

フェノール化合物の測定 (HJ 703-2014)



革新技術:
Agilent Intuvo 9000 GC と FID



はじめに

HJ 703-2014 は中国環境保護部が承認したメソッドであり、土壌および堆積物中の 21 種類のフェノール化合物を水素炎イオン化検出器 (FID) を搭載したガスクロマトグラフを用いて測定します。このメソッドでは、サンプル抽出、分析、同定、定量の手順が指定されています [1]。

本資料では、メソッド HJ 703-2014 で概要が示されたフェノール類の分析の性能仕様を Agilent Intuvo 9000 が容易に実現できることを示します。

装置条件

- FID 付き Agilent Intuvo 9000 GC
- Agilent J&W DB-8270D Ultra Inert Intuvo, 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm column (p/n 122-9732-INT)
- 機器の設定は、2 mL/min の流量設定以外はすべて、HJ 703-2014 メソッドに記載されているものと同じ
- カラム温度プログラムに従ってプログラムされたガードチップ

サンプル前処理

- 21 種類のフェノールの濃度が 1,000 μg/mL の混合液を使用して、今回の調査のための標準液を準備しました (AccuStandard、コネチカット州ニューヘイブン)。
- 標準液は、ジクロロメタン:酢酸エチル (v/v) が 4:1 の混合液で、メソッドに記載された濃度 1、5、20、50、100 μg/mL で準備しました。

詳細については、以下をご覧ください。

www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies

結果と考察

図1は、21種類のフェノール類の濃度が20 µg/mLの場合のクロマトグラム例です。表1は、同定したフェノールを図1の各ピーク番号に対応させて表示しています。すべてのターゲット化合物の応答とピーク形状は、HJ 703-2014に示されている基準クロマトグラムとほぼ一致します。特に、2,4-ジニトロフェノール、4-ニトロフェノール、ペンタクロロフェノールの応答とピーク形状が特徴的です。これらの化合物は、フェノール類グループ内でも特に酸性が強く、最も分析が困難です。Intuvo 9000は、これらの化合物の分析において良好な性能を発揮し、注入口から検出器まで高度に不活性な流路であることを示しています。

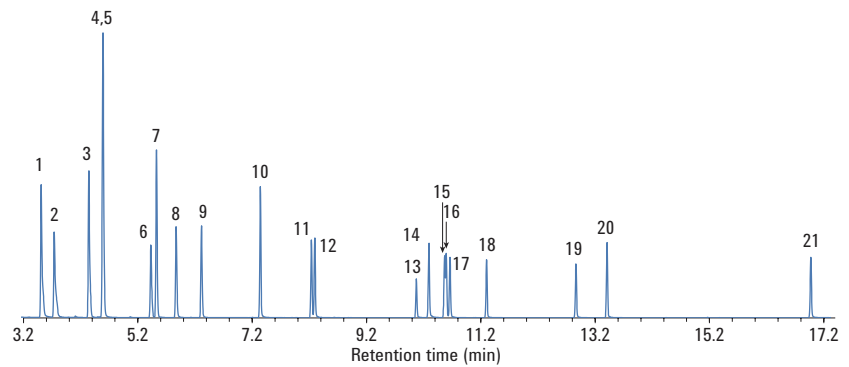


図1. HJ 703-2014に記載された21種類のフェノール類のクロマトグラム

表1. ターゲット同定のためのリテンションタイムウィンドウ

化合物の番号	ターゲット	平均 RT (分)	標準偏差 (分)	RT ウィンドウ (分)	範囲 (分)
1	フェノール	3.511	0.004	3.500 ~ 3.523	0.023
2	2-クロロフェノール	3.738	0.002	3.732 ~ 3.744	0.012
3	2-メチルフェノール	4.344	0.003	4.334 ~ 4.354	0.020
4,5	4-メチルフェノールと3-メチルフェノール	4.595	0.012	4.559 ~ 4.631	0.072
6	2-ニトロフェノール	5.429	0.003	5.419 ~ 5.439	0.020
7	2,4-ジメチルフェノール	5.528	0.006	5.510 ~ 5.546	0.036
8	2,4-ジクロロフェノール	5.871	0.003	5.862 ~ 5.881	0.019
9	2,6-ジクロロフェノール	6.314	0.003	6.304 ~ 6.323	0.019
10	4-クロロ-3-メチルフェノール	7.345	0.005	7.330 ~ 7.360	0.030
11	2,4,6-トリクロロフェノール	8.237	0.004	8.226 ~ 8.249	0.022
12	2,4,5-トリクロロフェノール	8.297	0.005	8.282 ~ 8.312	0.030
13	2,4-ジニトロフェノール	10.077	0.007	10.057 ~ 10.096	0.039
14	4-ニトロフェノール	10.301	0.020	10.241 ~ 10.361	0.120
15	2,3,4,5-テトラクロロフェノール	10.570	0.010	10.540 ~ 10.599	0.059
16	2,3,5,6-テトラクロロフェノール	10.599	0.009	10.571 ~ 10.626	0.055
17	2,3,4,6-テトラクロロフェノール	10.599	0.008	10.641 ~ 10.687	0.045
18	メチル-4,6-ジニトロフェノール	10.664	0.010	11.275 ~ 11.335	0.061
19	ペンタクロロフェノール	11.305	0.006	12.849 ~ 12.887	0.038
20	2-sec-ブチル-4,6-ジニトロフェノール	12.868	0.009	13.386 ~ 13.438	0.052
21	2-シクロヘキシル-4,6-ジニトロフェノール	13.412	0.008	16.954 ~ 17.001	0.047

化合物の同定は、リテンションタイムの範囲内での分析対象物のリテンションタイムに基づきます。時間の範囲は、標準溶液の平均リテンションタイムの標準偏差の6倍として定義しました。表1には、平均リテンションタイム、標準偏差、リテンションタイムウィンドウ、リテンションタイム範囲を記載しています。リテンションタイム精度はきわめて良好です。2,4,6-トリクロロフェノールと2,4,5-トリクロロフェノールの近接して溶出する2つの異性体のリテンションタイムウィンドウはオーバーラップしません。したがって、この2つの化合物を別々に同定し定量できます。

定量は、機器応答キャリブレーションに基づきます。ピークの面積または高さを使用して、直線にフィットする検量線を作成することができます。キャリブレーションを確実なものにするには、相関係数が0.995以上になること、キャリブレーション標準溶液濃度の中央において計算された濃度が±30%以内になることが必要です。表2に、相関係数と20 µg/mL標準溶液での計算濃度の誤差をまとめています。すべての値がメソッドキャリブレーション要件を上回っています。

表2. ターゲット化合物のキャリブレーション指標

化合物の 番号	ターゲット	相関係数	20 µg/mL の 標準溶液で の計算結果	20 µg/mL の 標準溶液での 計算結果の パーセント誤差
1	フェノール	1.000	18.4	-7.8
2	2-クロロフェノール	1.000	18.5	-7.5
3	2-メチルフェノール	0.999	18.0	-10.1
4,5	4-メチルフェノールと3-メチルフェノール	0.999	18.4	-7.8
6	2-ニトロフェノール	0.998	17.2	-13.9
7	2,4-ジメチルフェノール	1.000	18.5	-7.6
8	2,4-ジクロロフェノール	1.000	18.6	-7.0
9	2,6-ジクロロフェノール	1.000	18.6	-7.1
10	4-クロロ-3-メチルフェノール	1.000	18.6	-6.8
11	2,4,6-トリクロロフェノール	1.000	18.4	-7.9
12	2,4,5-トリクロロフェノール	1.000	18.9	-5.4
13	2,4-ジニトロフェノール	0.996	16.4	-17.8
14	4-ニトロフェノール	0.999	17.9	-10.4
15	2,3,4,5-テトラクロロフェノール	0.997	17.7	-11.3
16	2,3,5,6-テトラクロロフェノール	0.999	20.2	1.1
17	2,3,4,6-テトラクロロフェノール	1.000	19.6	-2.2
18	メチル-4,6-ジニトロフェノール	0.998	17.4	-13.2
19	ペンタクロロフェノール	0.999	18.3	-8.3
20	2-sec-ブチル-4,6-ジニトロフェノール	0.999	17.7	-11.5
21	2-シクロヘキシル-4,6-ジニトロフェノール	0.997	17.0	-14.8

結論

Agilent Intuvo 9000 は、フェノール類の分析のための優れた性能を備え、HJ 703-2014 が指定する要件を満たしています。

参考文献

1. Soil and Sediment – Determination of phenolic compounds by Gas Chromatography. National Environmental Protection Standard of the People's Republic of China. HJ 703-2014.

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

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. 2017

Printed in Japan, July 13, 2017

5991-8087JAJP



Agilent Technologies