



二极管矩阵检测器 在开发多环芳烃 HPLC 方法中的应用

Waters 公司北京实验室

(北京市东城区建国门内大街8号, 中粮广场B座705室, 100005)

二极管矩阵检测器(PDA)作为紫外检测器的成员,不仅可获得色谱数据,同时得到被分析物质的光谱图,并且可以利用物质的光谱差异确定色谱峰的纯度。Waters 高灵敏度 996 PDA 检测器具有杰出的数字与光谱分辨率,其强大的功能使之成为色谱工作者进行方法开发的有力工具。

在进行多环芳烃 HPLC 方法开发过程中,996 PDA 检测器发挥了重要的作用。图1是国标规定的七种多环芳烃在流动相为100%甲醇时得到的色谱图。图中仅得到了六个色谱峰。利用996 PDA 检测器的谱库检索功能,将每一色谱峰所得的光谱与单个标样所得光谱图进行比较,可确定其中五个峰的归属,但第三号峰的光谱图却与标样所得谱图不符。利用996 PDA 检测器的纯度分析功能,可发现第三号峰为两种物质的共流出物峰(见图1中的纯度图)。

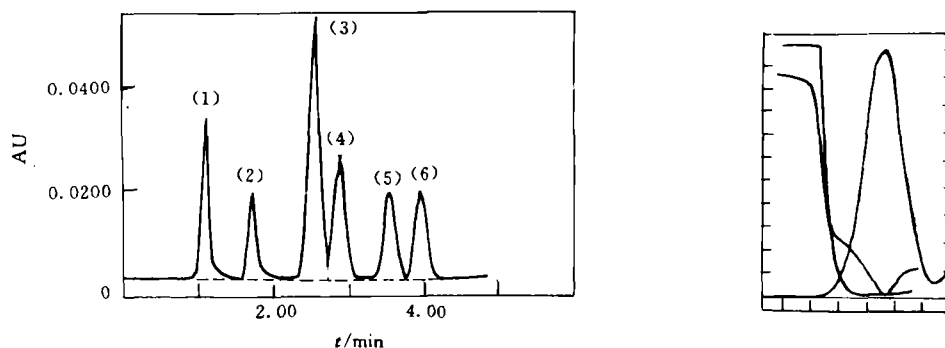


图1 流动相为100%甲醇时得到的七种多环芳烃色谱图

(1) 萘, (2) 苊, (3) 苯并(b)苊及苯并(k)苊, (4) 苯并(a)苊, (5) 苯并(g,h,i)苊,
(6) 苝并(1,2,3-cd)苊

(浓度: 萘 20ppm, 其它组分皆小于 4ppm)

进一步改变色谱分离条件得到了相应于七种多环芳烃的七个色谱峰(图2)

高灵敏度多环芳烃分析需要使用能够进行时间编程的高灵敏度荧光检测器。Waters 474 荧光检测器非常适于此项工作。而 996 PDA 检测器可在优化色谱分离条件的同时能够确定被分析物质的保留时间,为荧光检测器的时间编程提供必不可少的信息。图3是由 Waters 474 荧光检测器得到的七种多环芳烃的色谱图(色谱条件同图2)。

色谱条件:

仪器组成: Waters Alliance 系统 (包括: 2690 分离单元, 996 PDA 检测器, 474 荧光检测器, Millennium2010 色谱管理软件).

色谱柱: Waters Spherisorb ODS2 色谱柱.

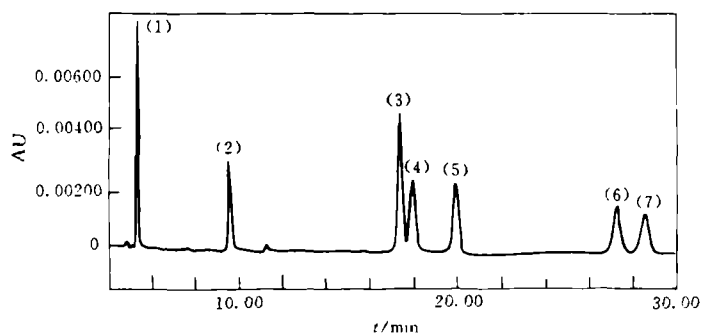


图 2 用 996 PDA 得到的七种多环芳烃色谱图

(1) 萘, (2) 荧蒹, (3) 苯并(b)荧蒹, (4) 苯并(k)荧蒹, (5) 苯并(a)芘,
(6) 苯并(g,h,i)芘, (7) 茚并(1,2,3-cd)芘
(浓度: 萘 2ppm, 其它组分皆小于 0.4ppm)

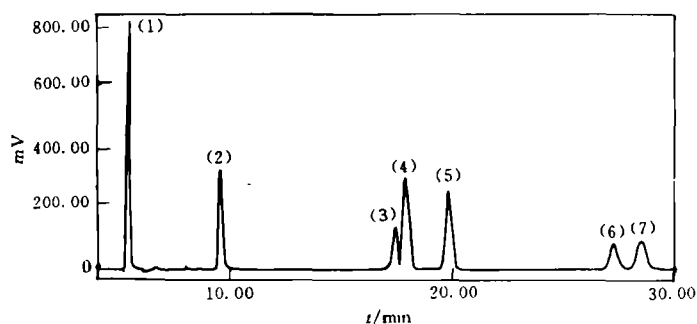


图 3 由荧光检测器得到的七种多环芳烃色谱图

(1) 萘, (2) 荧蒹, (3) 苯并(b)荧蒹, (4) 苯并(k)荧蒹, (5) 苯并(a)芘,
(6) 苯并(g,h,i)芘, (7) 茚并(1,2,3-cd)芘
(浓度: 萘 200ppb, 其它组分皆小于 40ppb)