

ZORBAX Eclipse PAH カラムを用いた DNPH アルデヒド 16 種の分析



要旨

Author

外山 大純

アジレント・テクノロジー
株式会社

米国では、EPA（米国環境保護庁：Environmental Protection Agency）等により DNPH（2,4-ジニトロフェニルヒドラゾン）誘導体化アルデヒド 15 成分の測定法が示されています。また国内では大気汚染防止法により、ホルムアルデヒド及びアセトアルデヒドの 2 成分が有害大気汚染物質として規制されています。さらに悪臭防止法では、アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、*n*-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-バレルアルデヒド、イソバレルアルデヒドの 6 成分が規制対象となっています。今回、EPA 8315A に記載の 15 成分にイソブチルアルデヒドを加えた 16 成分を、水及びメタノールを用いた単純なグラジエント条件で良好に分離できましたので報告します。

Key words： DNPH アルデヒド、悪臭防止法、大気汚染防止法

システム

1260 Infinity II クオータナリポンプ (G7111B)
1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A)
1290 InfinityII マルチカラムサーモスタット(G7116B)
1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器
(G7117C, 60 mmセル)
ソフトウェア：OpenLab CDS 2

試料

下記標準液をアセトニトリルで100倍希釈したもの
(各アルデヒド濃度100 ng/mL)

製造元：富士フイルム和光純薬株式会社
製品番号：018-18231
製品名：16種アルデヒド-DNPH混合標準液

表1. HPLC条件

HPLC	
移動相 A	超純水
移動相 B	メタノール
流速	1.0 mL/min
グラジエント	グラジエントテーブル参照
カラム	ZORBAX Eclipse PAH 4.6 x 150 mm, 3.5μm (P/N: 959963-918)
カラム温度	15 °C
注入量	10μL (インジェクタプログラムにより 超純水 10μL と混合し注入)
UV	360 / 10 nm (reference 500 / 100 nm)

表2. グラジエント条件

min	移動相 A	移動相 B
0	44	56
55	13	87

表3. 測定化合物テーブル

#	化合物名	RT5(併行平均)
1	ホルムアルデヒド-DNPH	9.54
2	アセトアルデヒド-DNPH	14.00
3	プロピオンアルデヒド-DNPH	20.00
4	アクロレイン-DNPH	20.49
5	アセトン-DNPH	21.49
6	<i>n</i> -ブチルアルデヒド-DNPH	25.54
7	イソブチルアルデヒド-DNPH	26.05
8	クロトンアルデヒド-DNPH	29.06
9	<i>n</i> -バレルアルデヒド-DNPH	30.93
10	イソバレルアルデヒド-DNPH	33.02
11	<i>n</i> -ヘキサンアルデヒド-DNPH	36.49
12	ベンズアルデヒド-DNPH	40.09
13	<i>o</i> -トルアルデヒド-DNPH	43.51
14	<i>m</i> -トルアルデヒド-DNPH	44.12
15	<i>p</i> -トルアルデヒド-DNPH	46.72
16	2,5-ジメチルベンズアルデヒド-DNPH	50.67

結果

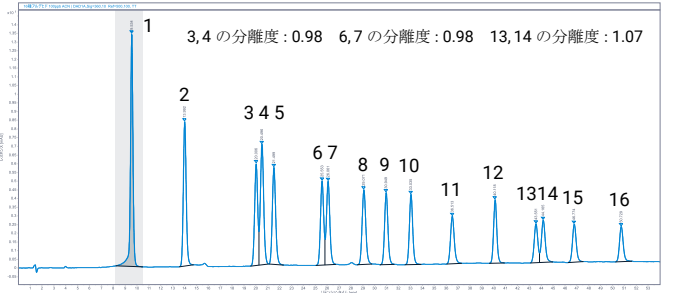


図 1. 表 1, 2 記載条件でのクロマトグラム

図 1 に表 1, 2 記載条件での UV クロマトグラムを示します。ピーク上部の数字は表 3 の # と対応しています。ZORBAX Eclipse PAH カラムを用いることで、水とメタノールの単純なグラジエント条件で DNPH アルデヒド 16 種を良好に分離することができました。ピークの分離度を算出したところ、ピーク 3 と 4 の分離度は 0.98、6 と 7 の分離度は 0.98、13 と 14 の分離度は 1.07 でした。

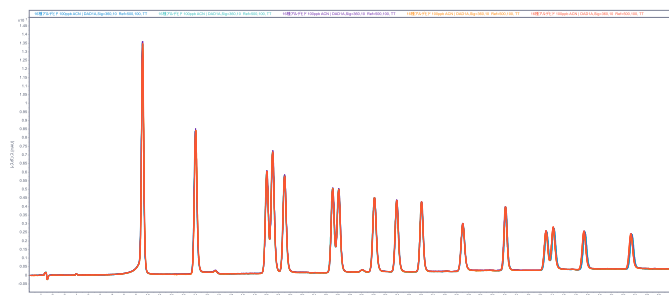


図 2. 5回連続分析時の重ね書きクロマトグラム

図 2 にサンプル 5 回連続分析時の重ね書きクロマトグラムを示します。また表 4 に RT の RSD%、面積値の RSD%、面積平均値を示します。RT の RSD%は 0.09%未満、面積値の RSD%は 1.01%未満と良好な再現性を示しました。

表 4. RT と面積値の RSD%および面積平均値

#	RT RSD%	面積値 (5 併行平均)	面積値 RSD%
1	0.071	201.167	0.671
2	0.065	141.412	0.652
3	0.042	107.545	0.522
4	0.044	136.363	0.520
5	0.041	111.008	0.531
6	0.053	93.212	0.570
7	0.049	97.288	0.649
8	0.038	93.550	0.499
9	0.039	82.131	0.539
10	0.033	79.219	0.162
11	0.031	61.106	0.319
12	0.045	69.198	0.402
13	0.063	48.334	0.367
14	0.068	54.862	1.008
15	0.086	49.071	0.983
16	0.083	44.389	0.794

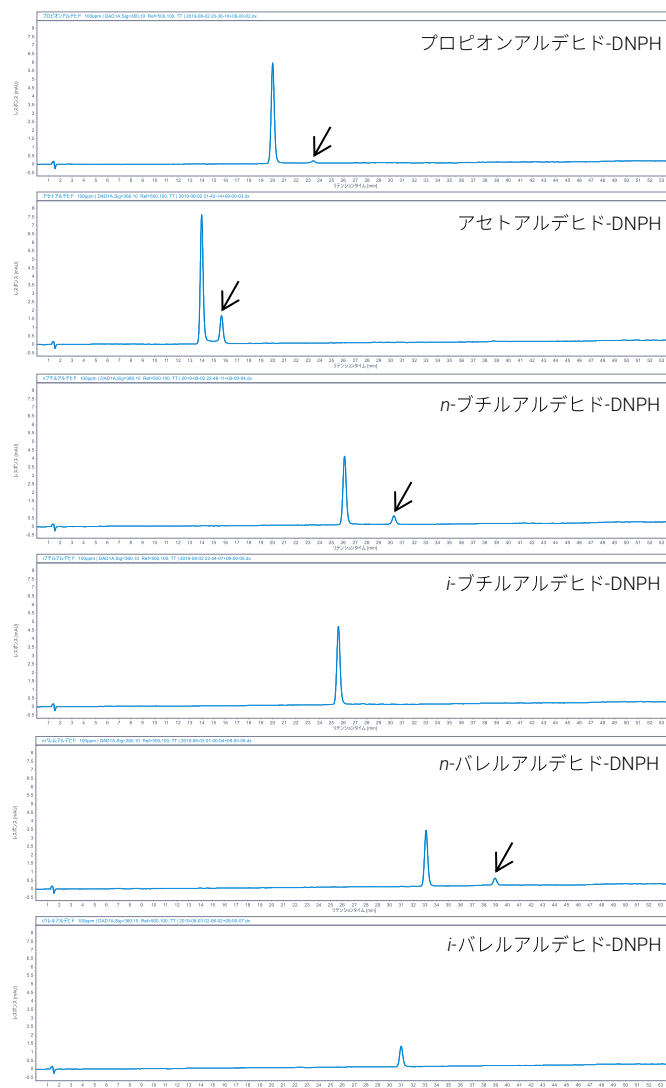


図 3. 悪臭防止法規制アルデヒド 6 種の DNPH 誘導体標準品の UV クロマトグラム

図 3 に悪臭防止法規制のアルデヒド 6 種（アセトアルデヒド、プロピオンアルデヒド、*n*-ブチルアルデヒド、イソブチルアルデヒド、*n*-パレルアルデヒド、イソパレルアルデヒド）の DNPH 誘導体標準品の UV クロマトグラムを示します。カラム温度が 15℃と低温のため DNPH-アルデヒドの *cis* 体と思われるピーク（図 3 の黒矢印）が確認されましたが、全体的なピーク分離は良好です。

まとめ

ZORBAX Eclipse PAHカラムを使用してDNPH-アルデヒド16種を分析しました。メタノールと水の単純なグラジエントを用いた表1,2の条件で、16成分を良好に分離することができました。5回連続分析を実施したところ、RT、面積値ともに良好な再現性を示しました。悪臭防止法規制のアルデヒド6種の標準品を分析したところ、DNPH-アルデヒドの*cis*体と思われるピークが確認されましたが、これらの成分を含めた全体的なピーク分離は良好でした。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っていません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2019

LC-201909TM-001