

Application News

No. L508

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

水質基準に準拠した 誘導体化 – 高速液体クロマトグラフ法による ホルムアルデヒドの分析

Analysis of Formaldehyde by Derivatization – High Performance Liquid Chromatography

平成 28 年 3 月 30 日付で水質基準に関する省令の改正が公布（平成 28 年厚生労働省告示 第 115 号；平成 28 年 4 月 1 日施行）され、告示第 261 号の一部が改正されました。この中でホルムアルデヒドの検査方法として誘導体化 - 高速液体クロマトグラフ法が追加されました。基準値はこれまでと変わらず 0.08 mg/L 以下です。

ここでは、一体型島津高速液体クロマトグラフ Prominence-i を用いて、誘導体化 - 高速液体クロマトグラフ法（以下、告示法）に準拠したホルムアルデヒドの分析例をご紹介します。

M. Oshiro

■ 分析方法

Analytical Method

告示法では、試料に対する前処理としてリン酸と 2, 4 - ジニトロフェニルヒドラジン溶液（以下、DNPH 溶液）を添加します。なお検水に残留塩素が含まれている場合、試料 100 mL に対して、塩化アンモニウム溶液（1 w/v%）を 0.1 - 0.5 mL 添加した後、誘導体化処理を行います。Fig. 1 に本告示法の前処理手順を示します。

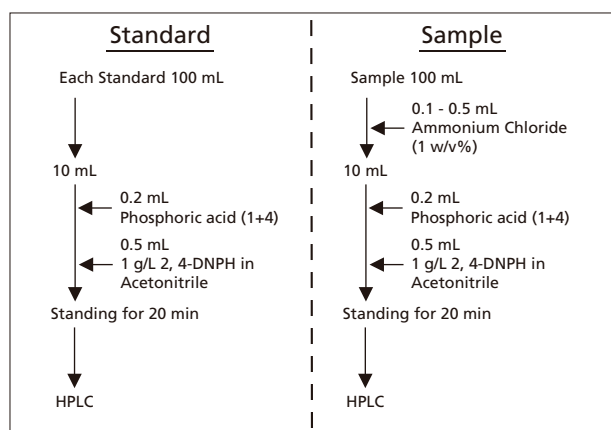


Fig. 1 前処理
Pretreatment

■ 標準液の分析

Analysis of Standard Solution

Fig. 2 に基準値の 1/10 濃度以下であるホルムアルデヒド標準液（0.005 mg/L）の分析結果を、Table 1 にその分析条件を示します。なお、同様の誘導体化処理を超純水に対して行ったところ微量のホルムアルデヒドが検出されましたが、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン*が定める値より小さいことを確認しました。

*厚生労働省「水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン」では、妨害ピークを認める場合は妨害ピークの面積が基準値の 1/10 濃度の標準液から得られるピーク面積の 1/3 未満であることを確認する、とされています。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile=50/50(v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection	: 50 µL
Detection	: UV 360 nm (Cell temp. 40 °C)

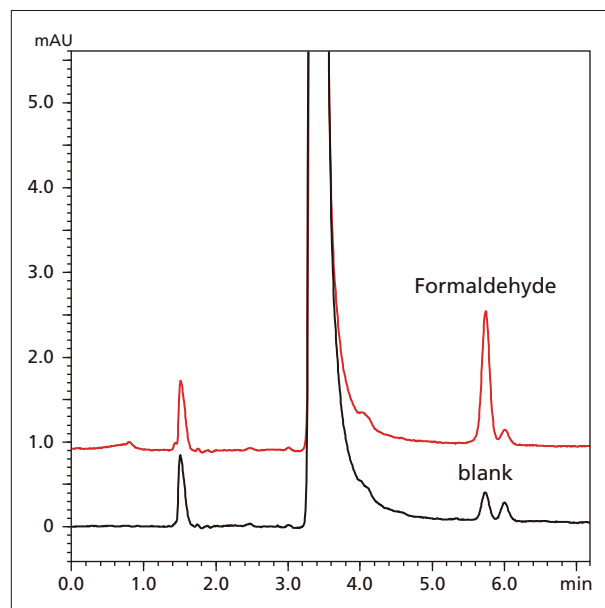


Fig. 2 ホルムアルデヒド標準液のクロマトグラム
（上段：ホルムアルデヒド 0.005 mg/L 下段：超純水）
Chromatograms of Standard Formaldehyde
(Upper: Formaldehyde 0.005 mg/L, Lower: blank)

■直線性

Linearity

Fig. 3 にホルムアルデヒド標準液の検量線を示します。告示法にて規定されている 0.005 - 0.1 mg/L の濃度範囲で作成しました。相関係数 (R^2) は 0.999 以上と良好な直線性を示します。

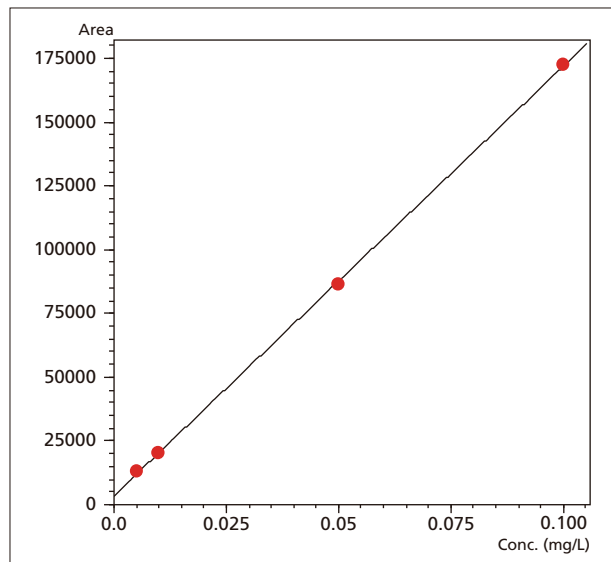


Fig. 3 検量線
Calibration Curve

■再現性

Repeatability

Fig. 4 に基準値の 1/10 濃度以下であるホルムアルデヒド標準液 (0.005 mg/L) を 6 回繰り返し分析したクロマトグラムと保持時間及び面積の相対標準偏差 (%RSD) を示します。

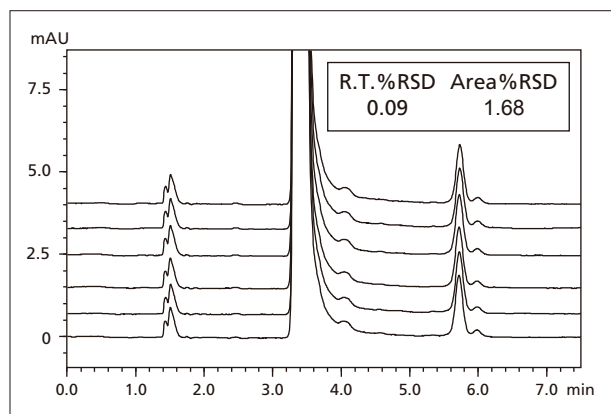


Fig. 4 ホルムアルデヒド標準液のクロマトグラム (0.005 mg/L, n=6)
Chromatograms of Standard Formaldehyde (0.005 mg/L, n=6)

■水道水の分析

Analysis of Tap Water

水道水に基準値の 1/10 濃度である 0.008 mg/L のホルムアルデヒド標準液を添加した分析結果を Fig. 5 に示します。今回使用した水道水には、基準値濃度以下のホルムアルデヒドが含まれていましたが、定量結果には影響を与えませんでした。なお添加回収率は 109 % でした。

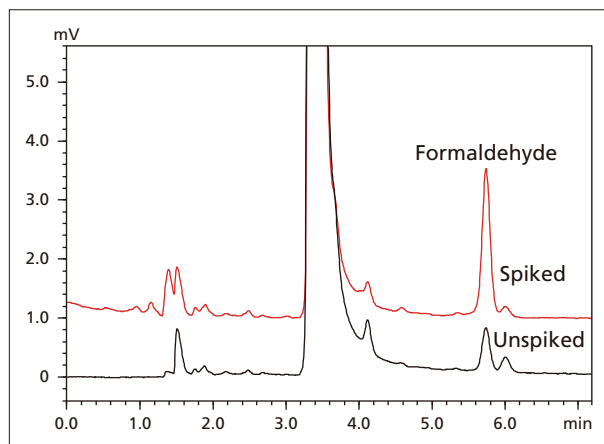


Fig. 5 水道水のクロマトグラム
(上段: 0.008 mg/L ホルムアルデヒド添加 下段: 非添加)
Chromatograms of Tap Water
(Upper: 0.008 mg/L Formaldehyde Spiked, Lower: Unspiked)