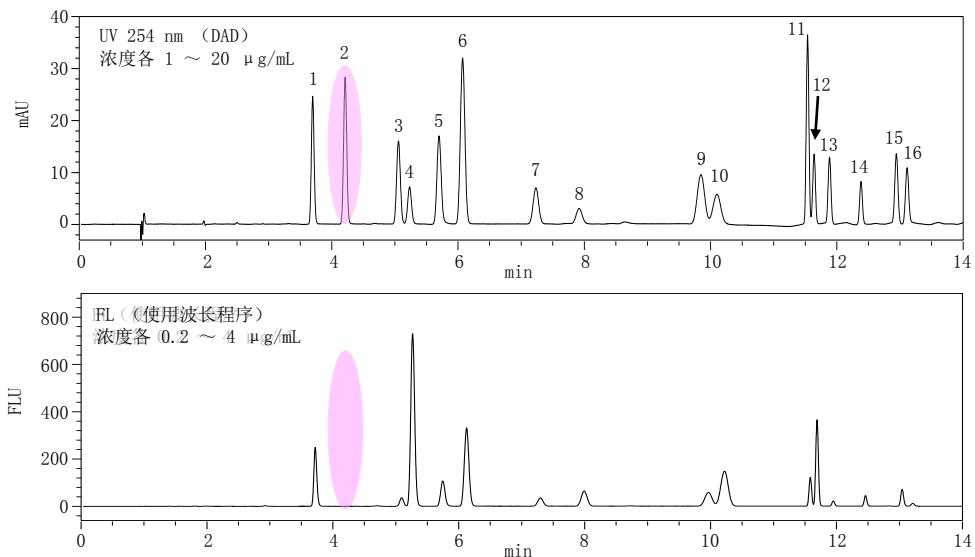
AS/LC-040

■多环芳烃16种成分的测定示例 (各 10 ~ 200 $\mu\text{g/mL}$) (根据色谱柱尺寸进行分离度比较)

<UHPLC用高分离度色谱柱测定条件>
色谱柱: LaChromUltra II C18 (1.9 μm) 柱温 : 30 °C
流动相: $\text{CH}_3\text{CN} / \text{H}_2\text{O} = 80 / 20$ (v/v) 检测波长 : UV 254 nm (DAD)
流速 : 记录于色谱图 进样量 : 2 μL

通常色谱柱越长分离度越高, 但分析时间也会延长。
LaChromUltra II C18色谱柱系列准备了各种尺寸, 可以根据使用目的选择所需尺寸。

■多环芳烃16种成分的测定示例 (DAD与荧光检测器的比较)



<测量条件>
色谱柱 : LaChromUltra II C18 (1.9 μm)
流动相 : (A) H_2O , (B) CH_3CN
75 % B (0 ~ 9min)
→ 95 % B (10 ~ 15min)
流速 : 0.9 mL/min
柱温 : 30 °C
检测波长 : UV 254 nm (DAD)
FL (使用波长程序)
进样量 : 5 μL
测定时最大压力: 88 MPa

荧光检测器的波长程序请参照AS/LC-039。



6440荧光检测器

PAHs的分析一般使用荧光检测器, 但此次的标准样品中所含 (2) Acenaphthylene 无法通过荧光检测器检测。通过DAD进行测定便可检测出无荧光的成分。

仪器主要配置 : ChromasterUltra R_s DAD系统 (6170 二元泵、6270 自动进样器、6310 柱温箱、6430 二极管阵列检测器、组织器), 6440 荧光检测器

注意: 本资料中所示数据为测定示例, 不做性能保证之用。