

Application News

No. L468

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

一体型高速液体クロマトグラフ "Prominence-i" による多環芳香族炭化水素の一斉分析

Simultaneous Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon by the Integrated High Performance Liquid Chromatograph "Prominence-i"

多環芳香族炭化水素の多くは蛍光性を持つため、蛍光検出器を用いて高感度に選択性良く検出することが可能です。島津製作所では蛍光検出器を用いた多環芳香族炭化水素 (PAHs) の一斉分析について、これまでもアプリケーションニュース No.L393, L441A でご紹介してきました。しかし、米国環境保護局 (EPA) が「優先汚染物質」として指定した 16 成分の多環芳香族炭化水素のうち、Acenaphthylene は蛍光性を示さないため、蛍光検出器のみでは 16 成分を一斉に分析することができません。そこで、今回は "Prominence-i" に内蔵の UV 検出器と "RF-20Axs" を用いて、多環芳香族炭化水素 16 成分の一斉分析を、オンタイム励起・波長切替えと複数波長による同時測定 of 2 種の分析法で、それぞれ行った例をご紹介します。

Y. Arao

■オンタイム励起・波長切替えによる分析

Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons by Wavelength Switching Mode

Fig. 1 (a) に UV 検出器 (検出波長: 254 nm) で分析したクロマトグラムを、Table 1 に分析条件を示します。本条件では分離は良好ですが、PAHs は紫外吸収が少ないため、UV のみでは感度が不足してしまいます。

Fig. 1 (b) に Prominence-i と RF-20Axs を接続し、成分群毎のオンタイム励起・波長切替により多環芳香族炭化水素 16 成分を一斉分析したクロマトグラムを、Table 2 に蛍光検出器および UV 検出器を併用して分析した際の分析条件を示します。蛍光性を示さない Acenaphthylene は、UV 吸収検出器により極大吸収波長付近の 230 nm で検出しました。本分析条件では、16 成分の分離および感度は良好であり、各成分を最適波長で分析することができました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: RESTEK Pinnacle II PAH (250 mm L. x 4.6 mm I.D., 4 μm)
Mobile Phase	: A: Water B: Acetonitrile
Column Temp.	: 40 °C
Time Program	: B Conc. 60 % (0 - 5 min) → 100 % (30 - 35 min) → 60 % (35 - 40 min)
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Injection	: 5 μL
Detector	: UV at 254 nm

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Detector	: UV at 230 nm RF-20Axs
	0.0 - 10.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : X1
	10.0 - 12.8 min Ex. at 250 nm, Em. at 370 nm, Gain : X1
	12.8 - 16.0 min Ex. at 330 nm, Em. at 430 nm, Gain : X4
	16.0 - 21.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 390 nm, Gain : X1
	21.0 - 27.6 min Ex. at 290 nm, Em. at 430 nm, Gain : X1
	27.6 - 30.0 min Ex. at 370 nm, Em. at 460 nm, Gain : X16
	30.0 - 40.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : X1
Cell Temp.	: 28 °C

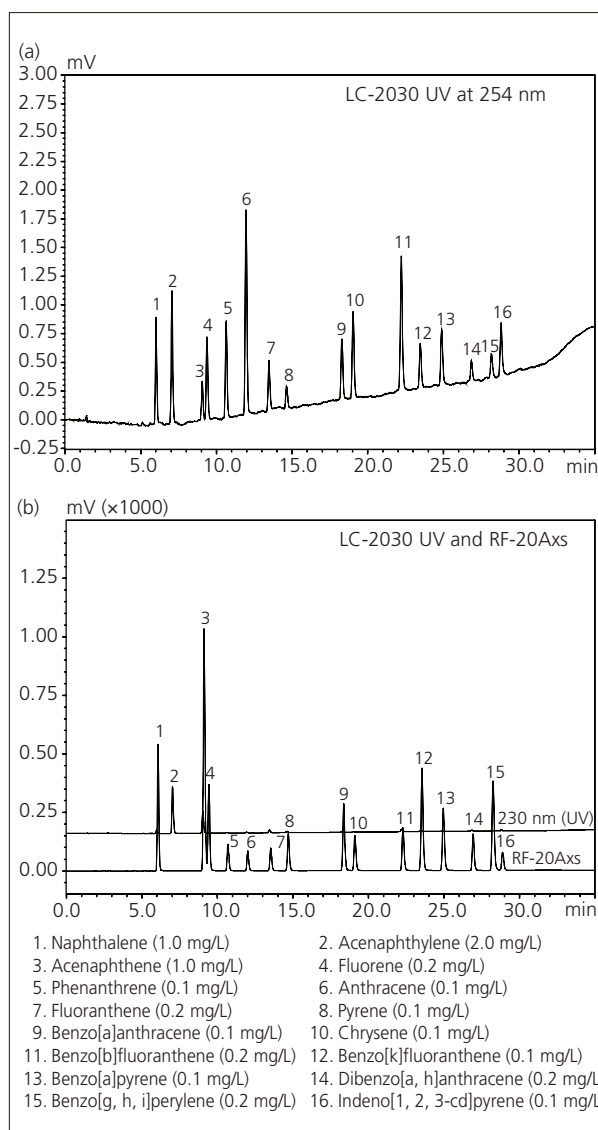


Fig. 1 (a) UV 検出器による 16 種類 PAHs 一斉分析クロマトグラム
(b) RF-20Axs および UV 検出器による PAHs 一斉分析クロマトグラム
(a) UV Chromatogram of 16 PAHs Standard Mixture
(b) Chromatogram of 16 PAHs Standard Mixture Analyzed by the RF-20Axs and UV detector
※ (b) の UV 検出器でのピーク強度は測定時の 10 倍に変換しています。

■ 4 波長同時測定による分析

Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons by Simultaneous Multichannel Wavelength Mode

Fig. 2 に蛍光検出器 RF-20Axs のオンタイム励起・波長切替で PAHs 標準混合溶液の高速分析を行った結果を、Table 3 に分析条件を示します。本条件においては、保持時間 13.5 min 付近の、15. Benzo [g, h, i] perylene および 16. Indeno [1, 2, 3-cd] pyrene の分離が悪くなってしまう。

次に、Fig. 3 に RF-20Axs を用いて、4 種類の波長で同時に分析を行った結果を、Table 4 に分析条件を示します。この結果、オンタイム励起・波長切替では分離が困難であった成分においても高感度に選択性良く分離を行うことができました。

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Column	: SUPELCO TM LC-PAH (100 mm L. x 3.0 mm I.D., 3 μm)
Mobile Phase	: A: Water B: Acetonitrile
Time Program	: B Conc. 50 % (0 - 2 min) → 100 % (13.5 - 14 min) → 50 % (14 - 15 min)
Flow Rate	: 0.7 mL/min
Injection	: 5 μL
Column Temp.	: 40 °C
Detector	: UV at 230 nm RF-20Axs 0.0 - 10.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : X1 10.0 - 12.8 min Ex. at 250 nm, Em. at 370 nm, Gain : X1 12.8 - 16.0 min Ex. at 330 nm, Em. at 430 nm, Gain : X4 16.0 - 21.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 390 nm, Gain : X1 21.0 - 27.6 min Ex. at 290 nm, Em. at 430 nm, Gain : X1 27.6 - 30.0 min Ex. at 370 nm, Em. at 460 nm, Gain : X16 30.0 - 40.0 min Ex. at 270 nm, Em. at 330 nm, Gain : X1
Cell Temp.	: 28 °C

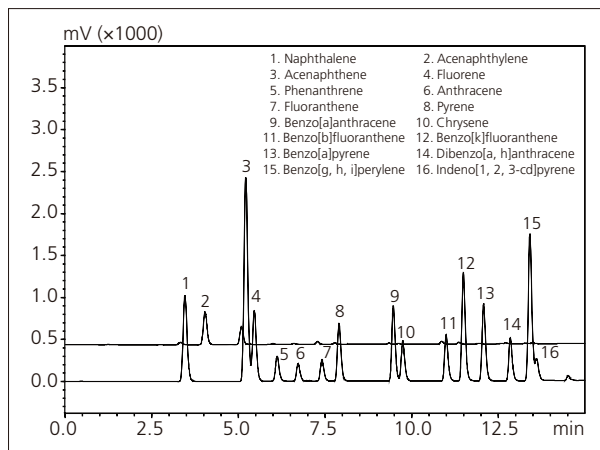


Fig. 2 UV および蛍光検出器による PAHs 混標準混合溶液の高速分析
Rapid Analysis of 16 PAHs Standard Mixture by UV and
Fluorescent Detector with Wavelength Switching Mode
※ (b) の UV 検出器でのピーク強度は測定時の 10 倍に変換しています。

Table 4 分析条件
Analytical Conditions

Column Temp.	: 40 °C
Detector	: UV at 230 nm RF-20Axs Ex. at 260 nm, Em. at 350 nm Ex. at 260 nm, Em. at 420 nm Ex. at 285 nm, Em. at 440 nm Ex. at 305 nm, Em. at 495 nm
Cell Temp.	: 28 °C

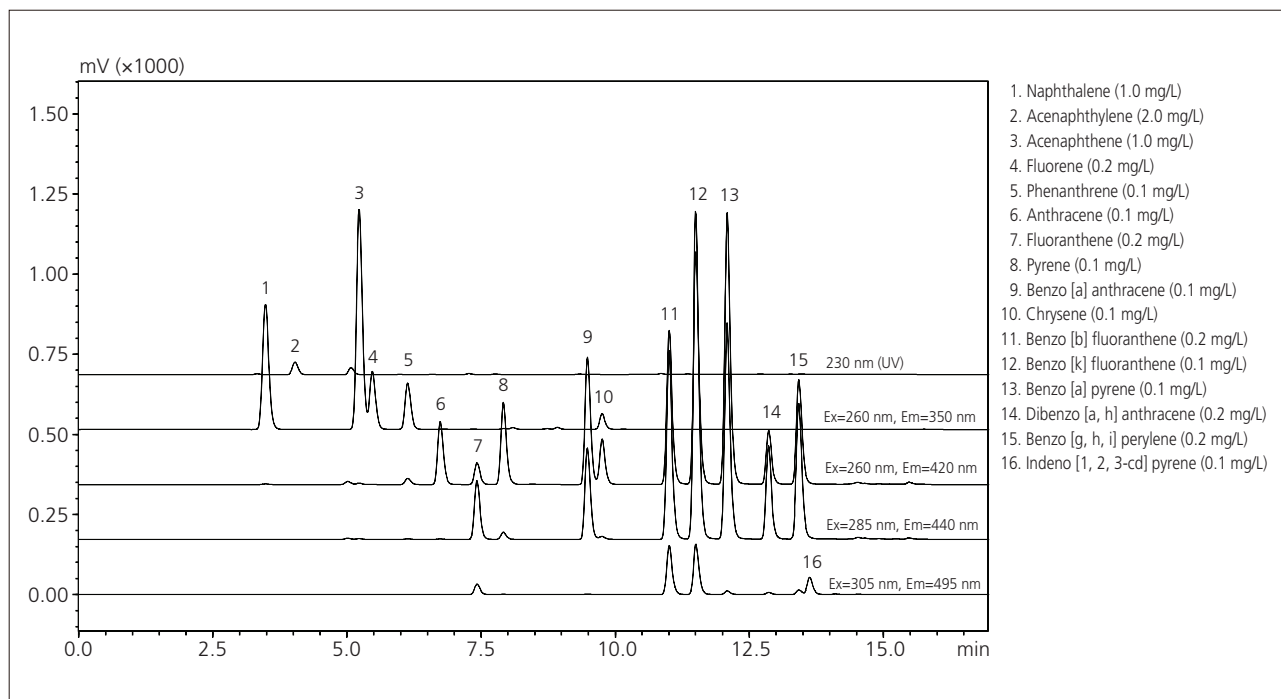


Fig. 3 多波長同時測定による 16 種類 PAHs 標準混合溶液の高速分析 (4 波長同時測定)
Rapid Analysis of 16 PAHs Standard Mixture by Simultaneous Multichannel Wavelength Mode

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

初版発行：2014年6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。