

# Application News

## No.L477B

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

### “Prominence-i” と蛍光検出器 “RF-20Axs” による、 水質基準に準拠した陰イオン界面活性剤の分析

Analysis of Anionic Surfactant by “Prominence-i” and Fluorescence Detector “RF-20Axs”

水質基準に関する省令<sup>1)</sup>において、陰イオン界面活性剤の検査方法として蛍光検出器を用いた HPLC 法が採用されています<sup>2)</sup>。(アプリケーションニュース No. L303 をご参照ください。)

新一体型高速液体クロマトグラフ “Prominence-i” には蛍光検出器 “RF-20A”, あるいは, “RF-20Axs” を接続可能ですので, 一体型の操作性と高感度蛍光検出器の併用が可能です。

ここでは, “Prominence-i” と高感度蛍光検出器 “RF-20Axs” を用いた陰イオン界面活性剤 5 成分の分析例をご紹介します。

N. Iwata

#### ■陰イオン界面活性剤標準品の分析

##### Analysis of Standard Anionic Surfactants

Fig. 1 に陰イオン界面活性剤 5 成分の構造式を示します。検水中の陰イオン界面活性剤の定量は, C10 ~ C14 の各種分岐型を含む混合標準液を分析することで得られる約 20 本のピークを, 各炭素数ごとに分類し, それらの面積値の合計 (面積和) を利用します。

分離に用いるカラムの種類により, 炭素数ごとの分岐型を認識し, 多数のピークを検出するカラムと炭素数ごとの分岐型を認識せず, 1 本のピークとして検出するカラムがあります。

Fig. 2 に水質検査方法に基づいた陰イオン界面活性剤の標準液 (各 10 mg/L, 5 成分合計で 50 mg/L) の分析結果を, Table 1 にその分析条件を示します。この濃度は本検査方法で提示されている前処理操作 (検水 250 倍濃縮) を行った際の基準濃度に相当します。

また, Fig.3 に市販カラム (非分岐型) を用いた高速分析例を示します。

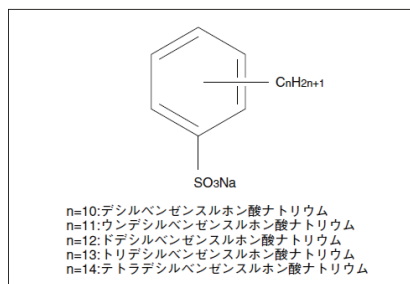


Fig. 1 陰イオン界面活性剤の構造式  
Structure of Anionic Surfactants

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column (1)	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Flow Rate (1)	: 1.0 mL/min
Column (2)	: Wakosil AS-Aqua (250 mm L × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Flow Rate (2)	: 0.7 mL/min
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile=35/65 containing 0.1 M Sodium Perchlorate
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 20 μL
Detection	: RF-20Axs, Ex at 221 nm, Em at 284 nm

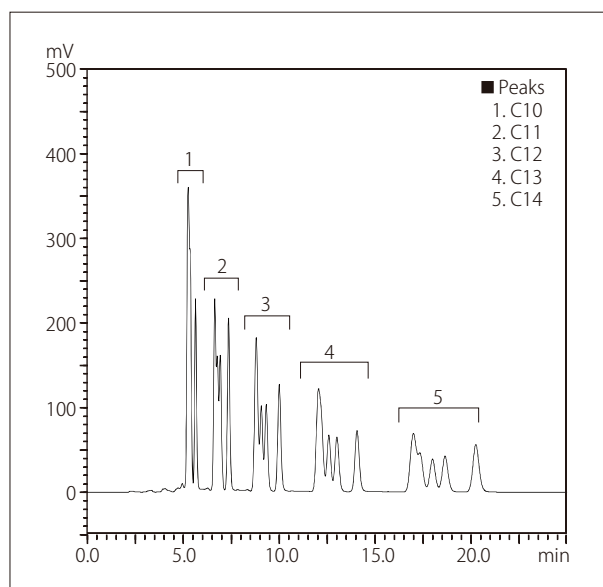


Fig. 2 陰イオン界面活性剤 5 成分のクロマトグラム (カラム 1 使用)  
(各 10 mg/L, 合計 50 mg/L, 20 μL 注入)  
Chromatogram of a Standard Mixture of 5 Anionic Surfactants (Use of Column 1)  
(10 mg/L each, total 50 mg/L, 20 μL Inj.)

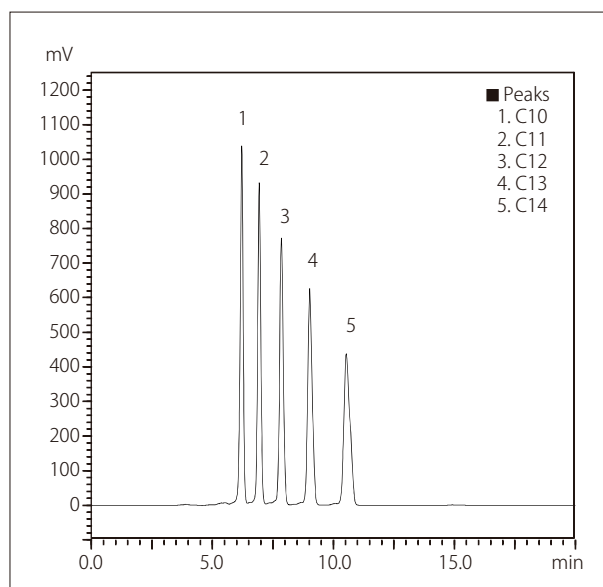


Fig. 3 陰イオン界面活性剤 5 成分のクロマトグラム (カラム 2 使用)  
(各 10 mg/L, 合計 50 mg/L, 20 μL 注入)  
Chromatogram of a Standard Mixture of 5 Anionic Surfactants (Use of Column 2)  
(10 mg/L each, total 50 mg/L, 20 μL Inj.)

## ■ピーク面積値の併行精度

### Repeatability of Peak Area Values

Table 2, 3 に各 1 mg/L (上段), および, 各 5 mg/L (下段) の陰イオン界面活性剤標準液の 6 回繰り返し分析における面積再現性 (%RSD) を示します。再現性は各炭素数ごとに算出しました。

いずれの炭素数においても, 基準値 (前処理後) の 1/2 濃度である各 5 mg/L はもちろんのこと, 基準値 (前処理後) の 1/10 濃度である各 1 mg/L の場合でも, 再現性 1% 以下の結果が得られました。

Table 2 6 回繰り返し分析における面積再現性 (カラム 1 使用)  
上段: 各 1 mg/L 含む標準液  
下段: 各 5 mg/L 含む標準液  
Repeatability of the Area in a Six-Cycle Repeated Analysis (Use of Column 1)  
Upper: Standard Solution Containing 1 mg/L of Each Substance  
Lower: Standard Solution Containing 5 mg/L of Each Substance

各 1 mg/L (n=6)

	C10	C11	C12	C13	C14
% RSD	0.36	0.36	0.47	0.39	0.43

各 5 mg/L (n=6)

	C10	C11	C12	C13	C14
% RSD	0.31	0.31	0.31	0.26	0.30

Table 3 6 回繰り返し分析における面積再現性 (カラム 2 使用)  
上段: 各 1 mg/L 含む標準液  
下段: 各 5 mg/L 含む標準液  
Repeatability of the Area in a Six-Cycle Repeated Analysis (Use of Column 2)  
Upper: Standard Solution Containing 1 mg/L of Each Substance  
Lower: Standard Solution Containing 5 mg/L of Each Substance

各 1 mg/L (n=6)

	C10	C11	C12	C13	C14
% RSD	0.39	0.41	0.38	0.60	0.34

各 5 mg/L (n=6)

	C10	C11	C12	C13	C14
% RSD	0.18	0.16	0.16	0.14	0.15

## ■水道水の分析

### Analysis of Tap Water

冷却機能付き温調セルによる安定したベースラインを実現した世界最高水準の高感度蛍光検出器 "RF-20Axs" は, 検水を濃縮せずとも直接 HPLC に注入が可能です。

Fig. 4, 5 は濃縮操作をせず, HPLC に直接注入した水道水の分析例です。下段には水道水の分析結果を, 上段には水道水に水質基準項目で設定されている, 基準値濃度 (各 0.04 mg/L, 合計 0.2 mg/L) <sup>1)</sup> の陰イオン界面活性剤を添加した分析結果です。分析条件は Table 1 と同一です。

Fig. 4 の分岐型を認識するカラムにおいて, 最も強度の低いピーク (C14 の 3 番目の異性体) で S/N=6 の結果が得られました。

[参考文献]

- 1) 厚生労働省令第 101 号 (平成 15 年 5 月 30 日), [一部改正 厚生労働省令第 11 号 (平成 23 年 1 月 28 日)]
- 2) 厚生労働省告示第 261 号 (平成 15 年 7 月 22 日), [一部改正 厚生労働省告示第 290 号 (平成 24 年 3 月 30 日)]

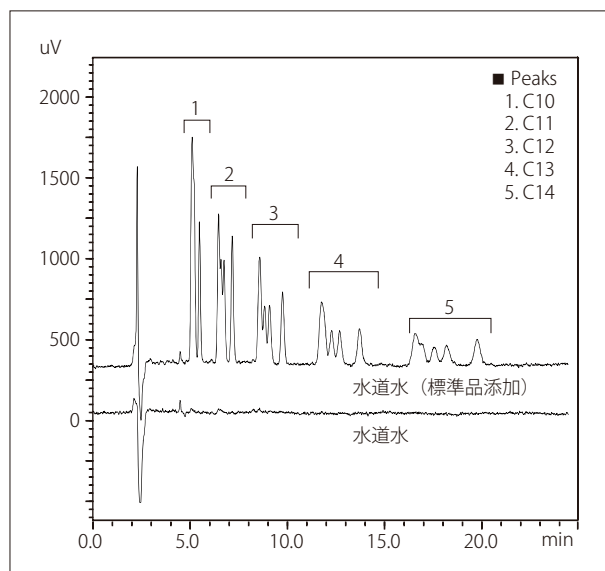


Fig. 4 水道水のクロマトグラム (20 µL 注入) (カラム 1 使用)  
上段: 水道水に標準品各 0.04 mg/L, 合計 0.2 mg/L 添加  
下段: 水道水  
Chromatograms of Tap Water (20 µL Inj.) (Use of Column 1)  
Upper: Water, 0.04 mg/L each, total 0.2 mg/L spiked  
Lower: Water

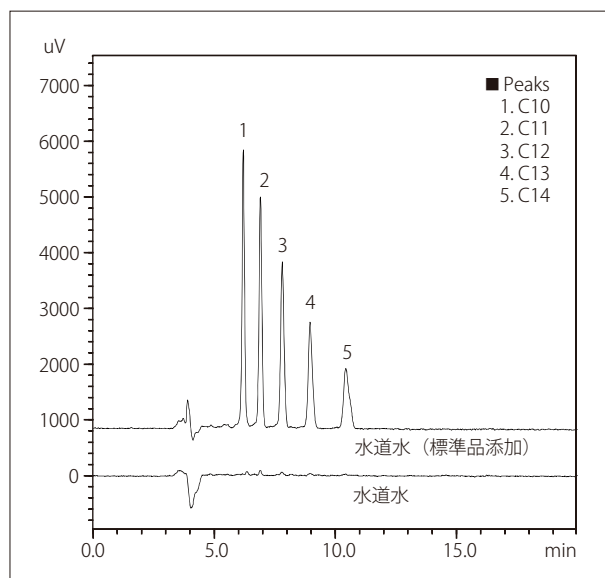


Fig. 5 水道水のクロマトグラム (20 µL 注入) (カラム 2 使用)  
上段: 水道水に標準品各 0.04 mg/L, 合計 0.2 mg/L 添加  
下段: 水道水  
Chromatograms of Tap Water (20 µL Inj.) (Use of Column 2)  
Upper: Water, 0.04 mg/L each, total 0.2 mg/L spiked  
Lower: Water

B改訂版発行: 2016年10月

A改訂版発行: 2014年11月

初版発行: 2014年9月

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

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/solnavig/solnavig.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