

“Prominence RF-20Axs” 蛍光検出器の応用（その1） 陰イオン界面活性剤，*tert*-ブチルヒドロキノン， アミトロールの高感度分析

Applications by the "Prominence RF-20Axs" Fluorescence Detector (Part 1) Analysis of Anionic Surfactants, *tert*-Butylhydroquinone, and Amitrole at High Sensitivity

蛍光検出器は感度、選択性の高さが特長であり、食品、環境、医薬など幅広い分野で用いられます。

“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）を達成するとともに、

冷却可能なセル温調機能を標準装備し、室温変動に影響されない信頼性が高い分析を可能としました。

ここでは、“Prominence RF-20Axs”を用いた高感度分析例をご紹介します。

K. Watanabe M. Ogaito

■陰イオン界面活性剤の分析

Analysis of Anionic Surfactants

水質基準項目の中で、陰イオン界面活性剤 (Fig.1) の基準値は5成分合計で0.2 mg/Lと設定されており¹⁾、その検査方法としては蛍光検出器を用いたHPLC法が記載されています²⁾。(アプリケーションニュースNo.L303をご参照ください。)

Fig.2に基準値濃度に相当する陰イオン界面活性剤5成分混合標準液（各0.04 mg/L, 合計0.2 mg/L）を20 μL注入した結果を、Table 1にその分析条件を示します。

本検査方法では前処理操作により検水を250倍に濃縮後、HPLCに注入することが示されていますが、“RF-20Axs”を用いることにより、濃縮操作なしに直接注入での分析が可能となります。

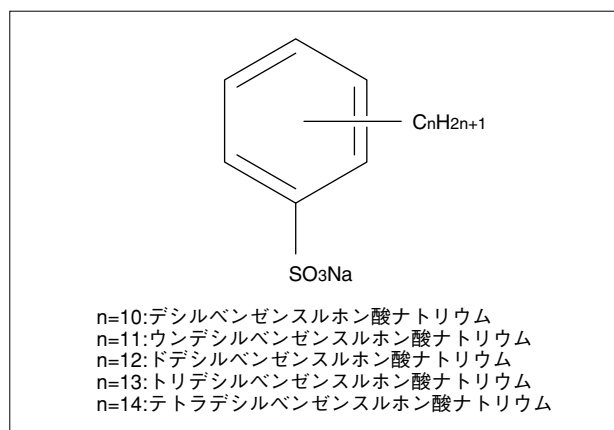


Fig.1 陰イオン界面活性剤の構造式
Structure of Anionic Surfactants

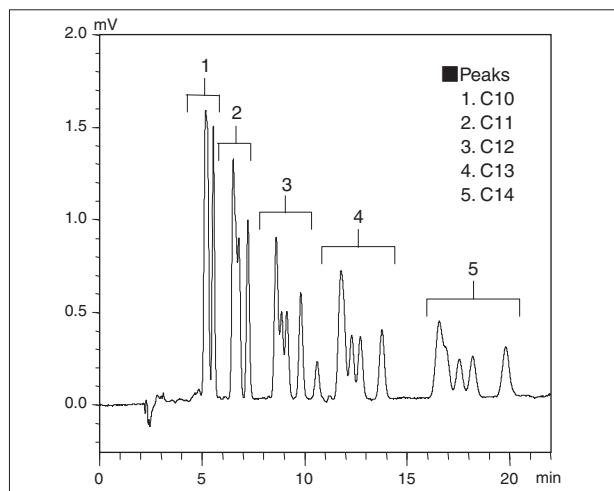


Fig. 2 陰イオン界面活性剤5成分のクロマトグラム
(各0.04 mg/L, 合計0.2 mg/L, 20 μL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of 5 Anionic Surfactants
(0.04 mg/L each, total 0.2 mg/L, 20 μL Injected)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile=35/65 containing 0.1 mol/L Sodium perchlorate
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 20 μL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 221 nm, Em. at 284 nm
Cell Temp.	: 30 °C

■tert-ブチルヒドロキノン (TBHQ) の分析

Analysis of tert-Butylhydroquinone (TBHQ)

TBHQはフェノール系酸化防止剤の一種で、日本では食品添加物に指定されていませんが、食品添加物として使用が認められている国もあります。このため、輸入食品においてはTBHQの検出例が報告されています。フェノール系酸化防止剤の分析には、一般にUV検出によるHPLCが用いられていますが、TBHQをはじめ一部成分は蛍光検出器による検出が可能です。(アプリケーションニュースNo.L280をご参照ください。)

Fig. 3に“RF-20Axs”蛍光検出器を用いたTBHQの高感度分析例を示します。ここでは、TBHQ標準溶液(0.001 mg/L)を5 μL注入しており、5 pgのTBHQが検出できています。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack FC-ODS (75 mmL. × 4.6 mmI.D., 3 μm)
Mobile Phase	: 5 % Acetic acid / Methanol / Acetonitrile = 3/1/1 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 5 μL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 275 nm, Em. at 365 nm
Cell Temp.	: 20 °C

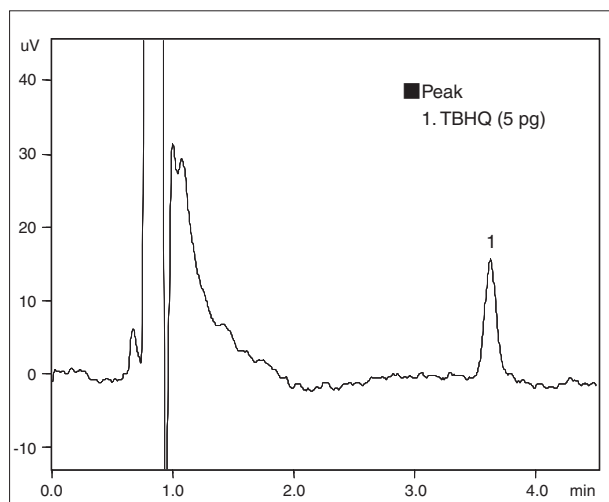


Fig. 3 TBHQのクロマトグラム (0.001 mg/L, 5 μL注入)
Chromatogram of TBHQ (0.001 mg/L, 5 μL injected)

■アミトロールの分析

Analysis of Amitrole

アミトロールは食品衛生法において、食品中に不検出とされる物質に指定されており、その告示試験法ではフルオレスカミンを試薬として用いるプレカラム誘導体化蛍光検出法が用いられています³⁾。

Fig. 5に蛍光誘導体化処理 (Fig. 4) を行ったアミトロール標準溶液 (0.001 mg/L, 10 μL注入) のクロマトグラムを示します。10 pgのアミトロールが検出できています。

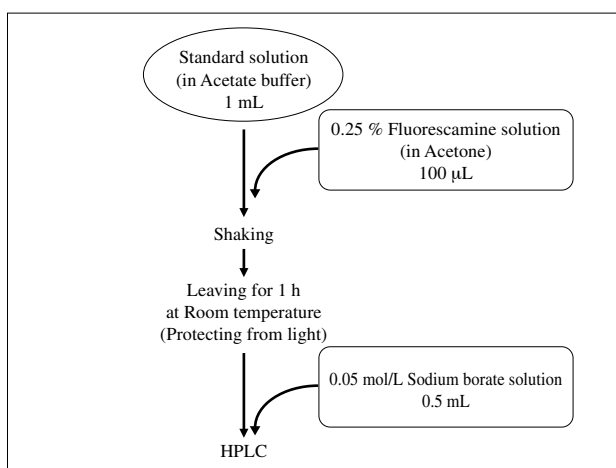


Fig. 4 蛍光誘導体化
Fluorescence Derivatization

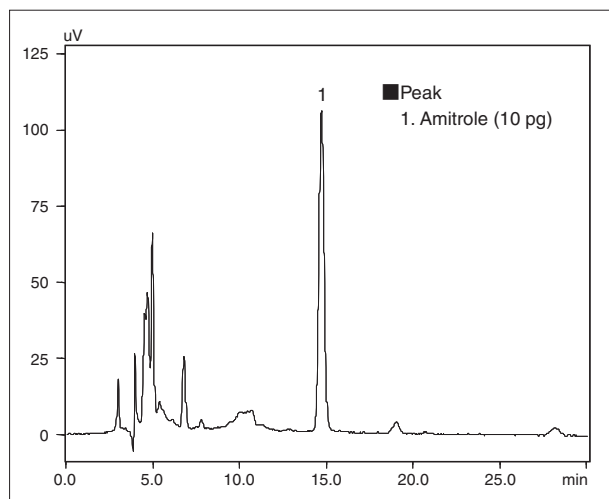


Fig. 5 アミトロールのクロマトグラム (0.001 mg/L, 10 μL注入)
Chromatogram of Amitrole (0.001 mg/L, 10 μL injected)

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: Phosphate buffer (pH 3.0) / Acetonitrile = 7/3 (v/v)
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 10 μL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 380 nm, Em. at 484 nm
Cell Temp.	: 20 °C

[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135号 (平成19年11月14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56号 (平成21年3月6日)]
- 3) 厚生省告示第370号 (昭和34年12月28日), [一部改正 厚生労働省告示第346号 (平成21年7月2日)]

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。