

LC-2010とShim-pack FC-ODSを用いた 2,4-DNPH誘導体化アルデヒド/ケトン類の迅速分析

Rapid Analysis of 2,4-DNPH Derivatized Aldehydes and Ketones
Using LC-2010 Liquid Chromatograph and Shim-pack FC-ODS Column

室内および環境空気中のアルデヒド/ケトン類を2,4-ジニトロフェニルヒドラジン（以下2,4-DNPH）で誘導体化し、HPLCにより分析する方法については、これまでもアプリケーションニュースNo.L252, L257でご紹介してきました。

今回は分析時間の短縮を目的として、一体型の高速度液体クロマトグラフ“LC-2010”と、長さ75mmの高性能分

離カラム“Shim-pack FC-ODS”を用いて分析条件の再検討を行いました。

今回の分析例では、アイソクラティック法で成分間の分離を向上させた例と、13成分の一斉分析において分析時間を従来の約半分に短縮した例をご紹介します。

(T.Goto)

アイソクラティック法によるホルムアルデヒド、アセトアルデヒドの分析

Determination of Formaldehyde and Acetaldehyde by Isocratic Elution Method

Fig.1には、ホルムアルデヒドとアセトアルデヒドの2,4-DNPH誘導体化物の標準品をアイソクラティック溶離法により分析した例を示します。また、このときの分析条件をTable 1に示します。

アプリケーションニュースNo.L252において、長さ150mmの標準的なODSカラムを用いて同様の分析を行った例を紹介しましたが、未反応の2,4-DNPHとホルムアルデヒド誘導体化物との分離という点では十分とは言えませんでした。今回は移動相組成を変えて保持を強くした結果、ほぼ同じ分析時間で分離を大きく改善することができました。

Fig.2には、環境大気と化学実験室の空気をそれぞれ捕集・誘導体化し、同様の条件で分析した例を示しました。捕集には市販の2,4-DNPH含浸カートリッジを用い、0.5L/minで60分間空気を吸引しました。捕集後、アセトニトリル5mLをカートリッジに通して成分を脱離し、HPLCに注入しました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (75mmL. × 4.6mm I.D.)
Mobile phase	: Water / Acetonitrile (55/45, v/v)
Flow rate	: 1.0mL/min
Temperature	: 40
Detection	: UV-360nm

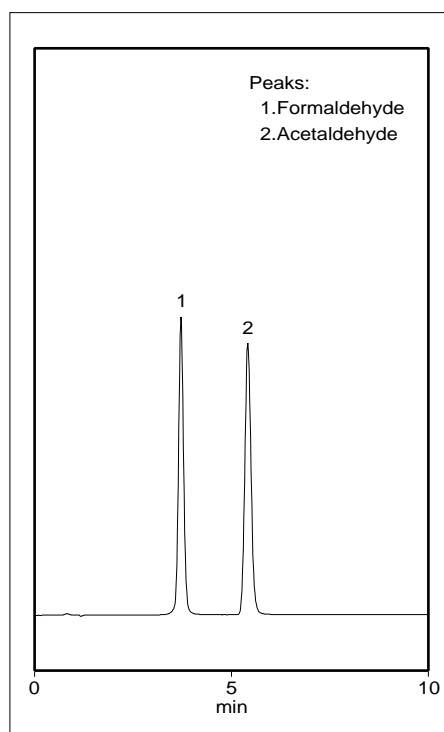


Fig.1 標準品のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Sample
(formaldehyde 0.35 μ g/mL, acetaldehyde 0.55 μ g/mL, 10 μ L injected).

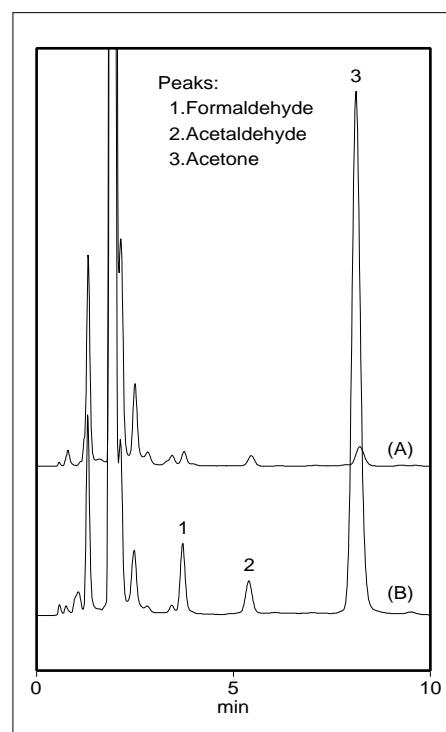


Fig.2 環境空気 (A) および実験室内空気 (B) の分析例
Chromatograms of Environmental Air (A) and Indoor Air at Laboratory (B)

グラジエント法によるアルデヒド / ケトン類13物質の一斉分析

Simultaneous Determination of Aldehydes and Ketones by Gradient Elution Method

Fig.3には、13種類の2,4-DNPH誘導体化アルデヒド / ケトン類の標準品をグラジエント溶離法により一斉分析した例を示します。また、このときの分析条件をTable 2に示します。

アプリケーションニュースNo.L257では、長さ150mmの標準的なODSカラムを用いて同様の分析を試みた例をご紹介しました。そちらの例では1回の分析時間が（グラジエント後の再平衡化時間を含めると）約40分かかっていましたが、今回の条件ではピーク間の分離をほとんど犠牲にすることなく、約半分の時間で分析を行うことができました。

Fig.4には、化学実験室の空気を捕集・誘導体化し、同様の条件で分析した例を示しました。捕集条件の詳細はFig.2と同じです。

Table 3には、Fig.3と同じ標準溶液を10回繰り返し注入したときの、各ピークの保持時間と面積値の相対標準偏差を示しました。いずれの成分についても良好な再現性が得られています。なお、この結果はあくまでも一例であり、装置性能を保証するものではないことにご注意ください。

Table 3 繰り返し再現性
Repeatability

	r.s.d. [%]	
	Retention time	Peak area
Formaldehyde	0.06	0.24
Acetaldehyde	0.05	0.21
Acetone	0.04	0.23
Acrolein	0.04	0.22
Propionaldehyde	0.04	0.30
Crotonaldehyde	0.04	0.26
2-Butanone	0.03	0.21
Methacrolein	0.03	0.32
n-Butylaldehyde	0.03	0.26
Benzaldehyde	0.03	0.34
Valeraldehyde	0.03	0.35
m-Tolualdehyde	0.03	0.39
Hexaldehyde	0.02	0.39

Table 2 分析条件
Analytical conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (75mmL. x 4.6mm I.D.)
Mobile phase	: A ; Water / Tetrahydrofuran (8/2, v/v) B ; Acetonitrile
Gradient program	: 0 - 14 min B.Conc. 20 - 60% linear gradient 14 - 20 min B.Conc. 20% hold
Flow rate	: 1.2mL/min
Temperature	: 40
Detection	: UV-365nm

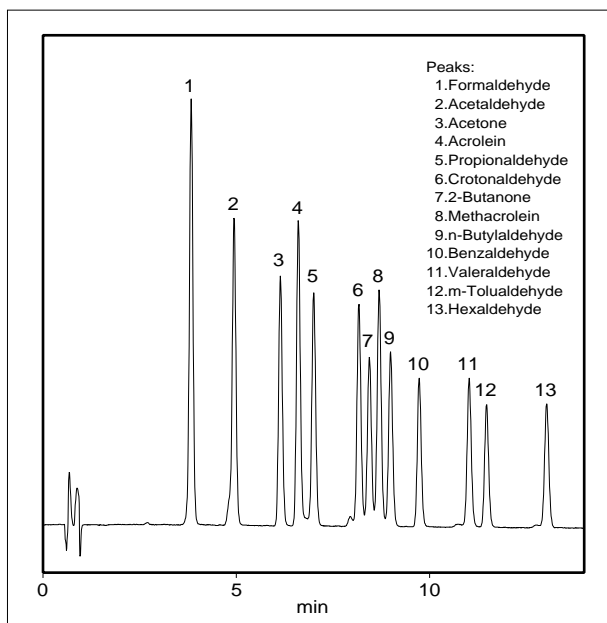


Fig.3 標準品のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Sample (each 0.3 μg/mL as carbonyl compounds, 10 μL injected).

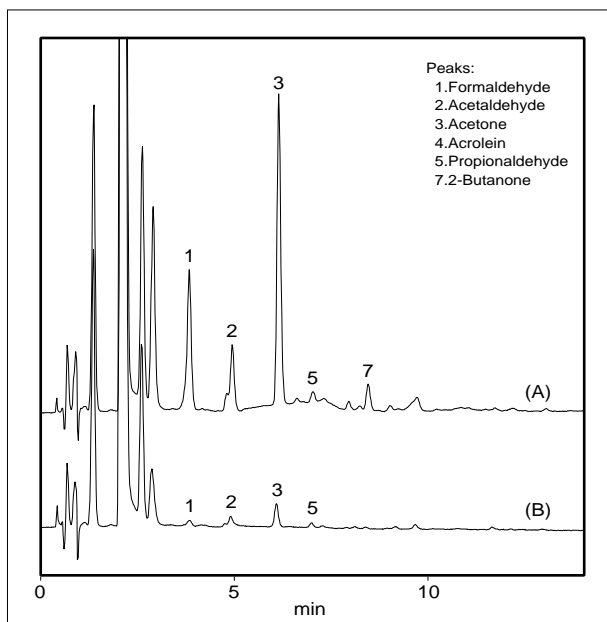


Fig.4 実験室内空気 (A) および操作ブランク試料 (B) の分析例
Chromatograms of Indoor Air at Laboratory (A) and Operation blank (B).

初版発行：2001年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(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。