



HPLC-UV 法による水道水中ホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒドの同時分析



<要旨>

平成 28 年 3 月に改正された水質試験法に基づき DNPH 誘導体化-LC/UV 法を用いた水道水中ホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒド分析を行いました。いずれの化合物も 0.005-0.1mg/L において良好な直線性および再現性を示しました。また水道水を用いた添加回収試験も良好な結果を示しました。

Key Words: 水道水、アセトアルデヒド、ホルムアルデヒド、DNPH 誘導体、HPLC

1. はじめに

平成 28 年 3 月に改正された水道水質の検査方法において、ホルムアルデヒドの分析法が通達されました（平成 28 年 3 月 30 日厚生労働省告示第百五十号「別表十九の二又は別表十九の三」）。

「別表十九の二」では、ホルムアルデヒドを DNPH（ジニトロフェニルヒドラジン）で誘導体化後、HPLC-UV 法で測定する方法を採用しています。

ここでは、水道水中ホルムアルデヒドおよびアセトアルデヒドを「別表十九の二」に準じて DNPH 誘導体化処理後、Agilent 1260 Infinity LC で測定し、直線性および再現性の確認、添加回収試験を行いました。

2. 実験条件

超純水に所定量添加したアルデヒド類は「別表十九の二」に準じて誘導体化後、分析に供しました。

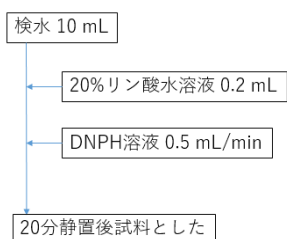


Fig.1 DNPH 誘導体化の手順

Table I HPLC 分析条件

Instrument	Agilent Infinity 1260 LC System
Column	Inertsil ODS3 (4.6 x 250 mm, 3 μm)
Mobile phase	Water/Acetonitrile=50/50
Injection volume	100 μL
Column temp	60 °C,
Flow rate	1.0 mL/min
DAD	360/4 nm, reference 500/100 nm

3. 結果および考察

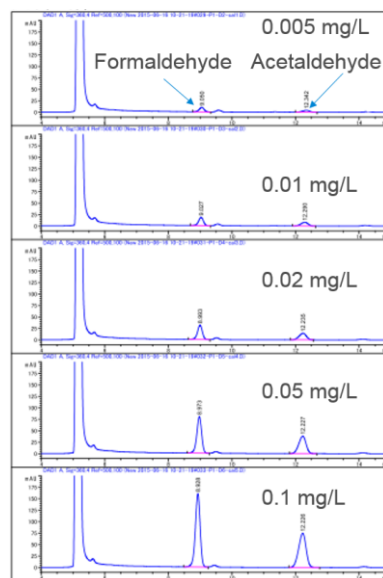


Fig.2 各濃度の標準溶液クロマトグラム



Agilent Technologies

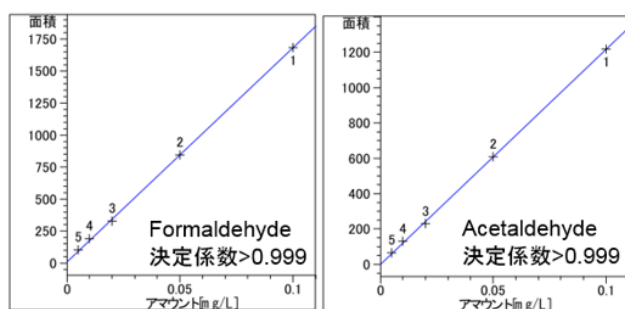


Fig.3 ホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの検量線
(0.005 – 0.1 mg/L)

検量線各濃度のクロマトグラムを Fig.2 に示しました。ホルムアルデヒドの基準値の 1/10(0.008 mg/L)以下である 0.005 mg/L の試料においてホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドいずれも S/N 比(Noise; Peak to Peak)70 以上で検出可能でした。また、濃度範囲 0.005-0.1 mg/L において、各化合物のピーク面積は決定係数 0.999 以上と良好な直線性を示しました(Fig.3)。各点を繰り返し 5 回測定した結果、いずれの化合物、濃度においても相対標準偏差(RSD)は 3% 以下と良好な再現性が得られました。(Table II)。

Table II ピーク面積値の再現性(n=5)

Conc. (mg/L)	Formaldehyde (RSD%)	Acetaldehyde (RSD%)
0.005	2.4	2.7
0.01	0.9	0.5
0.02	1.7	1.4
0.05	0.3	0.3
0.1	0.7	0.7

水道水 100 mL に 1%塩化アンモニウム溶液 0.5 mL を加えて脱塩素処理を行った水道水に、標準液を 0.008 mg/L 及び 0.08 mg/L となるように標準添加した検水を分析し、添加回収試験を行いました。水道水に 0.008 mg/L 添加したクロマトグラムを Fig.4 に示しました。

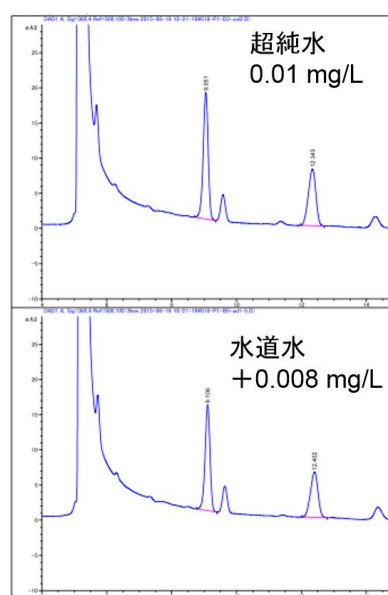


Fig.4 0.01 mg/L (上) と水道水に
0.008 mg/L 添加した試料 (下) のクロマトグラム

Table III 平均回収率及び併行精度

compounds	Conc. (mg/L)	
	0.008	0.08
Formaldehyde	80 ± 2 %	97 ± 2 %
Acetaldehyde	106 ± 1 %	100 ± 3 %

添加回収試験の結果、いずれの化合物も 80%以上の回収率が得られました。また、標品添加水道水の前処理・測定を繰り返し 5 回行った結果、併行精度は 3% (RSD) 以下でした。(Table.III)

4. まとめ

平成 28 年 3 月に改定正された水道水質の検査方法に基づき、DNPH 誘導体化-LC/UV 法を用いた水道水中ホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの分析を行った結果、基準値の 1/10 以下の濃度においても定量性が確保されることが確認されました。また、添加回収および併行精度いずれも基準に適合し、本検査の妥当性が確保されました。

【LC-201604HK-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。
また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1

<http://www.agilent.com/chem/jp>



Agilent Technologies