[APPLICATION NOTE]

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

ACQUITY UPLC H-Classによる非イオン界面活性剤分析

目的

ACQUITY UPLC H-Classを用いた水道水中の非イオン界面活性剤分析における定量性、および種々のカラムサイズによる高速分析の検討

ウォーターズソリューション

ACQUITY UPLC H-Class

ACQUITY UPLC TUV検出器

XBridge C_{18} カラム

XBridge C_{18}, 2.5 µm XP カラム

ACQUITY UPLC BEH C_{18} カラム

キーワード

環境

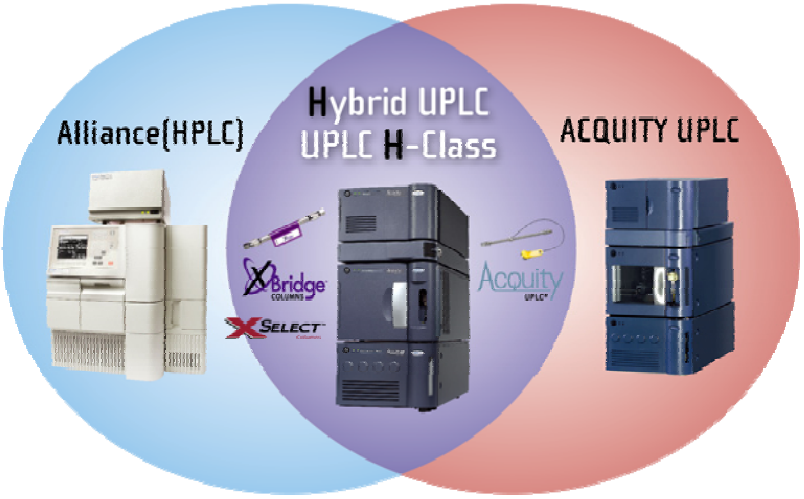
水道法

非イオン界面活性剤

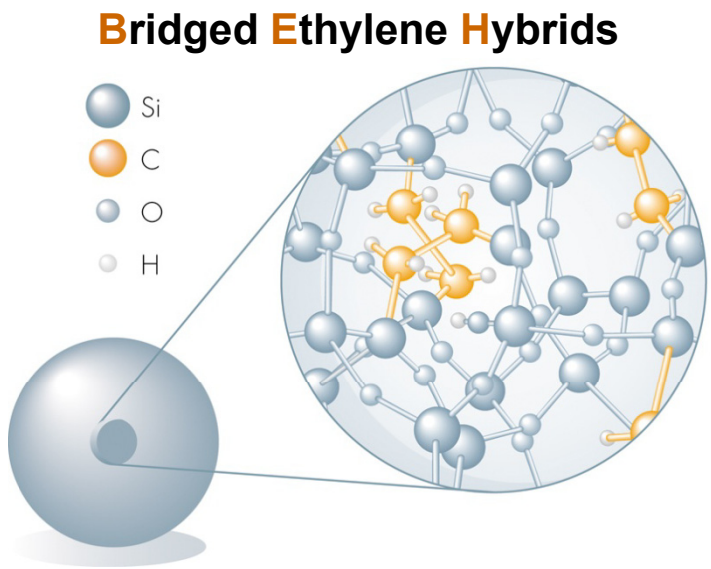
はじめに

非イオン界面活性剤は近年、使用する水の硬度の影響を受けにくい等の特性から使用量が増加しています。これに伴い環境への放出量が増え、日常使用する水道水への影響が懸念されています。水道水中の非イオン界面活性剤は固相抽出の後に、テトラチオシアン酸コバルト(Ⅱ)アンモニウムと反応させ、生じた錯体を4－(2－ピリジアルアゾ)レゾルシノール(PAR)で発色し、吸光光度計により測定する方法が公定法に指定されていました。しかし2011年のパブリックコメントにおいて、サンプルの前処理はそのままで、生成した錯体をHPLCを用いて測定する方法が提案されています。

本アプリケーションノートでは、ACQUITY UPLC H-Classシステムによる非イオン界面活性剤の、高感度で信頼性の高い分析例についてご紹介します。



非イオン界面活性剤の分析では、pH9前後の四ホウ酸ナトリウム溶液が移動相に使用されます。通常のシリカゲルベースのODSカラムは塩基性条件下ではシリカゲルが加水分解されるため使用pHに制限があります。そのため、分析では広いpH (1 – 12) でも使用できるエチレン架橋型ハイブリッド(BEH)を基材とするXBridge C_{18}カラムを使用します。



分析条件

1. LC 条件

(XBridge C_{18} 5μm, P/N:186003116)

LC システム:	ACQUITY UPLC H-Class
分析時間:	10 分
カラム:	XBridge C_{18} 5 μm, 4.6 x 150 mm
カラム温度:	40 ℃
移動相 A:	10 mM $Na_2B_4O_7$ (pH 9.3)
移動相 B:	メタノール
流速:	0.7 mL/min
注入量:	10 μL
アイソクラティック:	B = 38% (ダイアルミクス)
検出波長:	510 nm

2. LC 条件

(XBridge C_{18} 2.5 μm XP, P/N : 186006038)

下記条件以外は1.と同条件

分析時間:	3.3 分
カラム:	XBridge C_{18} 2.5 μm XP, 4.6 x 75 mm
流速:	1.05 mL/min
注入量:	5 μL

3. LC 条件

(ACQUITY UPLC BEH C_{18} 1.7 μm P/N : 186004660)

下記条件以外は1.と同条件

分析時間:	1.1 分
カラム:	ACQUITY UPLC BEH C_{18} 1.7 μm, 3.0 x 50 mm
流速:	0.894 mL/min
注入量:	1.4 μL

結果と考察

カラム充填剤の粒子径が5 μmの標準的な条件では、分析時間10分で濃縮した検水中の夾雑ピークとの分離が可能です。ACQUITY UPLC H-Classは精度の高い送液システムを有するため、10回の連続分析における保持時間のCV値 = 0.06 %、面積値のCV値 = 0.37%と、信頼性の高い分析が可能です。

同時に、定量性についても、0.0002 – 0.01 mg/Lの範囲における相関係数がR2 > 0.999と良好な結果となりました。

また、検出感度についても基準値の1/100 (0.0002 mg/L) の濃度においてもS/N比 > 10と問題なく検出可能です。

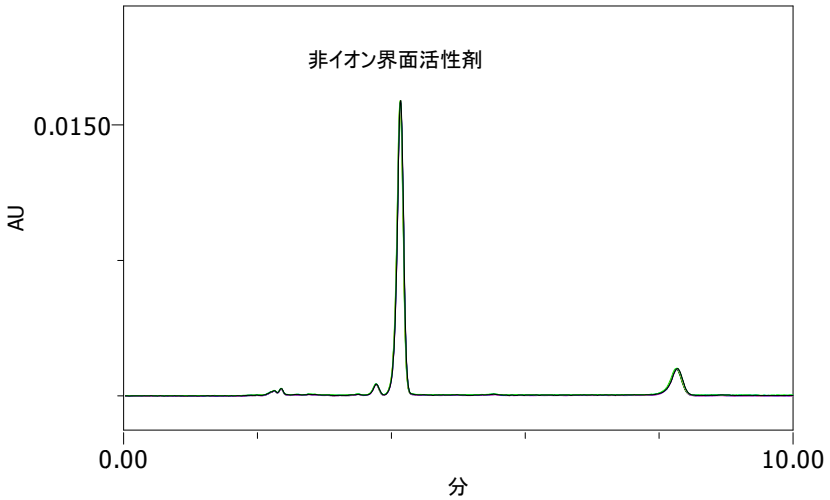


図1. XBridge C_{18}(5 μm, 4.6 × 150 mm) による測定結果
(n = 10 重ねがきクロマトグラム)

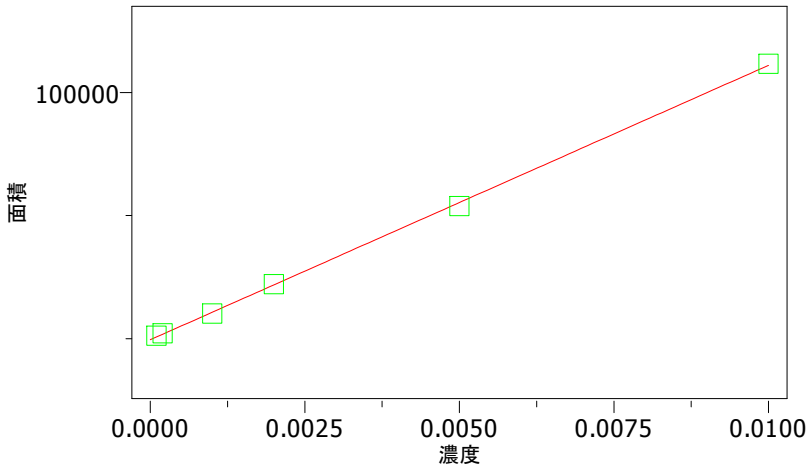


図2. 非イオン界面活性剤における検量線
(0.0002 – 0.01 mg/L、前処理したサンプルを希釈して作成)

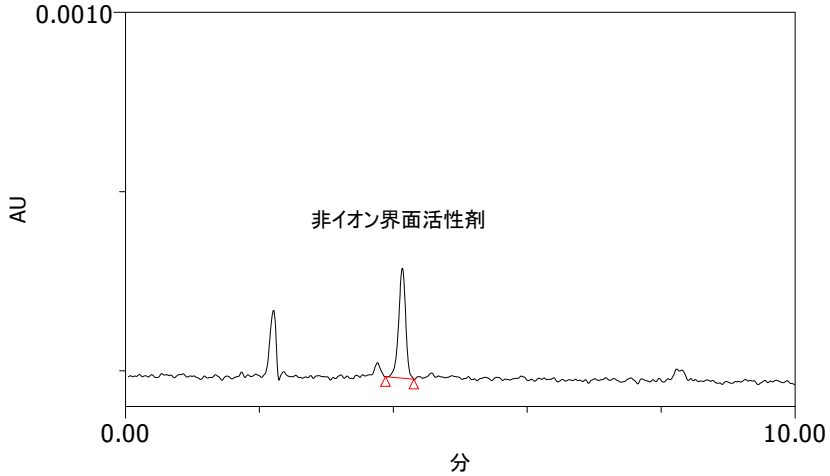
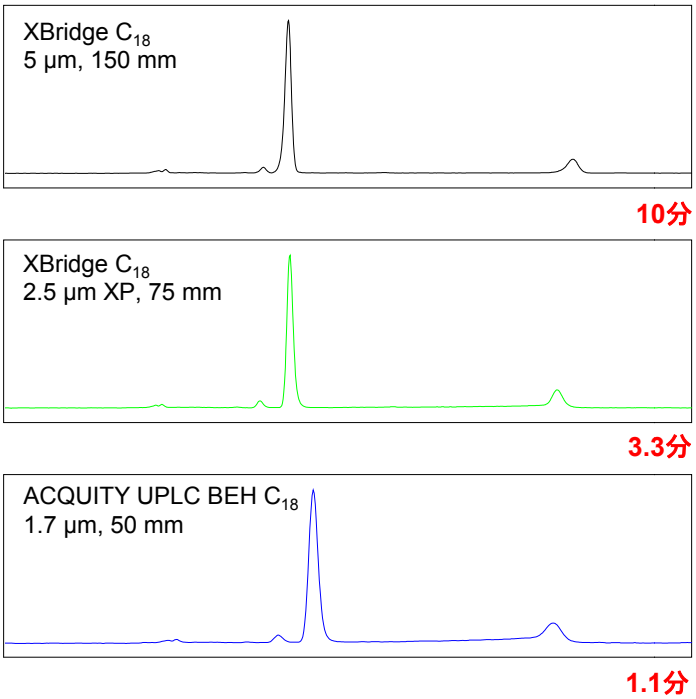
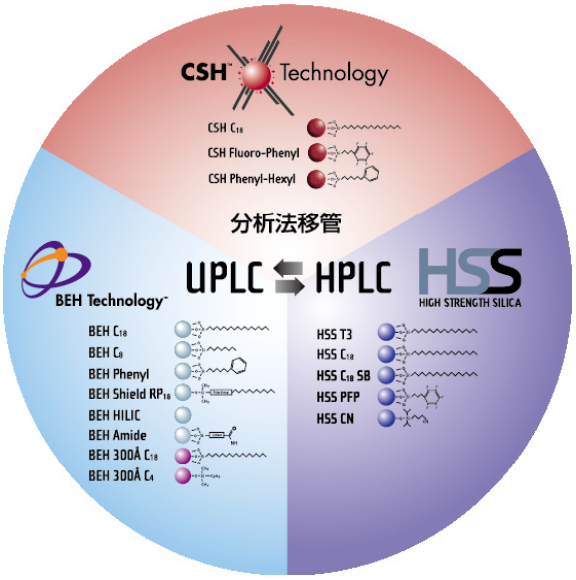


図3. 基準値の1/100の濃度におけるクロマトグラム
(0.0002 mg/L, 前処理したサンプルを希釈して注入)

続いて、粒子径の異なるXBridge C_{18} XPカラムとACQUITY UPLC BEH C_{18}カラムへのメソッドトランスファーによる高速化を検討しました。これらのカラム充填剤の保持選択性は全く同じですので、移動相条件を変更せず、あるいは、感度・分離度を犠牲にすることなくスループットの向上が可能です。XPカラムを用いた場合、分析時間は1/3に短縮し、さらに、UPLCカラムを使用した場合、分析時間は1/9まで削減可能です。

高速分析の検討





結論

非イオン界面活性剤分析を、ACQUITY UPLC H-ClassシステムとBEHテクノロジーを有するカラムにより、信頼性の高い分析が可能です。また、ACQUITY UPLC H-Classでは、システム構成を変更することなく、HPLC分析、UPLC分析どちらにも対応可能です。

Waters、ACQUITY UPLC および UPLC は Waters Corporation の登録商標です。
MassLynx、TargetLynx および The Science of What's possibleはWaters Corporation の商標です。その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2012年2月 Produced in Japan. 2012010001J PDF

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.co.jp
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第5小池ビル
TEL 03-3471-7191(代表) FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 サムティ新大阪フロントビル11F
TEL 06-6304-8888(代表) FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 札幌