

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



著者

林 慶子
アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

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 II 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。

いずれの化合物も 0.005 ~ 0.1 mg/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。

システム

1260 Infinity II クォータナリポンプ (G7111B)
 1260 Infinity II バイアルサンブラ (G7129C) +ICC
 1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 (G7117B)
 (標準セルを使用)

OpenLab CDS 2.7 を使用し分析および解析を実施しました。

試料調製

アルデヒド類は超純水に所定量添加し、「別表十九の二」に準じて誘導体化後、分析に供しました。誘導体化は、検水 10 mL に 20 % リン酸水溶液 0.2 mL と DNPH 溶液 0.5 mL を順に加え、20 分間静置することで実施しました。

水道水 100 mL に塩化アンモニウム溶液 0.5 mL を添加して脱塩素処理を行った水道水に、標準液を 0.008 mg/L および 0.08 mg/L になるように標準添加した溶液をアルデヒド添加試料とし、誘導体化した試料を HPLC で分析しました。

分析条件

表 1. 分析条件

LC	
カラム	Pursuit XRs 3 C18, 4.6x100 mm, p/n : A6001100X046
カラム温度	40 °C
移動相	50 % アセトニトリル水溶液
流速	1.0 mL/min
注入量	100 µL
検出	360 nm/4 nm, reference 500/100 nm

結果

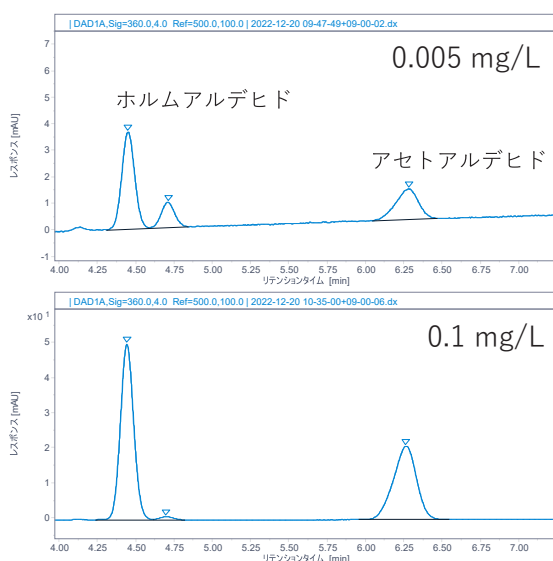


図 1. 0.005 mg/L および 0.1 mg/L 標準溶液のクロマトグラム

図 1 に 0.005 mg/L と 0.1 mg/L 標準溶液のクロマトグラムを示しました。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 におけるホルムアルデヒドピークの S/N は 142.4、アセトアルデヒドピークの S/N は 45.2 でした。

0.005、0.01、0.02、0.05、0.1 mg/L の標準試料の分析結果から得られた検量線を図 2 に示しました。0.005 ~ 0.1 mg/L の範囲で良好な直線性 (決定係数 $R^2 > 0.999$) が確認されました。検量線各点における面積値再現性を表 2 に示しました。

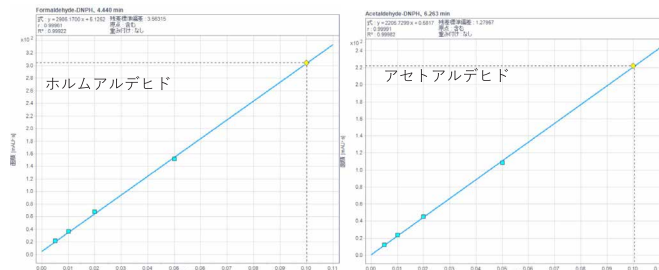


図 2. ホルムアルデヒドとアセトアルデヒドの検量線

表 2. 検量線各点における再現性 (RSD%, N=3)

濃度 (mg/L)	ホルムアルデヒド	アセトアルデヒド
0.005	2.79	2.19
0.01	1.13	0.78
0.02	1.22	0.41
0.05	0.94	0.41
0.1	0.11	0.07

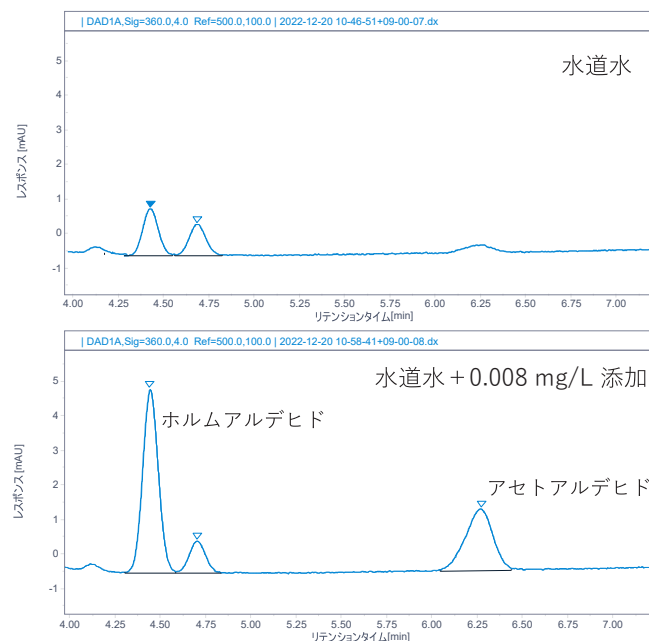


図 3. 水道水と 0.008 mg/L 添加試料のクロマトグラム

表 3. 水道水への添加試験の回収率 % (定量値)

回収率	添加量 (mg/L)	
	0.008	0.08
ホルムアルデヒド	99.2 %	104 %
アセトアルデヒド	99.4 %	97.1 %

次に水道水の分析と、水道水への添加試料の分析を行いました。図 3 に示すクロマトグラムが得られ、添加回収率 (定量値) は 0.008 mg/L 添加と 0.08 mg/L 添加において良好な結果が得られました。添加試料の 5 回繰り返し分析を実施し、得られた面積値再現性は 0.08 mg/L 添加試料でホルムアルデヒドが 0.74 %、アセトアルデヒドで 0.18 % でした。0.008 mg/L 添加試料ではホルムアルデヒドで 1.40 %、アセトアルデヒドで 2.50 % となり良好な再現性が示されました。

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およ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。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

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。

DE04784793

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2022

Printed in Japan, December 26, 2022

5994-5636JAJP