

苯并(α)芘在两种不同色谱条件下检测的比较

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽 合肥 230088)

摘要: 本案例以甲醇和乙腈为流动相, 使用 C18 色谱柱进行分离, 使用超高效液相色谱, 利用紫外检测器检测苯并芘。

关键词: 超高效液相色谱法;检测方法;苯并芘

1 实验目的

- 1) 验证 LC3100 液相色谱仪在苯并芘检测中的系统适应性。
- 2) 验证苯并芘两种检测方法的差异。

2 实验原理

利用高效液相色谱法, 采用十八烷基键和硅胶柱分离, 紫外检测器检测苯并芘的标准品, 比较国标规定的两种方法的差异。

3.实验材料、试剂耗材及仪器设备

3.1 实验材料

苯并芘标准品溶液 (由武汉科学器材有限公司提供)

3.2 试剂耗材

除特殊说明外, 本实验所用试剂均为分析纯, 水为超纯水。

乙腈, 色谱纯。

甲醇, 色谱纯

3.3 仪器设备

LC3100 型高效液相色谱仪, 标配 UV3100 紫外检测器。

4 实验方法及数据分析

4.1 甲醇-水流动相体系下的评价

4.1.1 色谱条件

色谱柱: 安捷伦 TC-C18(2), 4.6×250mm, 5 μ m。

流动相: 甲醇/水=85/15。

柱温：30°C。

检测波长：254nm。

色谱图及系统评价

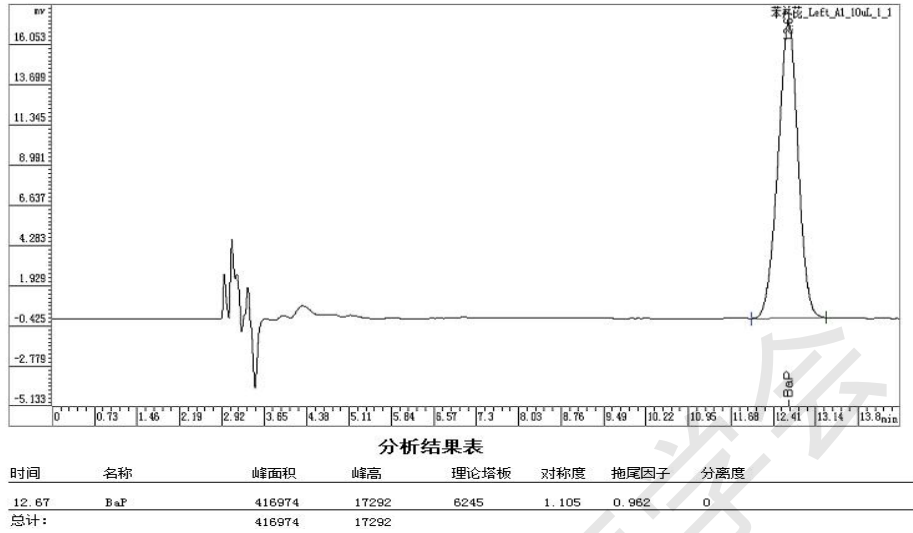


图1 苯并芘在甲醇流动相体系下的系统评价

通过系统评价图可以看出，在甲醇体系下苯并芘的分离度等参数均符合通行指标，保留时间也合适，可用于苯并芘的常规检测。

4.1.2 苯并芘在甲醇流动相体系下的系统重复性

4.1.3 设置好系统参数，向系统中注入 10ul 标准品溶液，记录色谱图。连续分析六次，考察系统的重复性。

4.1.4 系统重复性叠加谱图及参数如图 2 和表 1 所示

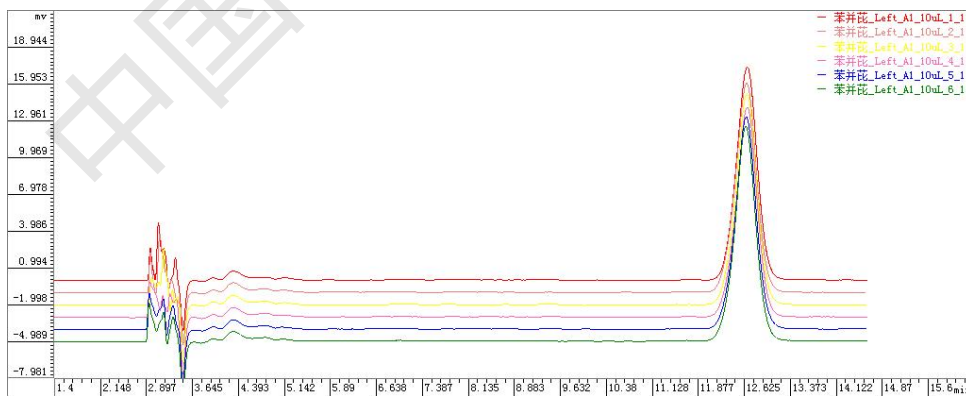


图2 甲醇流动相体系下的苯并芘谱图叠加

表 1. 甲醇流动体系下苯并芘的重复性参数

序号	文件名	峰面积	保留时间	峰高
1	苯并芘_Left_A1_10uL_1_1	416974	12.67	17292
2	苯并芘_Left_A1_10uL_2_1	419455	12.66	16969
3	苯并芘_Left_A1_10uL_3_1	420146	12.664	17162
4	苯并芘_Left_A1_10uL_4_1	416979	12.67	17019
5	苯并芘_Left_A1_10uL_5_1	418049	12.655	17244
6	苯并芘_Left_A1_10uL_6_1	421784	12.646	17436
	RSD	0.46%	0.07%	1.02%

图 2 及表 1 表明，在此色谱条件下，苯并芘检测重复性良好，定性重复性为 0.07%，定量重复性为 0.46%。

4.2 乙腈-水流动相体系下的评价

色谱条件

色谱柱：安捷伦 TC-C18(2),4.6×250mm，5 μ m。

流动相：A-乙腈；B-水，梯度条件如表 2

表 2. 时间程序表

序号	时间(min)	流速(ml/min)	乙腈	水	波长A(nm)	梯度类型
1	0.0	1.0000	40	60	254	Linear
2	25.0	1.0000	100	0	254	Linear
3	35.0	1.0000	100	0	254	StepChange
4	45.0	1.0000	40	60	254	Linear

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测波长：254nm

梯度洗脱条件下的苯并芘主峰信息确认

设置好系统参数，分别向系统中注入一针空白和一针标准品，记录色谱图，如图 3 所示。

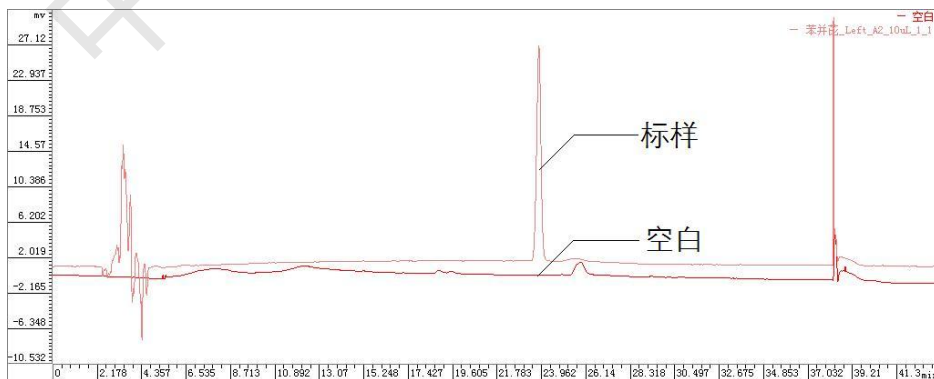


图 2. 苯并芘空白和标样谱图叠加

根据图 2 所示的结果，可以清晰的看到，苯并芘主峰的保留时间在 23.8min 左右。且主峰两侧无杂质干扰，可精确地进行定性定量。

4.2.1 苯并芘在乙腈流动相体系下的重复性

4.2.2 设置好系统参数，向系统中注入 4 苯并芘标准品，记录色谱图，比较系统的重复性。

4.2.3 如图 3 和表 3 所示的数据如下。

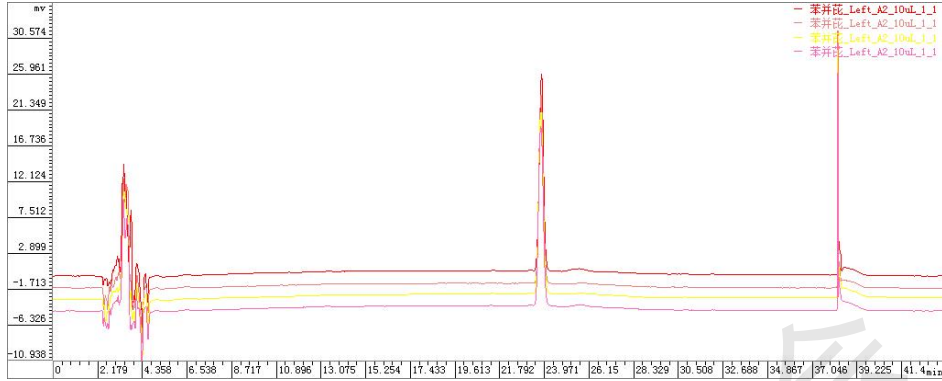


图 3. 苯并芘在乙腈流动相系统下的色谱图叠加

表 3. 苯并芘在乙腈流动相体系下的重复性参数

序号	文件名	峰面积	保留时间	峰高
1	苯并芘_Left_A2_10uL_1_1	374143	23.828	25339
2	苯并芘_Left_A2_10uL_1_1	372561	23.799	24273
3	苯并芘_Left_A2_10uL_1_1	372089	23.791	23262
4	苯并芘_Left_A2_10uL_1_1	374049	23.79	23027
9	RSD	0.28%	0.08%	4.41%

如以上图表所示，44 针谱图叠加的重复性良好，定性重复性为 0.08%，定量重复性为 0.28%，可完好的适用于苯并芘的检测。

5 实验结论

(1) 实验表明，苯并芘的检测无论实在甲醇/水体系下还是在乙腈/水提下都表现出良好的系统适应性。

(2) 在甲醇/水体系下主峰的保留时间比在乙腈/水体系下要短，如果未来的样品中在甲醇系统下有干扰，尽量选择乙腈/水体系。如果没有干扰，可以选用分析时间快的甲醇/水体系做流动相，效果更好。

参考文献:

[1] GB/T 1539-1995 环境空气 苯并(α)芘测定 高效液相色谱法