

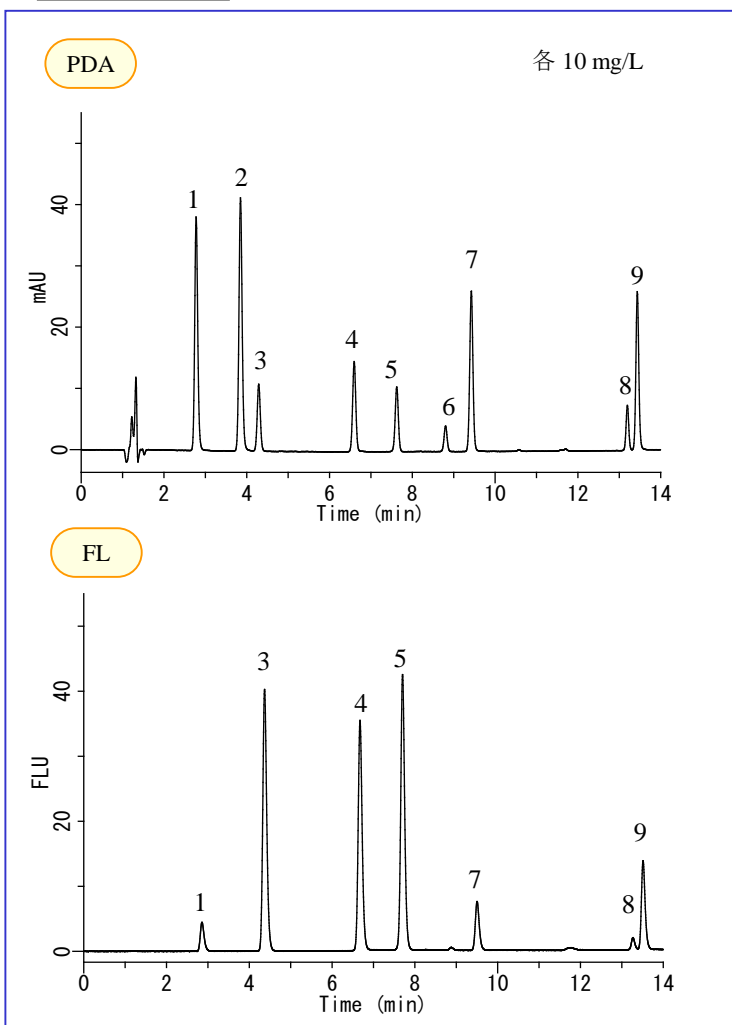
今回は、GL-7400高速液体クロマトグラフィー(HPLC)シリーズを用いたグラジエント分析によるフェノール系酸化防止剤の9成分一斉分析をご紹介します。

フェノール系酸化防止剤としては、日本での使用が許可されている没食子酸プロピル(PG)、ノルジヒドロゲアヤレチック酸(NDGA)、ブチルヒドロキシアニソール(BHA)、ブチルヒドロキシトルエン(BHT)の4種類、

外国で使用されている2,4,5-トリヒドロキシブチロフェノン(THBP)、tert-ブチルヒドロキノン、4-ヒドロキシメチル-2,6-ジ-tert-ブチルフェノール(HMBP)、没食子酸オクチル(OG)、没食子酸ラウリル(DG)の5種類があります。すべての成分がPDA検出器で、THBPとHMBP以外は蛍光検出器による検出も可能です。今回はPDA検出器と蛍光検出器を直列に接続して分析を行いました。

(K.Suzuki)

標準液測定例

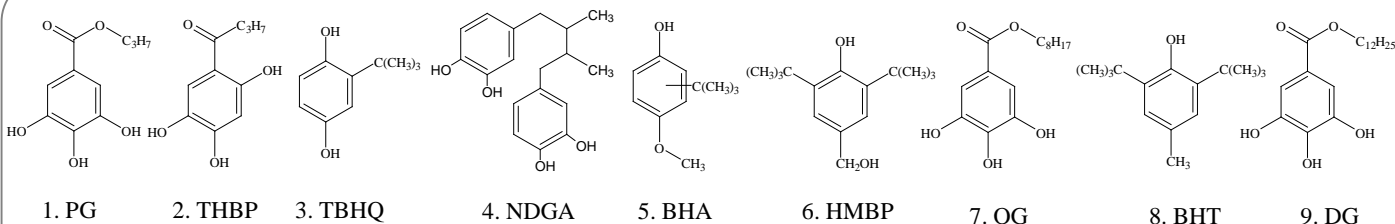


1. Propyl gallate (PG)
2. 2,4,5-Trihydroxybutyrophenone (THBP)
3. tert-Butylhydroquinone (TBHQ)
4. Nordihydroguaiaretic acid (NDGA)
5. Butylated Hydroxyanisole (BHA)
6. 4-Hydroxymethyl-2,6-di-tert-butylphenol (HMBP)
7. Octyl gallate (OG)
8. Butylated hydroxytoluene (BHT)
9. Dodecyl gallate (DG)

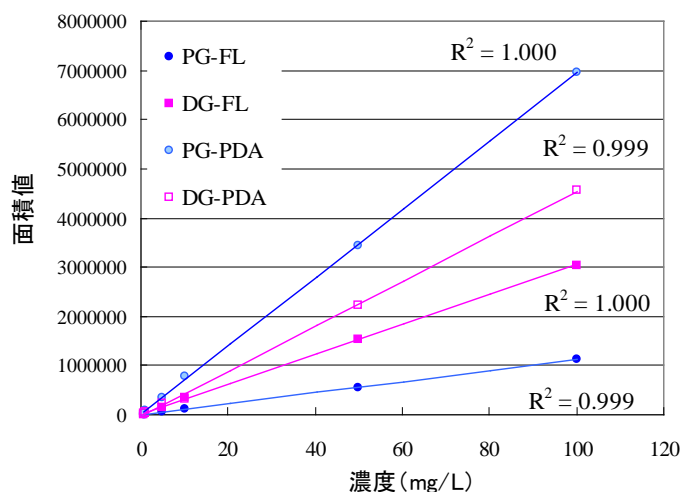
HPLC条件

- カラム** : Inertsil ODS-SP
(5 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.)
- 溶離液** : A) CH₃OH
B) CH₃CN
C) 5% Acetic acid
A/B/C = 20/20/60 – 15 min
– 50/50/0 (平衡化10 min)
, v/v/v
(Mixed by a gradient mixer)
- 流量** : 1.5 mL/min
- カラム温度** : 40 °C
- 検出** : PDA 280nm
FL Ex 275 nm Em 365 nm
- 注入量** : 10 μ L

構造式



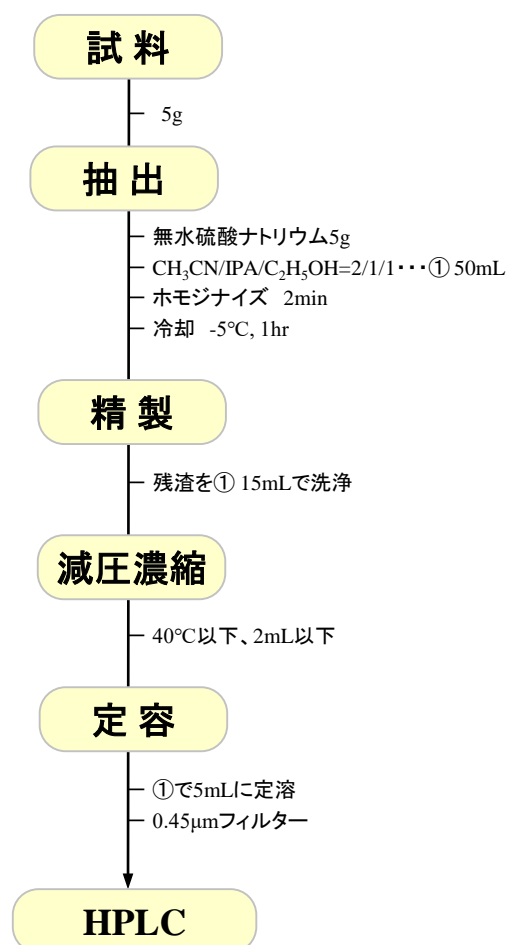
Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.



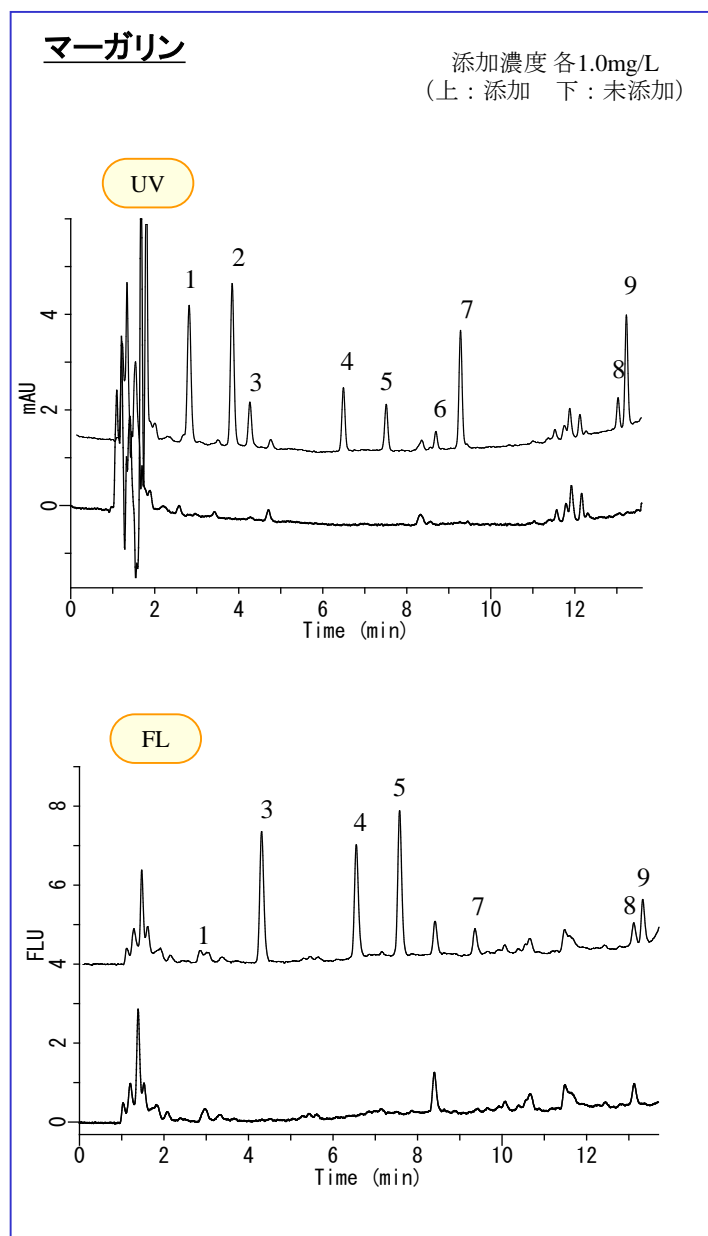
	R ²	
	PDA	FL
1. PG	1.000	0.999
2. THBP	1.000	—
3. BHQ	1.000	0.997
4. NDGA	1.000	0.998
5. BHA	1.000	0.999
6. HMBP	1.000	—
7. OG	1.000	0.999
8. BHT	0.998	0.999
9. DG	0.999	1.000

検量線と相関係数

前処理例

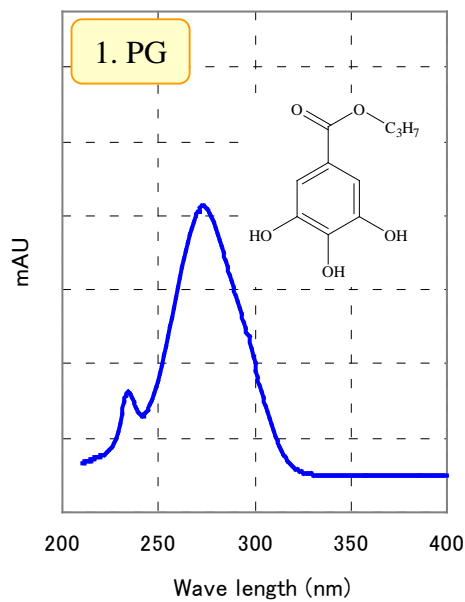


試料測定例

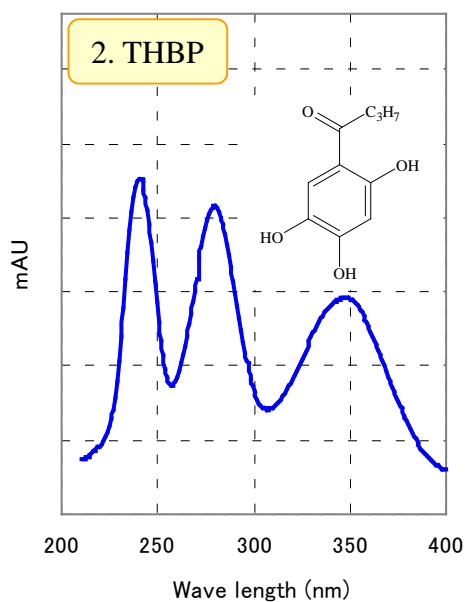


構造とUVスペクトル

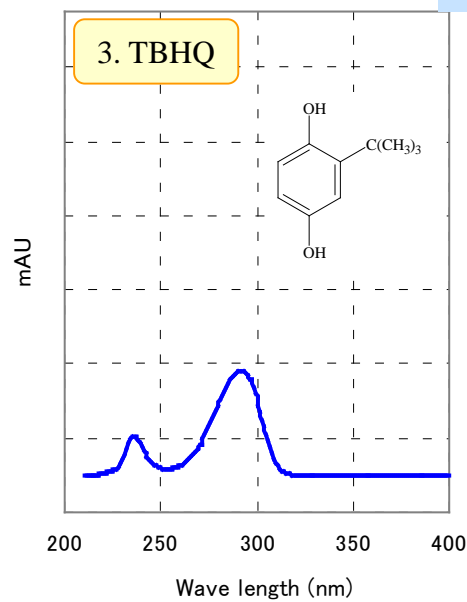
1. PG



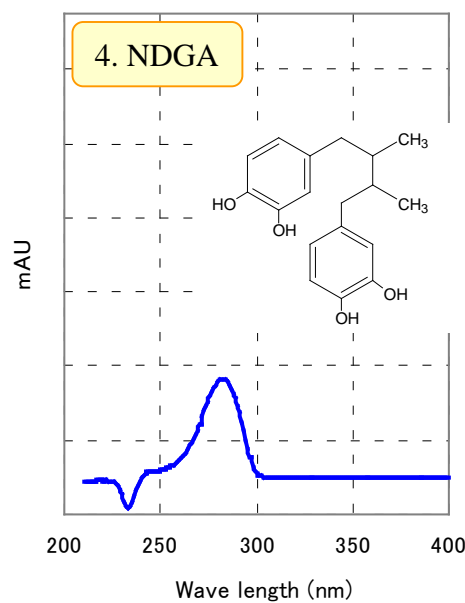
2. THBP



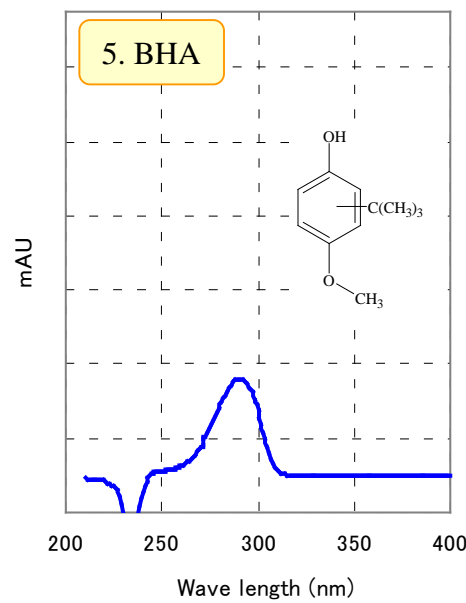
3. TBHQ



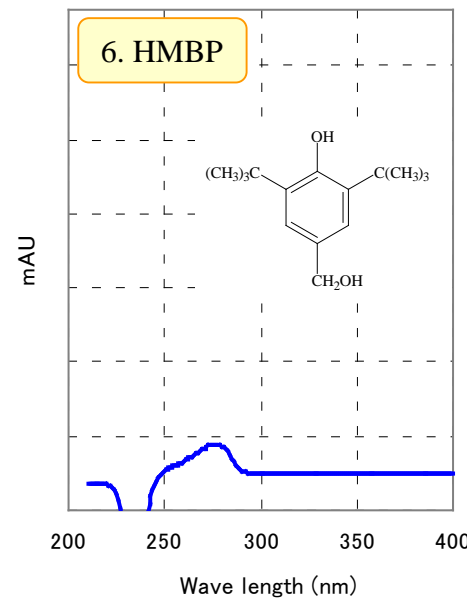
4. NDGA



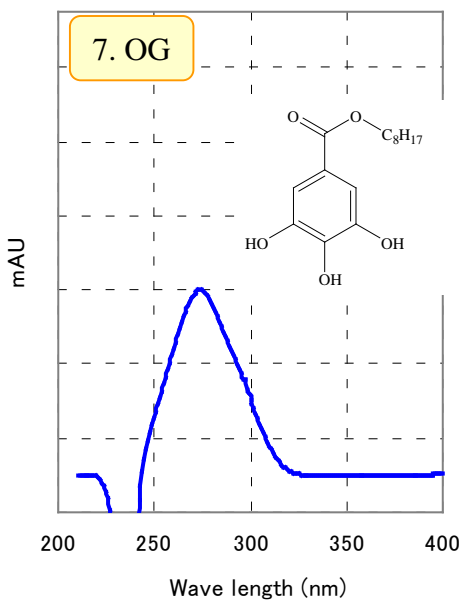
5. BHA



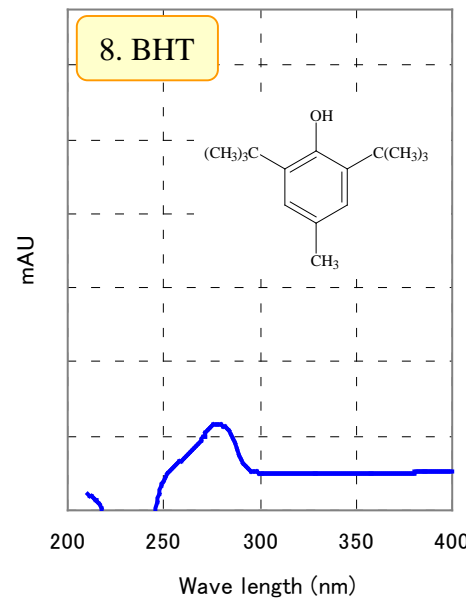
6. HMBP



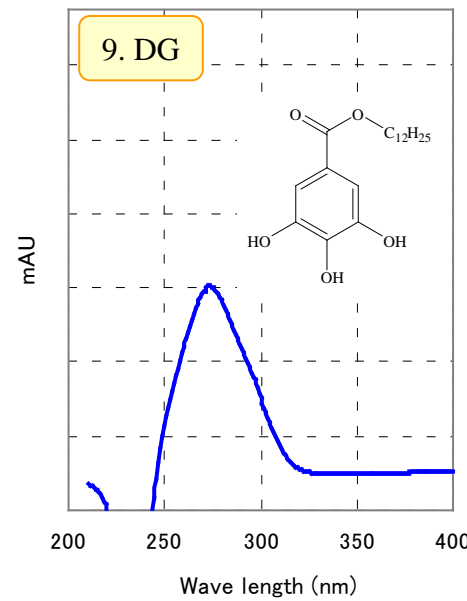
7. OG



8. BHT



9. DG

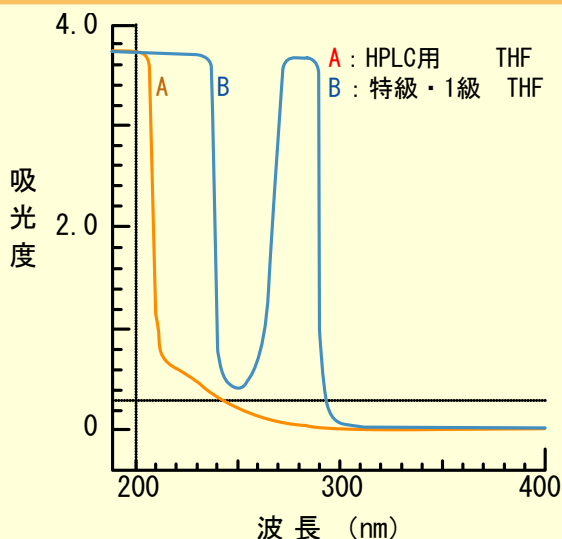


※ すべてのスペクトルについて吸光度(Y軸)のスケールは同じです。

Coffee Break

HPLC分析に使われる溶媒としてテトラヒドロフラン (THF) があります。この溶媒のUVスペクトルを見ると、低波長側に大きな吸収が見られますが、特級・1級グレードではそれ以外の260~290nmに特異的な吸収が現れていることがわかります。

実は、試薬のグレードの違いによって吸収帯が変わることがあります。これは酸化防止剤として添加されているBHTによるものであり、この付近の波長で分析を行う場合はHPLC用のTHFの使用をおすすめします。



HPLC装置: GL-7400 シリーズ

分析カラム:

Inertsil ODS-SP 5 μ m, 150 \times 4.6mm I.D.
Cat.No. 5020-02745

番号	品名	型番
1	PDA検出器	GL-7452
2	FL検出器	GL-7453A
3	ポンプ	GL-7410
4	キャリアリザーバー	GL-7480
5	カラムオーブン	GL-7430
6	オートサンプラー	GL-7420



〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましては、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@gl.s.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app_search.html