

# UFLC快速测定16种多环芳烃

## No.LC-027

**摘要：**本文采用了岛津UFLCX快速液相色谱系统和Shim-pack XR-ODS II 快速分析柱测定了16种多环芳烃。本文通过优化色谱条件，提高了样品的分析效率和分离效果。

**关键词：**UPLCXR 多环芳烃

### 前言

多环芳烃(Polycyclic Aromatic Hydrocarbons, PAHs)是煤、石油、木材、烟草、有机高分子化合物等有机物不完全燃烧时产生的挥发性碳氢化合物，是重要的环境和食品污染物。迄今已发现有200多种PAHs，其中有16种由于对人体有致癌、致畸、致突变的性质而被美国环保署列为优先控制的环境污染物。PAHs广泛分布于环境中，任何有有机物加工、废弃、燃烧或使用的地方都有可能产生多环芳烃。

目前，多环芳烃通常使用专用柱分析，分析时间为30min。本文比较了不同类型快速色谱柱的分离能力，以及梯度程序对分离的影响。最终使用岛津超快速液相色谱UFLCX结合XR-ODS II 色谱柱，14分钟内分析了16种多环芳烃。

### 仪器配置

Shimadzu Prominence UFLC XR系统，包括2台LC-20AD XR(输液泵)，SIL-20AC XR(自动进样器)，CTO-20AC(柱温箱)，SPD-M20A(二极管阵列检测器)，DGU-20A3(在线脱气机)和CBM-20A(控制器)。使用的色谱工作站为LCsolution。

### 分析条件

流动相：A:水； 流动相B:乙腈

流速：1.2 mL/min 进样体积：3  $\mu$ L

色谱柱：Shim-pack XR-ODS II 柱  
(3.0  $\times$  150mm, 2.2  $\mu$ m, 孔径80 $\text{\AA}$ )

柱温：50 $^{\circ}$ C 样品池：半微量池,2.5  $\mu$ L

检测波长：280nm 初始流动相：65% B Conc.

梯度程序：

Time	Module	Command	Value (%)
7.00	Pumps	Pump B Conc.	75
11.00	Pumps	Pump B Conc.	75
11.10	Pumps	Pump B Conc.	65
14.00	Pumps	Pump B Conc.	65
14.10	Controller	Stop	

### 样品前处理：

称取16种多环芳烃样品10mg，用乙腈定容至100 mL，配成浓度为100ppm的溶液。取100ppm的16种PAH的混标，用乙腈稀释成10ppm的混标。

### 分析结果

#### 1. 分析条件优化：

	Shim-pack 系列 色谱柱	柱温 ( $^{\circ}$ C)	流速 (mL/min)	检测池
1	XR-ODS, 3 $\times$ 75 mm, 2.2 $\mu$ m	40	1.0	常规
2	XR-ODS II, 3 $\times$ 75 mm, 2.2 $\mu$ m	40	1.0	半微量
3	XR-ODS II, 3 $\times$ 150 mm, 2.2 $\mu$ m	40	1.2	半微量

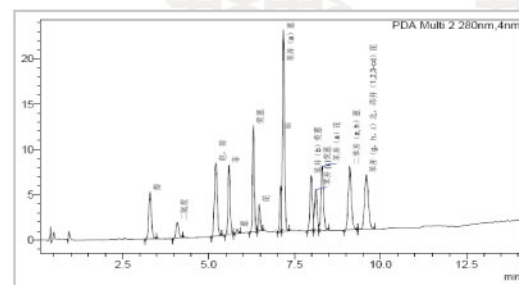


图1.条件1下的色谱图

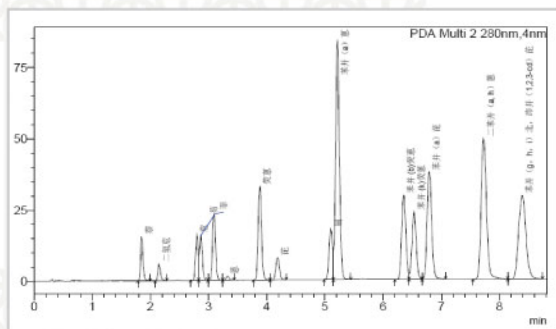


图2.条件2下的色谱图

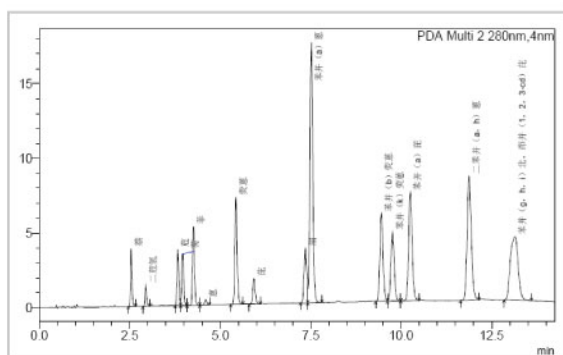


图3.条件3下的色谱图

XR-ODS和XR-ODS II 系列色谱柱均为岛津快速液相色谱柱，它们具有相同的粒径 $2.2\ \mu\text{m}$ 。而填料颗粒的孔径不同，XR-ODS的孔径为 $12\ \text{nm}$ ，XR-ODS II 的孔径为 $8\ \text{nm}$ 。与XR-ODS相比，XR-ODS II 在缩短分析时间的同时，提高了分离度。

条件1中芴与芘，苯并(g, h, i)北与茚并(1, 2, 3-cd)芘两对组分完全重叠，无法分离。条件2采用了XR-ODS II  $3 \times 75\ \text{mm}$ 色谱柱并换用半微量池，芴与芘未基线分离，苯并(g, h, i)北与茚并(1, 2, 3-cd)芘完全重叠。条件3选择了更长的色谱柱XR-ODS II  $3 \times 150\ \text{mm}$ ，芴与芘达到基线分离。

## 结论

使用岛津UPLCXR系统和XR-ODS II 快速色谱柱用于PAHs的分析可以在缩短分析时间的同时，提高了分离度，14min内可完成16种多环芳烃的分析，方法的保留时间重现性良好。

## 2. 柱温对分离的影响

条件4，将柱温度调整为 $50^\circ\text{C}$ ，其余色谱条件与条件3一致，谱图结果见图4。

从谱图3、4的对比上看，提高柱温可以缩短出峰时间、降低柱压，同时对分离度的影响不大。最终选择条件4为液相分离条件。

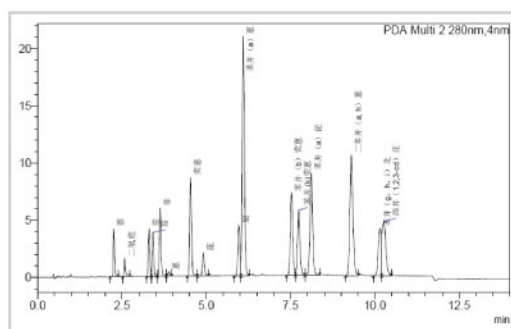


图4.条件4的色谱图

## 3. 方法的重现性

10ppm标样进样10次分析，保留时间重现性良好，RSD均小于0.5%。

组分	RT(min)	%RSD
萘	2.25	0.37
二萘氢	2.57	0.34
芴	3.29	0.30
芘	3.41	0.28
菲	3.62	0.29
蒽	3.87	0.34
荧蒽	4.52	0.27
芘	4.90	0.24
屈	5.96	0.24
苯并(a)蒽	6.09	0.23
苯并(b)荧蒽	7.53	0.21
苯并(k)荧蒽	7.75	0.18
苯并(a)芘	8.12	0.21
二苯并(a,h)蒽	9.31	0.22
苯并(g, h, i)北	10.16	0.20
茚并(1, 2, 3-cd)芘	10.28	0.17