

## 快速液相色谱-串联质谱和亲水作用色谱柱 (RRHD HILIC Plus) 用于 EPA-1694 方法中第四组药物的快速分析

Anne E Mack

(Agilent Technologies, Inc. 2850 Centerville Road, Wilmington, DE 19808 USA)

**摘 要** 使用安捷伦 1290 Infinity UHPLC 和 ZORBAX RRHD HILIC Plus 柱提高 EPA-1694 中第四组化合物的分析速度. 结果表明,所有的组分都具有优异的峰形,流速和样品通量也比原来的方法提高 4 倍.

药品和个人护理用品 (PPCP) 是环境实验室重点跟踪的一组重要的污染物,包括 EPA-1694 在内的几种方法可以用于此类化合物的分析. 本研究工作侧重分析 EPA-1694 中第四组化合物 (西米替丁、沙丁胺醇、雷尼替丁和二甲双胍),方法通过超高压液相色谱 (UHPLC) 得到改进.

液相色谱法的改善大大提高了样品的分析通量,安捷伦的 1290 Infinity 超高压液相色谱仪和 ZORBAX 快速高分离色谱柱 (RRHD) 的最高耐压可达 1200 bar,从而允许更快的流速和更高的分析通量. 安捷伦 ZORBAX RRHD HILIC Plus 色谱柱是一款 1.8  $\mu\text{m}$  粒径的高压色谱柱,最高耐压可达 1200 bar. 基于硅胶的非键合硅胶生产的 Eclipse Plus 柱保证了优异的峰形. HILIC 柱是分离极性小分子化合物 (如 EPA-1694 中第四组中的化合物) 的理想色谱柱.

### 1 实验部分

使用安捷伦 1290 Infinity UHPLC 和 6410 三重四级杆质谱仪,以及安捷伦 ZORBAX RRHD HILIC Plus 2.1 mm  $\times$  100 mm, 1.8  $\mu\text{m}$  色谱柱,MassHunterwere 软件用于数据采集、定性和定量分析.

流动相 A: 10 mmol  $\cdot$  L<sup>-1</sup> 醋酸铵水溶液, pH 6.7; B: 乙腈

流速 1 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>

梯度 在 1.75 min 内从 90% 降到 55% B

样品 溶于乙腈/水 (3:1) 的每个组分浓度分别为 0.1 mg  $\cdot$  mL<sup>-1</sup> 的西米替丁,沙丁胺醇,雷尼替丁和二甲双胍,进样体积为 0.1  $\mu\text{L}$

柱温箱 25  $^{\circ}\text{C}$

质谱 dMRM, ESI 正模式,循环时间 35 ms,干燥气: 9 L  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 300  $^{\circ}\text{C}$ ;雾化器压力: 40 psig;毛细管电压: 4000; MRM transition 见表 1.

表 1 EPA-1694 中第四组化合物的 MRM 参数

化合物	母离子	碰撞电压/V	子离子	碰撞解离能量/eV
西米替丁	253	100	159 95	10 25
沙丁胺醇	240	90	166 148	5 15
雷尼替丁	315	110	176 130	15 25
二甲双胍	130	80	71 30	25 10

### 2 结果与讨论

如图 1 所示, ZORBAX RRHD HILIC 柱可用于 EPA-1694 中第四组化合物的快速筛查分析. 典型的分析条件流速是 0.25 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 但是最高耐压为 1200 bar 的色谱柱的流速可达 1 mL  $\cdot$  min<sup>-1</sup>, 所以在柱压达到最大的 960 bar 时可降低 75% 的分析时间. 所有 4 个化合物: 西米替丁、沙丁胺醇、雷尼替丁和二甲双胍都具有出色的峰形.

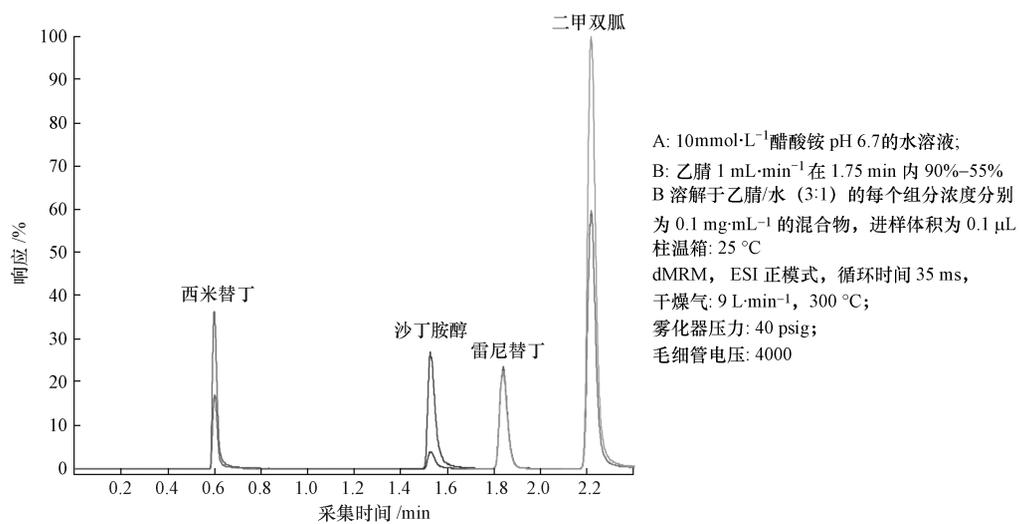


图1 安捷伦 ZORBAX RRHD HILIC 柱用于 EPA-1694 中第四组化合物的快速筛查分析

### 3 结论

安捷伦 1290 Infinity UHPLC 和 ORBAX RRHD HILIC Plus 色谱柱成功地用于 EPA-1694 中第四组医药化合物的检测. 流速和分析速度提高了 4 倍, 同时所有组分都具有出色的峰形.