

固相抽出-HPLC 法による非イオン界面活性剤の分析

Analysis of Nonionic surface-active agent by HPLC with solid phase extraction

非イオン界面活性剤は、水質基準に関する省令(平成 15 年厚生労働省令第 101 号)に定める項目として、0.02 mg/L の基準値が設定されています。その試験法として、固相抽出-吸光光度法が用いられてきました。平成 24 年 4 月より、その一部が改正され、固相抽出-HPLC 法を用いた試験法が追加されました(平成 24 年厚生労働省告示第 66 号)。今回、この追加された試験法に準拠した非イオン界面活性剤(ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル)の分析例を紹介いたします。

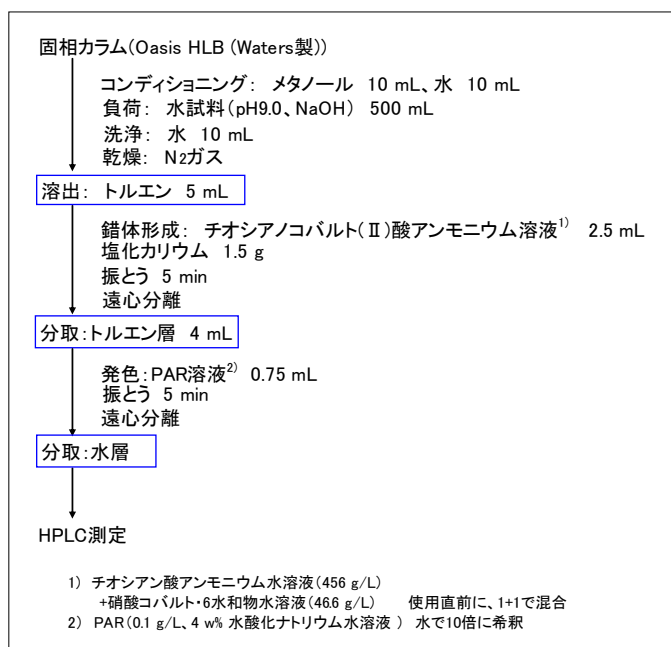


図 1 前処理の手順

図 1 に、固相カラムと液液抽出を組み合わせた前処理の手順を示しました。

非イオン界面活性剤は、固相カラムにより抽出後、トルエンで溶出されます。更に、コバルトと錯形成が行われ、トルエン層にコバルトが取り込まれます。トルエン層に取り込まれたコバルトを、PAR(4-(2-ピリジルアゾ)-レゾルシノール)と反応させ、水層中の Co-PAR を定量することにより、非イオン界面活性剤が定量されます。

表 1 に、分析条件を示しました。溶離液として、pH9.5 前後の四ホウ酸ナトリウム水溶液が使用されるため、アルカリ耐久性の高い TSKgel ODS-100S を分析カラムとして使用しています。

表 1 分析条件

Column:	TSKgel ODS-100S (5 μm, 4.6 mmI.D. x 15 cm)
Eluent:	10 mmol/L sodium tetraborate / methanol = 62 / 38
Flow rate:	1.0 mL/min
Detection:	VIS 510nm
Column temp.:	40 °C
Injection volume:	5 μL

図2に、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテル標準溶液の前処理を行い、測定したクロマトグラムを示します。基準値の1/10の濃度0.002 mg/Lにおいても、良好なピークが検出されています。なお、ブランク試料においても、Co-PARの小さなピークが確認されていますが、これは、前処理の工程においてトルエン層を分取する際に、水層から混入したコバルトに由来するものであると推測されます。

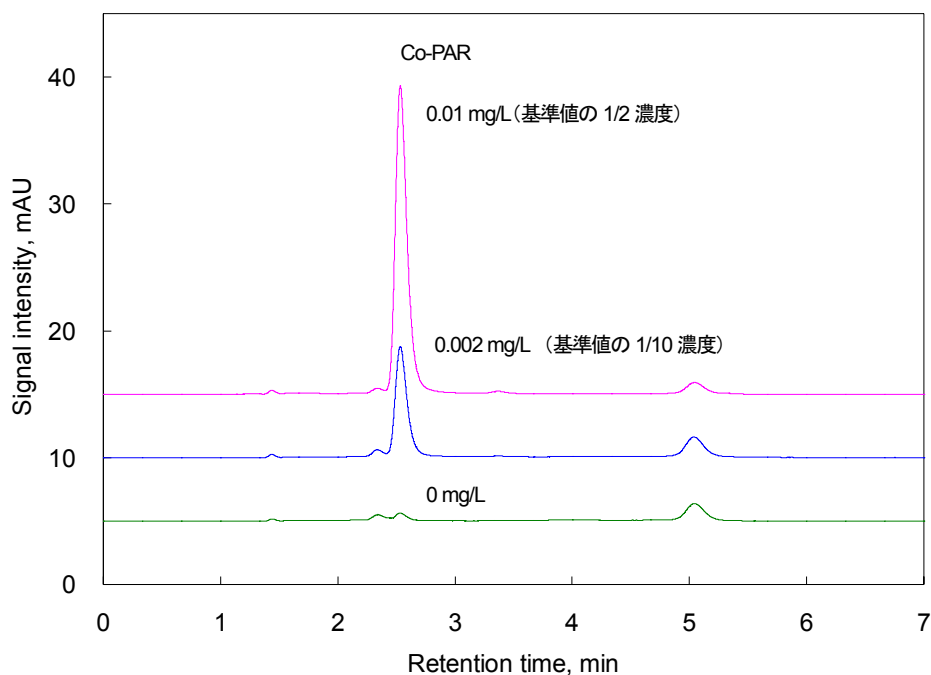


図2 標準試料のクロマトグラム

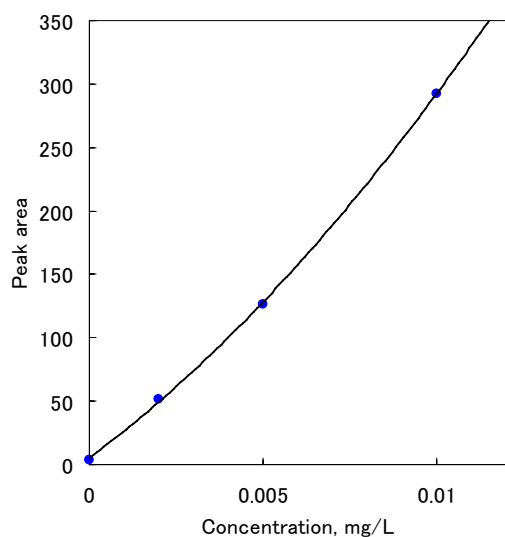


図3 検量線

図3に、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの0～0.01 mg/Lの濃度範囲における検量線を示しました。2次式で近似することにより、 $r=0.999$ の良好な相関係数が得られました。

また、0.02 mg/Lの濃度の標準試料を用いてピーク面積の再現性を確認した結果、RSD 0.8%以下( $n=6$ )の結果が得られました。