ApplicationNOTE

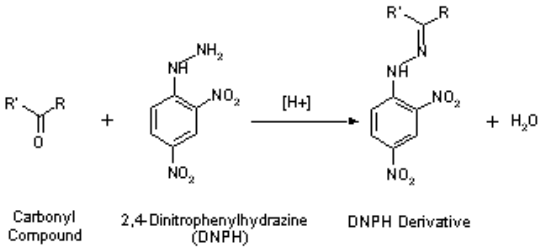
Waters

ACQUITY UPLC™/TUVによるアルデヒドとケトンの分析

Application Note No. 720001500J

概要

アルデヒドとケトンは燃焼によって生成し環境中に存在する化合物です。いくつかの化合物は発ガン性が認められており、US EPAと州によって分析するためのメソッドが開発されています。これらのメソッド、US EPA TO5(大気)、554(飲料水)、8315A、Option1と2(廃水・廃土・排気)、カリフォルニアメソッド1004(自動車の排ガス中のカルボニル化合物)はいずれもジニトロフェニルヒドラジン(DNPH)による誘導体化とHPLC分析(UV360nmで検出)を用いています。現行のメソッドでは分析時間は40分以上かかり、複数のカラムをセットアップする必要があります。
このアプリケーションノートでは、DNPH誘導体をACQUITY UPLC™/TUVで高速分離した例についてご紹介します。ACQUITY UPLC™/TUVを用いたこれらアルデヒドとケトンの分析条件の開発により、分析時間を約75%削減することができました。ACQUITY UPLC™は1サンプルあたりの分析時間を大幅に短縮し、ラボの生産性を向上させます。



DNPH誘導体化反応

分析条件

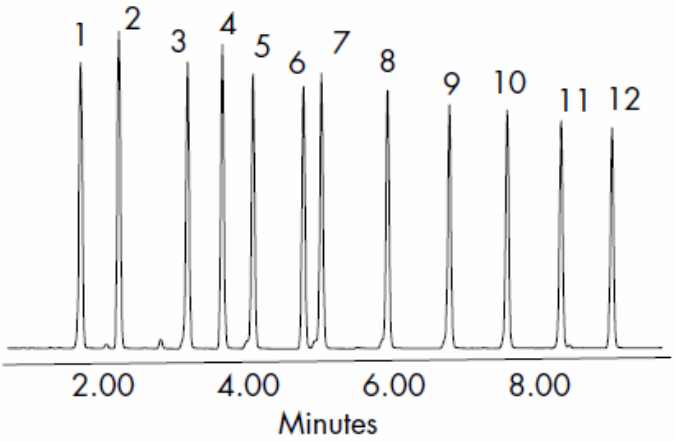
装置

Waters ACQUITY UPLC™ TUVシステム

ソフトウエア：	Empower ™
カラム：	ACQUITY UPLC BEH™ Phenyl 2.1x100mm, 1.7 μm
カラム温度：	35℃
移動相：	A) 水/THF(90/10) B) アセトニトリル
流速：	0.5mL/min.
グラジェント：	5%Bから100%Bまで7分
サンプル温度：	25℃
注入量：	5 μl
弱洗浄溶媒：	5% アセトニトリル 800μL
強洗浄溶媒：	50% アセトニトリル 500μL
検出器：	360nm
サンプリング速度：	20pts/s

Acquity™ Ultra Performance LC

図1. EPA 554, 8315 A-Opt 1対象化合物のUPLC™ クロマトグラム(DNPH誘導体, 20ppm)

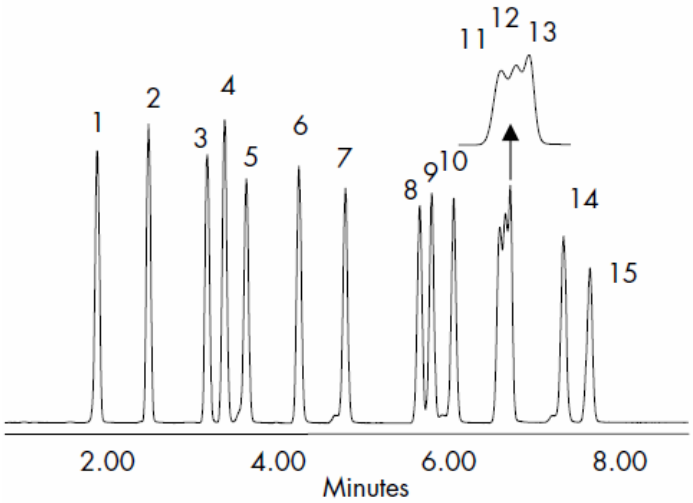


1- Formaldehyde
2- Acetaldehyde
3- Propanal
4- Crotonaldehyde
5- Butanal
6- Cyclohexanone
7- Pentanal
8- Hexanal
9- Heptanal
10- Octanal
11- Nonanal
12- Decanal

	Time	Flow	%A	%B	Curve
1	Initial	0.5	70.0	30.0	Initial
2	9.0	0.5	36.0	64.0	6
3	9.5	0.5	70.0	30.0	11

EPAメソッド554と8315 A-Opt 1は同じ12化合物を分析の対象としています。上記グラジエントメソッドを使用したUPLC™クロマトグラムを図1に示します。9分で12成分が分離されています。

図2. EPA 8315 A-Opt 2対象化合物のUPLC™ クロマトグラム(DNPH誘導体,20ppm)

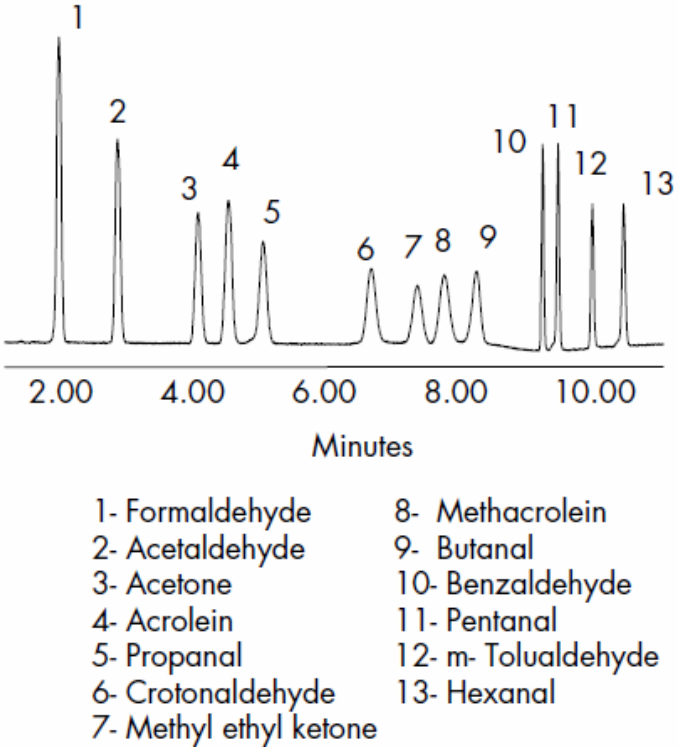


1- Formaldehyde
2- Acetaldehyde
3- Acetone
4- Acrolein
5- Propanal
6- Crotonaldehyde
7- Butanal
8- Benzaldehyde
9- Isovaleraldehyde
10- Pentanal
11- o- Tolualdehyde
12- p- Tolualdehyde
13- m- Tolualdehyde
14- Hexanal
15- 2-5 Dimethylbenzaldehyde

	Time	Flow	%A	%B	Curve
1	Initial	0.5	70.0	30.0	Initial
2	6.5	0.5	53.0	47.0	6
3	9.5	0.5	70.0	30.0	11

EPAメソッド8315 A-Opt 2では15化合物を分析の対象としています。上記グラジエント条件を用いたときのUPLC™クロマトグラムを図2に示します。アクロレインを含むために前後のピークと近接していますが、ベースラインまで分離されています。

図. 3 カリフォルニアメソッド1004対象化合物のUPLC™ クロマトグラム(0.75ppm)



	Time	Flow	%A	%B	Curve
1	Initial	0.5	70.0	30.0	Initial
2	8.0	0.5	70.0	30.0	6
3	9.0	0.5	50.0	50.0	6
4	11.0	0.5	70.0	30.0	11

カリフォルニアメソッド1004は自動車の排ガスからの14化合物を分析対象としています。上記グラジエント条件によるUPLC™クロマトグラムを図3に示します。メチルエチルケトンとメタアクロレインは近接していますが、グラジエント曲線の設定によって分離されています。

図.4 EPA 554対象化合物の重ね書きクロマトグラム 5回注入

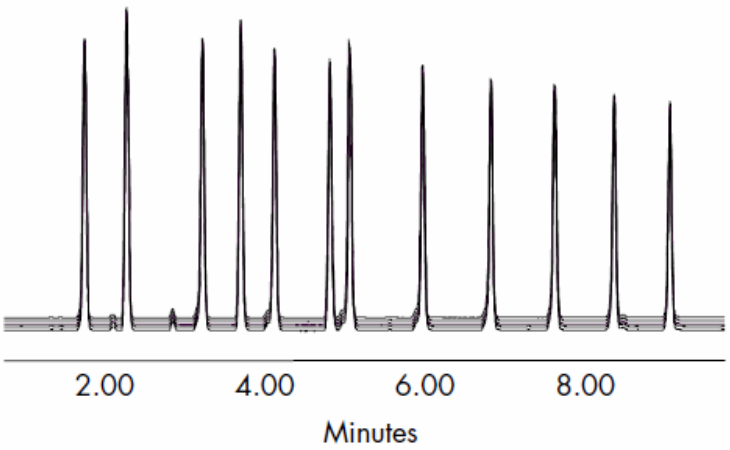


図4にEPA554対象化合物を分析した重ね書きクロマトグラムを示します。このときの保持時間と面積値の再現性(%RSD)を表1に示します。保持時間の%RSDは0.2以下、面積値の%RSDは0.5以下と良好な結果が得られています。

表1. EPA 554対象化合物の保持時間と面積値の%RSD

Analyte	% RSD RT	% RSD Area
Formaldehyde	0.163	0.398
Acetaldehyde	0.119	0.408
Propanal	0.078	0.410
Crotonaldehyde	0.071	0.377
Butanal	0.061	0.336
Cyclohexanone	0.053	0.308
Pentanal	0.103	0.471
Hexanal	0.075	0.296
Heptanal	0.049	0.288
Octanal	0.039	0.267
Nonanal	0.026	0.333
Decanal	0.024	0.338

まとめ

アルデヒドとケトン類のDNPH誘導体をACQUITY UPLC™によって効率よく高速に分析することができました。従来のHPLCに比べて分析時間は数倍短くなり、コストの削減にも貢献し、より多くのサンプルを分析することが可能になります。グラジエントプログラムを変更することにより、異なる分析対象物にも応用できます。

Waters

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　FAX 03-3471-7118

大阪支社　〒532-0011 大阪市淀川区西中島 5-14-10 カトキチ新大阪ビル 11F
TEL 06-6304-8888　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　静岡