

“Prominence RF-20Axs” 蛍光検出器の応用（その2） トコフェロール，多環芳香族炭化水素の高速分析

Applications by the "Prominence RF-20Axs" Fluorescence Detector (Part 2) High Speed Analysis of Tocopherols and Polycyclic Aromatic Hydrocarbons

蛍光検出器は検出感度と選択性の高さにより、幅広い分野で不可欠な検出器として活用されています。

“Prominence RF-20Axs” 蛍光検出器は、これまでにない高感度（水ラマンSN比=2000以上）に加えて、セル温度調節機能を標準装備しており、室温変動に影響されない信

頼性の高い分析が可能となります。また、高速サンプリングと高速レスポンス性能により、超高速LC用蛍光検出器としても性能を発揮します。

ここでは、“Prominence RF-20Axs” を用いたトコフェロールと多環芳香族炭化水素の高速分析例をご紹介します。

K.Watanabe M.Ogaito

■トコフェロールの分析

Analysis of Tocopherols

トコフェロール（ビタミンE）は酸化防止剤や栄養強化剤などの食品添加物として用いられるだけでなく、天然食材に含まれる栄養素でもあり、 α -トコフェロール（Fig. 1）をはじめ β -、 γ -、 δ -の異性体が知られています。

HPLCによるトコフェロール異性体の分析では、順相モードと蛍光検出器の組み合わせが広く用いられていますが、ここでは高速高分離分析用カラム“Shim-pack XR-SIL”（粒子径2.2 μm ）と“RF-20Axs”を用いた超高速分析を試みました。Fig. 2に、コンベンショナルカラムである“Shim-pack CLC-SIL(M)”（粒子径5 μm ）と“Shim-pack XR-SIL”を用いたトコフェロール4成分標準溶液（各2 mg/L）の分析例を、Table 1に分析条件を示します。“Shim-pack XR-SIL”を用いることにより、分析時間を4分の1以下に短縮することができました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-SIL (75 mm L. \times 3.0 mm I.D., 2.2 μm) Shim-pack CLC-SIL(M) (150 mm L. \times 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: Hexane / 2-Propanol = 100 / 0.5 (v/v)
Flow Rate	: 1.2 mL/min (XR-SIL), 1.0 mL/min (CLC-SIL(M))
Column Temp.	: 30 $^{\circ}\text{C}$
Injection Volume	: 4 μL (XR-SIL), 10 μL (CLC-SIL(M))
Detection	: RF-20Axs Ex. at 298 nm, Em. at 325 nm
Cell Temp.	: 25 $^{\circ}\text{C}$
Flow Cell	: Semi-micro Cell (XR-SIL) Conventional Cell (CLS-SIL(M))

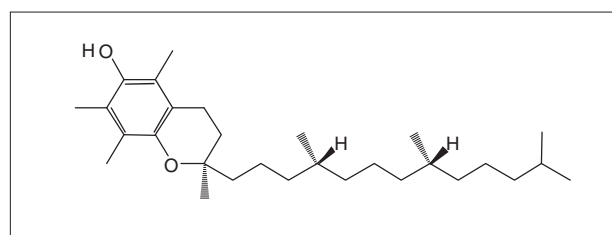


Fig. 1 α -トコフェロールの構造
Structure of α -Tocopherol

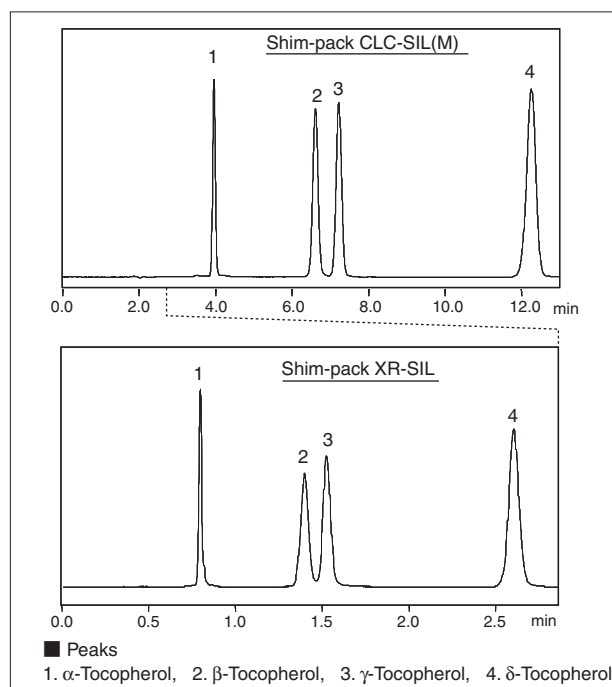


Fig. 2 トコフェロール標準溶液のクロマトグラム（各2 mg/L）
Chromatograms of Standard Mixture of Tocopherols (2 mg/L each)

多環芳香族炭化水素の分析

Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons

多環芳香族炭化水素 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons ; PAHs) は、広範囲に渡る環境汚染物質のひとつであり、そのいくつかは発がん性、変異原性などの毒性を持つことが知られています。米国環境保護局 (EPA) は16成分の多環芳香族炭化水素を「優先汚染物質」に指定して規制対象としており、EPA method 550.1 (飲料水)、EPA method 610 (排水) などでHPLCやGCを用いた試験法を示しています。

多環芳香族炭化水素の多くは蛍光性であり、蛍光検出器により高感度に選択性良く検出できます。ここでは蛍光を発しないアセナフチレンを除く15成分について、“RF-20Axs”を用いた成分群毎のオンタイム励起・蛍光波長切換による分析を試みました。Fig. 3に15成分標準溶液のクロマトグラムを、Table 2に分析条件を示します。本分析条件により、4分以内にこれら15成分を最適波長で分析することができました。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: SUPELCO SIL LC-PAH (50 mm L. × 4.6 mm I.D., 3 μm)
Mobile Phase	: A ; Water B ; Acetonitrile
Time Program	: B Conc. 50 % (0-0.5 min) → 88 % (3.0 min) → 88 % (3.0-4.2 min) → 100 % (4.21-4.5 min) → 50 % (4.51-5.0 min)
Flow Rate	: 3.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 5 μL
Detection	: RF-20Axs 0 - 1.54 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : ×1 - 1.89 min Ex. at 250 nm, Em. at 370 nm, Gain : ×1 - 2.30 min Ex. at 330 nm, Em. at 430 nm, Gain : ×4 - 2.75 min Ex. at 270 nm, Em. at 390 nm, Gain : ×1 - 3.62 min Ex. at 290 nm, Em. at 430 nm, Gain : ×1 - 4.20 min Ex. at 370 nm, Em. at 460 nm, Gain : ×16 - 5.00 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : ×1
Cell Temp.	: 20 °C

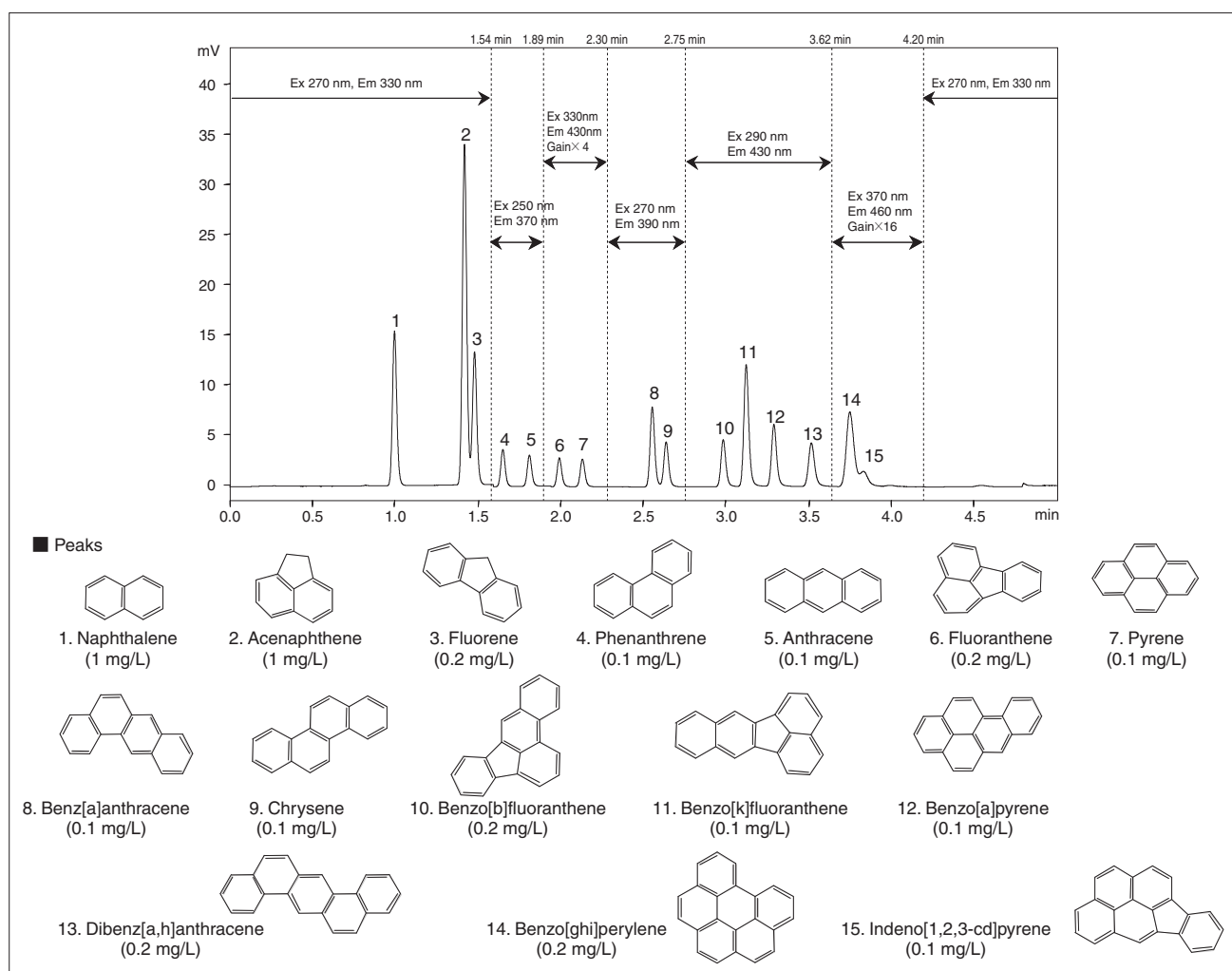


Fig. 3 多環芳香族炭化水素標準溶液のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons

初版発行：2009年10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。