

今回のテクニカルノートは、No.102でも紹介しました水中の陰イオン界面活性剤の分析における、HPLCのノウハウをテーマとしました。

厚生労働省告示第二百六十一号 別表24では分離カラ

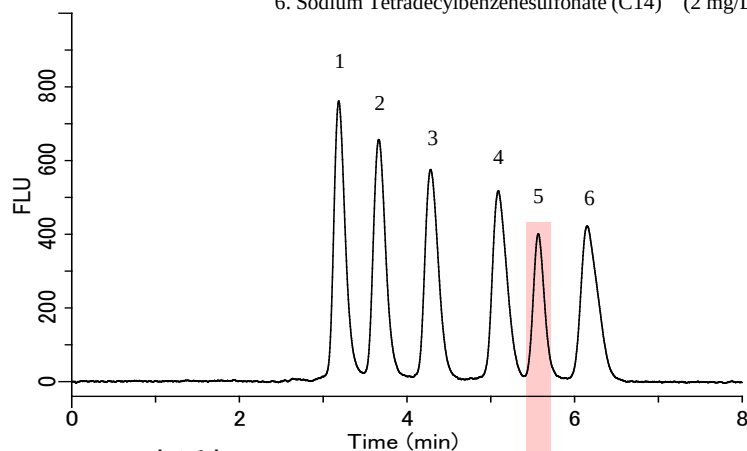
ムや溶離液などの規定がありますが、これらの一部を上手に変更しますと、溶媒の使用量、分析時間、検出感度、解析の容易さ等の点でより使いやすいメソッドになります。

(A. Tamura, C. Aoyama)

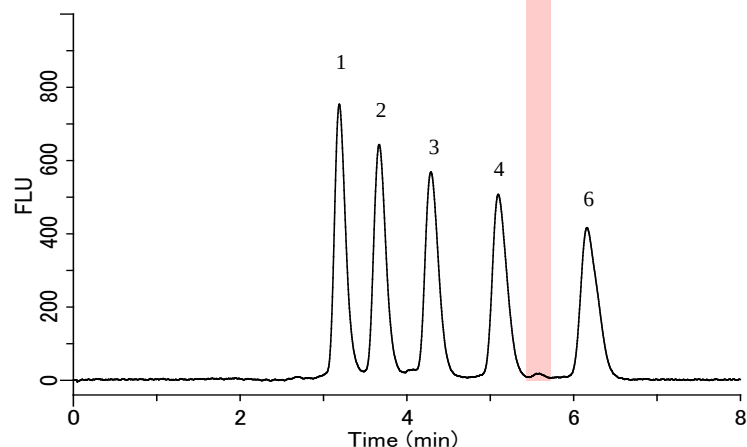
標準液測定例

トルエン添加

- | | |
|--|----------|
| 1. Sodium Decylbenzenesulfonate (C10) | (2 mg/L) |
| 2. Sodium Undecylbenzenesulfonate (C11) | (2 mg/L) |
| 3. Sodium Dodecylbenzenesulfonate (C12) | (2 mg/L) |
| 4. Sodium Tridecylbenzenesulfonate (C13) | (2 mg/L) |
| 5. Toluene | (1 mg/L) |
| 6. Sodium Tetradecylbenzenesulfonate (C14) | (2 mg/L) |



トルエン未添加



<条件変更のポイント>

1. [内径3.0 mmのカラムを使用](#)
2. [流量を0.4 mL/minに変更](#)

⇒ 同じ分離パターンを維持しつつ、溶離液の使用量を半分以下に削減できます。
(テクニカルノートNo.87もご参照ください。)

3. [ODSカラムではなく、C8カラムで分離](#)

⇒ 保持が弱くなるため、異性体が分離せず各成分がシャープな1本のピークとして検出されます。その結果、ピーク面積値を算出しやすくなります。ただし、溶離液の組成も65:35から58:42に変更しております。

4. [カラム長さは150 mm](#)

⇒ 250 mmのカラムを使った場合と比べて、カラムが短い分溶出が早くなります。この分析においては、150 mmのカラムでも雰囲気中から混入することの多いトルエンを含めた各成分の分離ができています。

HPLC条件

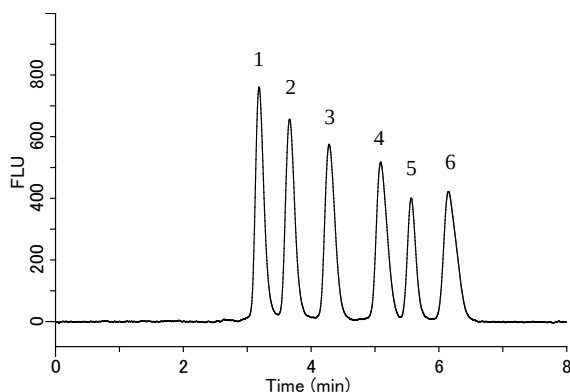
- | | |
|-------|--|
| システム | : GL-7400 HPLC system |
| カラム | : Inertsil C8-4 (5 μ m, 150 $\times$ 3.0 mm I.D.)
Cat.No. 5020-04065 |
| 溶離液 | : A) CH ₃ CN
B) 0.1 M NaClO ₄ in H ₂ O
A/B = 58/42, v/v |
| 流量 | : 0.4 mL/min |
| カラム温度 | : 40 $^{\circ}$ C |
| 検出 | : FL Ex 221 nm Em 284 nm (GL-7453A FL Detector) |
| 注入量 | : 5 μ L |

カラム内径と注入量の変更による感度の改善

UV検出器や蛍光検出器は、フローセル中に存在する測定対象成分の濃度によって測定値が決まります。そのため、同じ注入量のままでカラム内径を小さくすると、一般的にカラムから溶出する時点での測定対象成分の濃度が高くなるので感度が改善します。

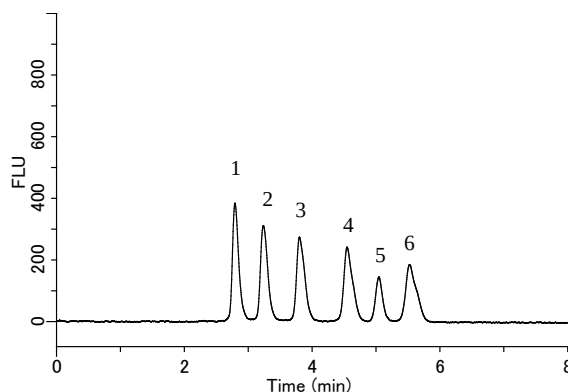
内径3.0 mmのカラムで5 μ L注入

(流量は0.4 mL/min)



内径4.6 mmのカラムで5 μ L注入

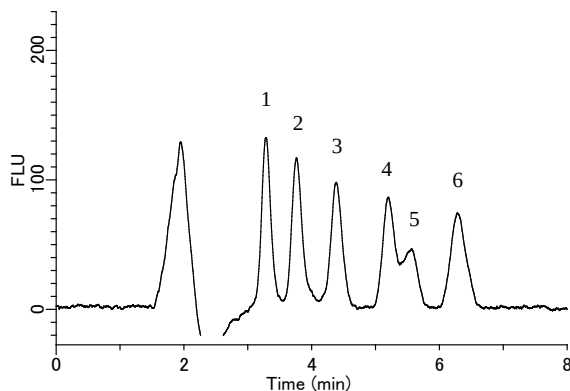
(流量は1.0 mL/min)



ただし、カラムの内径が細くなるほど、注入量を増やすことによるピーク形状の悪化も起こりやすくなります。このような現象を避けたい場合には、サンプルを水で一度2倍に希釈した後に、注入量を2倍に設定して分析することをお薦めいたします。注入される目的成分の絶対量は同じですが、サンプル溶媒が移動相として働いた時の溶出力が弱くなるので、ピーク形状の改善が期待できます。

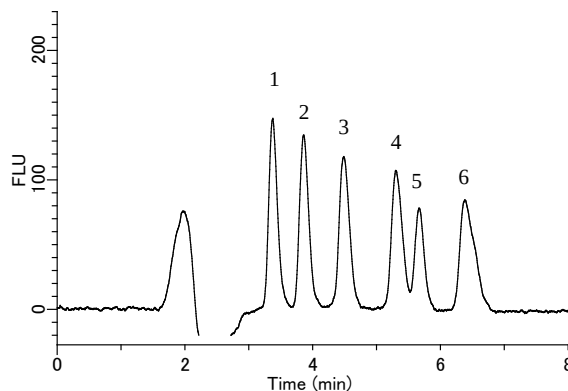
低濃度のサンプルを希釈せずに20 μ L注入

(サンプル溶媒はメタノール100%)



同じサンプルを水で2倍に希釈して40 μ L注入

(サンプル溶媒はメタノール50%)



ジールサイエンス株式会社

〒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も、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なっております。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@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html