

## 固相抽出-HPLC 法による陰イオン界面活性剤の分析(2)

## Analysis of Anionic Surface-active Agent by HPLC with Solid Phase Extraction (2)

水質基準に関する厚生労働省告示第 261 号別表第 24 では、陰イオン界面活性剤の分析法として、固相抽出-高速液体クロマトグラフ法が採用されています。分離カラムには、炭素数の異なる 5 成分及びその構造異性体(直鎖、分岐鎖)が互いに認識可能なカラムが採用されています(テクニカルインフィメーション No.171 参照)。本報では、定量性を向上させる目的で、構造異性体の認識能が低く炭素数毎にシングルピークとして分離可能なカラムを用いた分析例を紹介します。

分析条件を表 1 に示します。分析カラムには、官能基としてオクチル基が導入された TSKgel

Super-Octyl を使用しました。直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム(LAS)標準試料(各濃度 1 mg/L)のクロマトグラムを図 1 に示します。水質基準項目の基準値は、5 成分の総和で 0.2 mg/L とされています。従って、検査方法に基づいた 250 倍濃縮の前処理操作を行った場合、1 mg/L は、基準値(各成分 0.04 mg/L)の 1/10 濃度に相当します。

各分析種の検量線を作成した結果、いずれの成分ともに、0.02~2.0 mg/L(濃縮前処理前の検水として 0.08~8 µg/L)の濃度範囲において良好な直線性が得られました(図 2)。

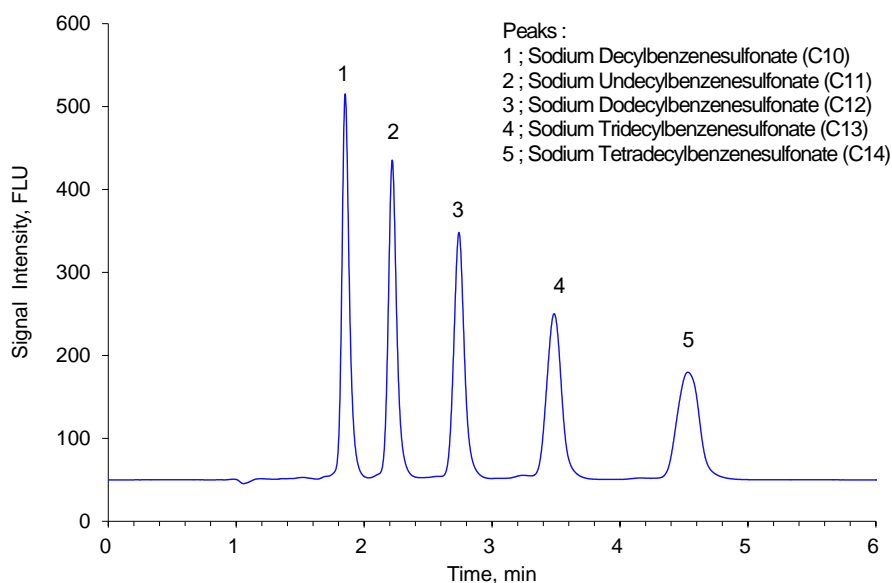


図 1 LAS 標準試料(各 1 mg/L)のクロマトグラム

表 1 分析条件

Column : TSKgel Super-Octyl (4.6 mm I.D. × 10 cm, 2.3 µm)
Eluent : 0.1 mol/L sodium perchlorate in (acetonitrile/water=55/45)
Flow rate : 1.0 mL/min
Column temp. : 50 °C
Injection vol. : 10 µL
Detection : FLD ; Ex 221 nm, Em 284 nm

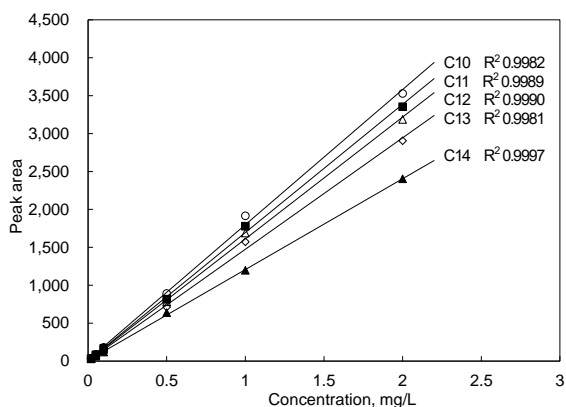


図2 各分析種の検量線

疎水性固相カラム Thermo Scientific™ Dionex™ OnGuard™ II RP 1 mL

コンディショニング: メタノール 5 mL  
 純水 5 mL

負荷: 水試料 500 mL

洗浄: 純水 5 mL

溶出: メタノール 5 mL

濃縮(窒素/パーズ, 2 mL 以下)

定容(純水で 2 mL に定容)

分析

図3 水試料の前処理手順

表2 水道水添加試料の分析結果

分析種	Spiked in Tap water at 0.4 µg/L	
	回収率 (%)	RSD(%, n=5)
C10	95.2	2.1
C11	97.5	2.7
C12	95.1	3.5
C13	95.3	3.5
C14	94.6	3.7

各分析種が 0.4 µg/L になるように LAS を添加した水道水を試料として、図 3 に示した前処理濃縮操作及び HPLC 分析を行いました。クロマトグラムを図 4 に、回収率と再現性を確認した結果を表 2 に示します。回収率 93% 以上、RSD (n=5) 4.0 % 以下の結果が得られました。

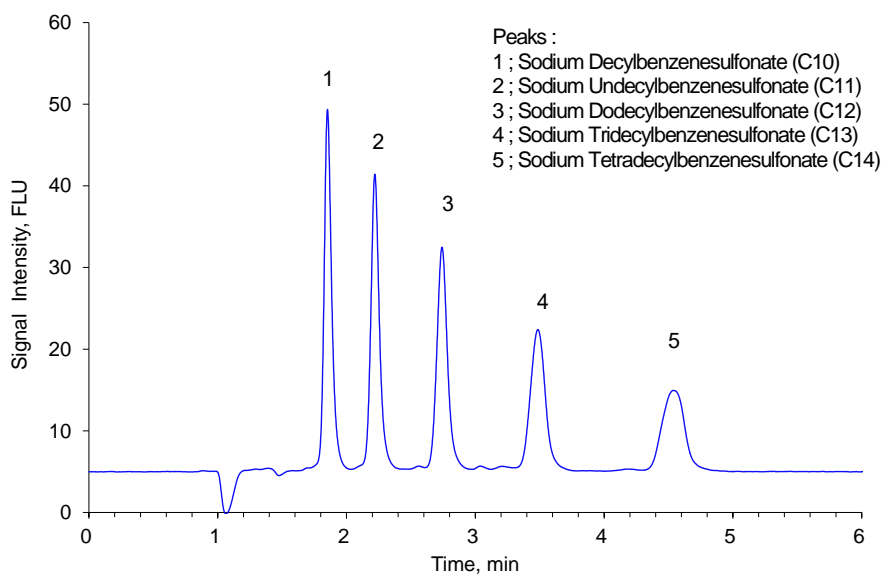


図4 水道水添加試料のクロマトグラム

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0018276	TSKgel Super-Octyl	2.3 µm	4.6 mm I.D. × 10 cm



※ "TSKgel"は日本における東ソー株式会社の登録商標です。  
 ※ "Thermo Scientific"、"Dionex"、"OnGuard"は、サーモフィッシャーサイエンティフィック インク及びその子会社の商標です。  
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。