

# Application News

## No.L476A

高速液体クロマトグラフィー  
High Performance Liquid Chromatography

### Prominence-i と Shim-pack XR-ODS を用いた 2,4-DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類分析の高速化

Rapid Analysis of 2,4-DNPH Derivatized Aldehydes and Ketones Using Prominence-i with Shim-pack XR-ODS Column

アプリケーションニュース No.L268 では、一体型高速液体クロマトグラフ LC-2010 と Shim-pack FC-ODS を用いた 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン (2,4-DNPH) による誘導体化アルデヒド/ケトン類の迅速分析をご案内いたしました。今回は分析時間の短縮を目的として、一体型高速液体クロマトグラフ “Prominence-i” と長さ 75 mm の “Shim-pack

XR-ODS” を用いて 2,4-DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類の分析条件の検討を行いました。

以下に 13 成分の 2,4-DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類混合標準液を用いて一斉分析を行った結果および高速分析の例をご紹介します。

Y. Arai

#### ■ 13 成分 DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類一斉分析

Simultaneous Analysis of 2,4-DNPH Derivatized Aldehydes and Ketones

Fig. 1 に 13 成分 DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類を一斉分析したクロマトグラムを、Table 1 に分析条件を示します。13 成分の分離は良好であり、ホルムアルデヒドの検出限界は 13 pg, 定量限界は 41 pg となりました。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: A: Water/THF = 8/2 B: Acetonitrile
Time Program	: B Conc. 20 % → 60 % (30 min) → 20 % (30-35 min)
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Injection Volume	: 10 μL
Column Temp.	: 40 °C
Detection	: UV360nm

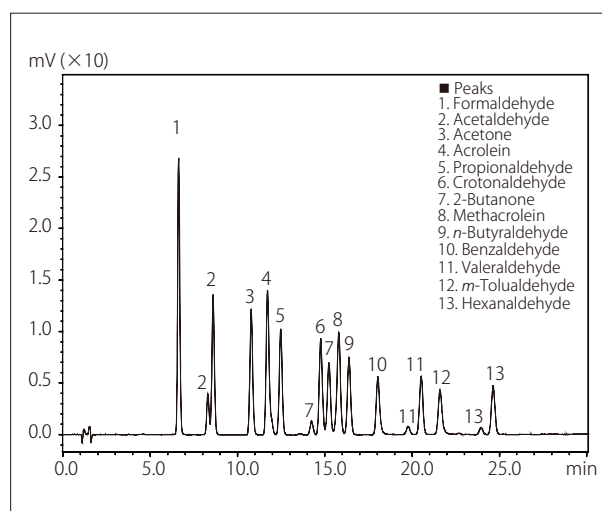


Fig. 1 標準混合溶液のクロマトグラム (アルデヒド濃度で各 1.0 mg/L)  
Chromatogram of Standard Sample  
(each 1.0 mg/L as carbonyl compounds)

#### ■ 直線性

Linearity

Shim-pack VP-ODS による 13 成分 DNPH 誘導体化アルデヒド/ケトン類標準混合溶液 (各 0.03 ~ 3 mg/L, 10 μL 注入) の検量線を作成しました。Fig. 2 にホルムアルデヒド、2-ブタンオンおよびヘキサナルデヒドの検量線を示します。その他、全ての成分でも寄与率 (R<sup>2</sup>) は 0.9999 以上と良好な直線性が得られています。Table 2 に各濃度 1.0 mg/L での面積値再現性 (n = 3) を示します。

面積値の %RSD は全ての成分で 1 % 以内となり、非常に良好な再現性が得られました。

Table 2 面積値再現性 (n=3)  
Repeatability of Peak Area

	面積%RSD		面積%RSD
Formaldehyde	0.429	Methacrolein	0.186
Acetaldehyde	0.209	n-Butyraldehyde	0.095
Acetone	0.728	Benzaldehyde	0.979
Acrolein	0.108	Valeraldehyde	0.580
Propionaldehyde	0.222	m-Tolualdehyde	0.355
Crotonaldehyde	0.765	Hexanaldehyde	0.644
2-Butanone	0.969		

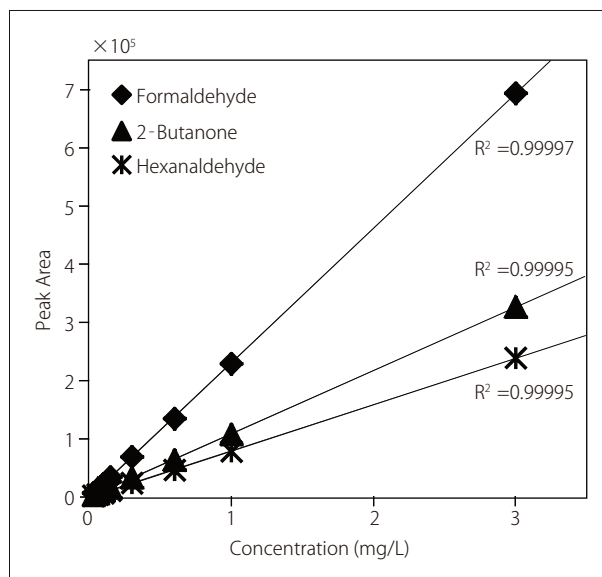


Fig. 2 直線性  
Linearity

## ■ 13 成分 DNPH 誘導体化アルデヒド／ケトン類 一斉分析の高速化

Rapid Analysis of 2,4-DNPH Derivatized Aldehydes and Ketones

次に、カラム“Shim-pack XR-ODS (75 mm × 4.6 mm 2.2 μm)”を用いて上記分析の高速化を検討しました。Fig. 3 にクロマトグラムを、Table 3 に分析条件を示します。ホルムアルデヒドの検出限界は 12 pg、定量下限は 37 pg となりました。分離はほとんど損なわれることなく分析時間を 30 分間から 15 分間と約 1/2 となり、高速高感度に分析することができました。

Table 3 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mm L. × 4.6 mm I.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A: Water/THF = 8/2 B: Acetonitrile
Time Program	: B Conc. 20 % → 60 % (15 min) → 20 % (15-17 min)
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Injection Volume	: 10 μL
Column Temp.	: 40 °C
Detection	: UV360nm

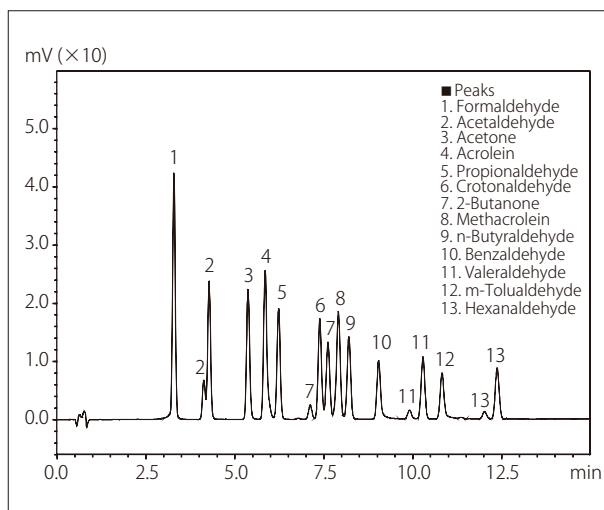


Fig. 3 標準混合溶液のクロマトグラム (アルデヒド濃度で各 1.0 mg/L)  
Chromatogram of Standard Sample  
(each 1.0mg/L as carbonyl compounds)

## ■ 高速分析における直線性

Linearity of the Rapid Analysis

Shim-pack XR-ODS を用いた高速分析においても同様に 0.03 ~ 3 mg/L (10 μL 注入) の範囲で段階的に希釈した 13 成分 DNPH 誘導体化アルデヒド／ケトン類標準混合溶液の検量線を作成しました。Fig. 4 にホルムアルデヒド、2-ブタンオンおよびヘキサナルデヒドの検量線を示します。他の成分もすべて寄与率 (R<sup>2</sup>) は 0.9999 以上となり良好な直線性を示しました。Table 4 に示した濃度 1.0 mg/L における面積値の %RSD も全ての成分が 1 % 以内となりました。

Table 4 面積値再現性 (n=3)  
Repeatability of Peak Area

	面積%RSD		面積%RSD
Formaldehyde	0.255	Methacrolein	0.229
Acetaldehyde	0.139	n-Butyraldehyde	0.333
Acetone	0.139	Benzaldehyde	0.247
Acrolein	0.226	Valeraldehyde	0.101
Propionaldehyde	0.171	m-Tolualdehyde	0.917
Crotonaldehyde	0.423	Hexanaldehyde	0.579
2-Butanone	0.333		

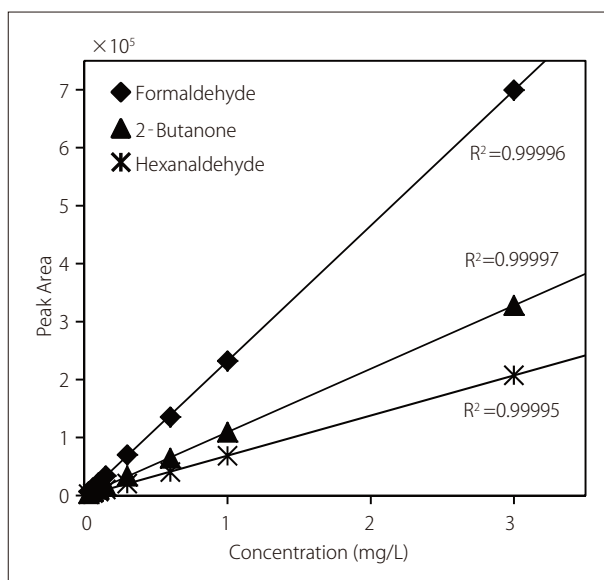


Fig. 4 直線性  
Linearity

株式会社 島津製作所

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2014年11月

初版発行：2014年9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(075)813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-09402-490-1K  
2014.9