[TECHNOLOGY BRIEF]

ACQUITY UPLC H-Class システムと ACQUITY QDa 検出器を用いた アゾ染料 23 種の選択的、高感度スクリーニング

Melvin Gay, Yue Jie Li, Jin Chang Huang

目的

ウォーターズの ACQUITY UPLC® H-Class システムと ACQUITY® QDa® 検出器を用いて、アゾ染料 23 種について基準値以下の感度で高速分析を行う。

背景

アゾ染料は繊維、皮革および化粧品といった消費者製品の着色に用いられる合成有機染料に分類されます。しかしながら、これら染料のいくつかは特定の条件下で分解が起こり、芳香族アミンへ還元されます。22 種の芳香族アミンは欧州連合（EU）の規制（EC1907/2006）により、発がん性もしくは潜在性発がん物質として分類されています。

EU 規制および REACH1907/2006/Annex XVII では製品中に含まれる規制対象のアミンは 30 ppm と制限されています。現在の公定法 EN 14362-1:2012 にはアゾ染料由来の特定の芳香族アミンを測定する方法が記載されています。一方 EN 14362-3:2012 では 4-aminoazobenzene を除いた特定の芳香族アミンについて測定方法が記載されています。

現在の試験法（EN 14362-1:2012）に記載されている分析時間は HPLC（UV もしくは MS/MS）と GC-MS で 35 分と 18 分です。

基準値の 1/100 の感度で規制されているアゾ染料の高速かつ簡便な選択性のある定量法を提供します。

	CAS no.	保持時間	SIR
1	106-50-3*	0.45	109
2	615-05-4	0.74	139
3	95-80-7	0.78	123
4	92-87-5	0.81	185
5	62-53-3*	0.94	94
6	101-80-4	0.97	201
7	101-77-9	1.40	199
8	90-04-0	1.50	124
9	95-53-4	1.58	108
10	119-93-7	1.81	213
11	119-90-4	1.82	245
12	838-88-0	1.89	227
13	120-71-8	1.95	138
14	106-47-8	2.01	128
15	95-68-1*	2.18	122
16	139-65-1	2.22	217
17	137-17-7	2.27	136
18	91-59-8	2.33	144
19	95-69-2	2.67	142
20	92-67-1	2.84	170
21	91-94-1	3.75	253
22	60-09-3	3.80	198
23	101-14-4	3.85	267

** Compounds that are not listed in the EC 1907/2006 legislation*

表 1. アゾ染料の保持時間および SIR m/z
※ EC1907/2006 規制には記載されていない化合物

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

規制要件を満たし、サンプルのスループットをさらに向上させるために、ウォーターズは ACQUITY UPLC H-Class システムおよび QDa 検出器を用いて、繊維および皮革製品分析のソリューションを開発しました。

ソリューション

ACQUITY QDa 検出器と ACQUITY UPLC H-Class システムを用いて、EC 1907/2006 により規制されている 20 種のアゾ染料を含む 23 種のアゾ染料全てを測定しました。ACQUITY UPLC QDa 検出器ではアゾ染料の分析に必要な感度を提供するソースパラメーターが事前に最適化されているため、分析法開発が最小限となります。UPLC の性能を活用することで、各分析で、ピーク分離および感度を向上させ、5 分で分析が可能でした。

モニターしたアゾ染料の保持時間および選択イオンレコーティング（SIR）の質量電荷比（*m/z*）を表 1 に示します。選択イオンレコーティングを用いることで、HPLC-UV 分析に比べて、より感度と選択性が向上します。これらの染料は規制値の 1/100 の濃度まで容易かつ選択的に検出可能でした（図 1）。

アゾ染料の定量は 0.3 から 2 ppm の濃度範囲で行い、直線性は 23 種全てで $R^2 > 0.996$ という良好な結果が得られました。アゾ染料化合物 300 µg/kg の再現性（n=5）では RSD < 3.1% という良好な結果が得られました。4-aminoazobenzene の検量線および再現性を図 2 に示します。

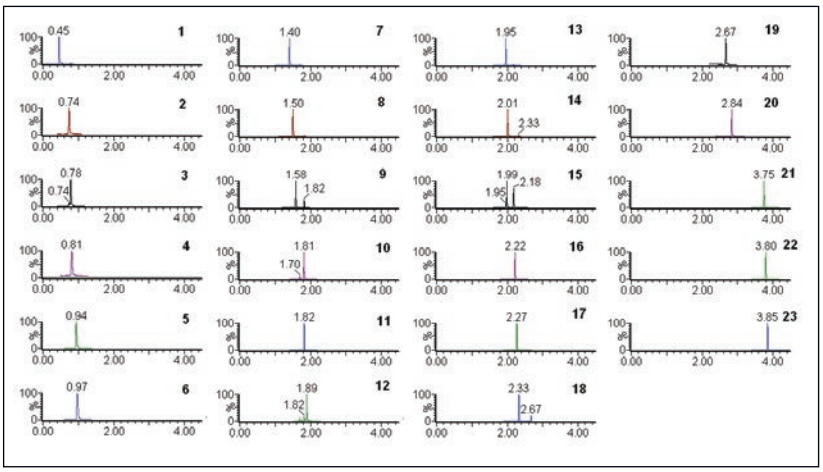

図 1. 23 種アゾ染料標準品の SIR クロマトグラム

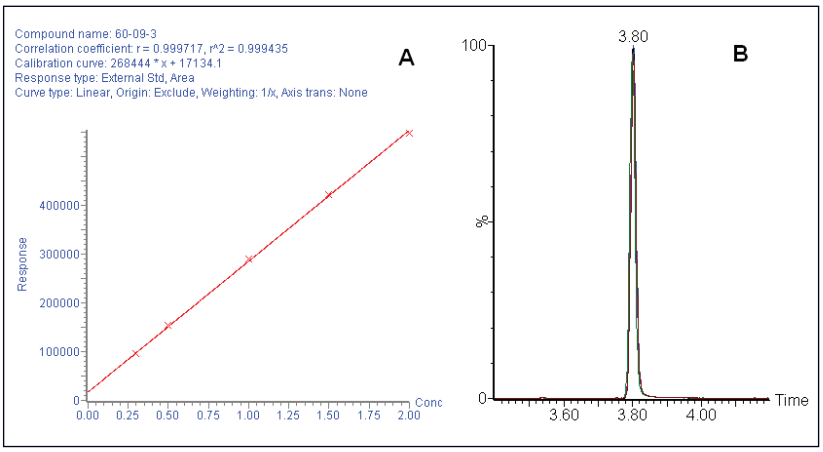

図 2. 4-aminoazobenzene（CAS 60-09-3）の A 検量線　B 5 回繰返し測定（300 µg/kg）

まとめ

Waters® ACQUITY H-Class システムと ACQUITY QDa 検出器を用いることで、HPLC/UV と比較してアゾ染料の同定および定量の信頼性が向上します。ACQUITY QDa 検出器は感度と選択性に加えて、最小限の分析法開発で現在の LC 分析に組み込むことが可能です。UPLC® テクノロジーを活用することで、分析時間を短縮し、溶媒使用量の削減が可能になります。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社　www.waters.com
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 サムティ新大阪フロントビル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　札幌　富山

Waters、ACQUITY UPLC、ACQUITY、QDa および The Science of What's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
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。

©2015 Waters Corporation. Printed in Japan. 2015年 1月 720005096JA PDF