

〔分析化学, 30, 76 (1981)〕

ガスクロマトグラフィーによる衣類中の遊離ホルムアルデヒドの微量分析

小林恵子, 岡本光美*, 河合 聰

Microdetermination of free formaldehyde in commercial clothes by gas chromatography

KEIKO KOBAYASHI, MITSUYOSHI OKAMOTO*, SATOSHI KAWAI

水溶液中の低分子カルボニル化合物のGC用誘導体化試薬として優れた性質を有するペントフルオロベンジルオキシルアミン(PFBOA)を利用し、衣類中の遊離ホルムアルデヒドの微量分析を行った。

省令法を準用し試料約0.5gからホルムアルデヒドを抽出する。試料溶液5mlにPFBOA水溶液(1.0mg/ml)を加え室温で40分間反応させる。食塩飽和・硫酸酸性条件下、n-ヘキサン0.3ml(内標:PFBO-アセトン $1.2\mu\text{mol}/\text{ml}$)で抽出し一定量をGCで測定する。ホルムアルデヒド濃度5ppm以上のときFID-GC、5ppm以下は希釈しECD-GCで測定する。GCの分離条件は3%XE-60、2.0mガラスカラム、カラム温度80°Cである。

PFBOAとホルムアルデヒドとの縮合反応は弱酸性溶液中で室温短時間に進行し、生成物は安定である。検量線は10~100ppmで相関係数0.9995と直線性を示し、5回測定を繰り返した結果、精度2.28%。またECDを用いた場合0.25~2.5ppmで相関係数0.9962であった。この定量法に従って市販衣類中の遊離ホルムアルデヒドの測定を行った結果、濁りや色落ちを生ずる試料についても妨害はなく、測定も短時間で終わり操作は簡単であった。またホルムアルデヒドのPFBOA誘導体はECDに極めて高い感度を示した。

* 岐阜県衛生研究所

〔分析化学, 30, 482 (1981)〕

高速液体クロマトグラフィーによるカテコール-O-メチルトランスフェラーゼ活性の測定

洪 性修, 強力ゆかり, 岡本光美*, 河合 聰

Determination of catechol-O-methyltransferase activity by high-performance liquid chromatography

SEISHU KOH, YUKARI GORIKI, MITSUYOSHI OKAMOTO*, SATOSHI KAWAI

カテコール-O-メチルトランスフェラーゼ(COMT)はラット肝より調製して用いた。基質として3,4-ジヒドロキシ安息香酸を用い、酵素反応によって生成した3-メトキシ-4-ヒドロキシ安息香酸(MHBA)と3-ヒドロキシ-4-メトキシ安息香酸(HMBA)は酢酸エチルで抽出し高速液体クロマトグラフィー(HPLC)で分離した。内部標準物質は4-ヒドロキシ安息香酸を用いた。HPLCの分離条件は、カラム:4mm×15cm, ステンレス製, LiChrosorb 5Rp 18; 溶離液:酢酸-アセトニトリル-水(1:5:94); 流速:0.96ml/min; 圧力:120kg/cm²; 分離温度:40°C; 測定波長:254nmである。

溶離液は、アセトニトリルのほうがメタノールより各成分の分離度およびピークの形状の点で良好な結果を与えた。溶離液のpHは低いほどよいが、カラムの劣化を考慮して酢酸濃度は1%とした。溶媒抽出による除たん白操作は簡便で確実で再現性のよい結果を示した。全操作による検量線はMHBAまたはHMBAの5~25μgの範囲で原点を通る直線となった。本法はCOMT活性の測定に適用可能であった。MHBAの生成量はHMBAの約4倍であった。

* 岐阜県衛生研究所