

# 上水試験方法（2001年度版）に対応した イソシアヌル酸，陰イオン界面活性剤の分析

HPLC Analysis of Isocyanuric Acid, LAS According to JWWA\* Method  
\*(Japan Water Works Association)

より安全に、快適に生活するために欠かせない水道水について、その各種成分の分析方法が上水試験方法に定められています。イソシアヌル酸は、この上水試験方法の改訂（2001年度）に伴い、新たに上げられた物質で、一般的にプールの消毒薬剤として使用されています。また、海外の紛争地域における難民キャンプでは、飲料水の消毒にも用いられている物質です。

一方、界面活性剤は、表面張力を低下させる性質のほかに、浸透性、湿潤性、乳化性、気泡性、分散性、懸濁性など多くの特異的な性質があり、一般家庭用以外にも、繊維、製紙、金属、化粧品、医薬品、食品工業、土木建築業など多くの産業分野で利用されています。この内、陰イオン界面活性剤は、家庭雑排水が下水処理場を経由

して、または直接河川へ流入することによって広く水域環境中に存在します。陰イオン界面活性剤は、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム（LAS）、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸ナトリウム（AOS）、アルキルエーテル硫酸エステルナトリウム（AES）、アルキル硫酸エステルナトリウム（AS）などの種類がありますが、今日使用されているものの多くはLASです。このLASの分析については、従来より上水試験方法でHPLC法が取り入れられています。

ここでは、上水試験方法（2001年版）に準拠した分析条件によるイソシアヌル酸およびLASの分析例をご紹介します。

M. Mikami

## イソシアヌル酸の分析

Analysis of Isocyanuric Acid

イソシアヌル酸標準品の分析例をFig.1に示します。試料は、上水試験方法に準拠して、ジクロロイソシアヌル酸ナトリウムより調製し（10mg/L）、その20 $\mu$ Lを注入しました。なお、イソシアヌル酸は水環境中では不安定で、容易に分解するため、用時調製が必要です。

Fig.2は、フォトダイオードアレイ検出器によるイソシアヌル酸のスペクトルです。イソシアヌル酸は、低波長領域にのみUV吸収がありますので、実試料中の夾雑成分と分離させるためには、十分保持させるようなカラムの選択が重要です。

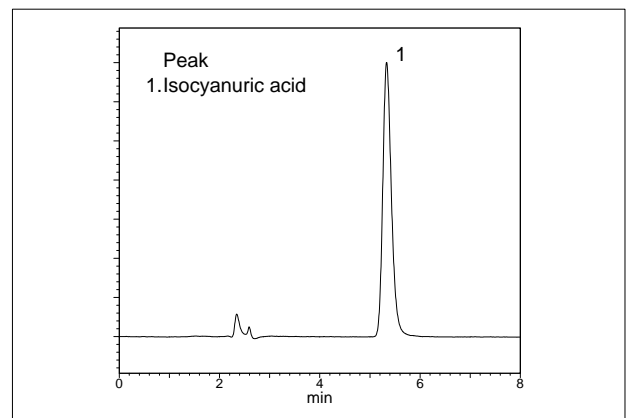


Fig.1 イソシアヌル酸のクロマトグラム  
Chromatogram of Isocyanuric Acid  
(10  $\mu$ g/mL, 20  $\mu$ L Inj.)

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shodex RSpak DE-613 (150mmL. x 6.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 10mM (Sodium) phosphate buffer (pH 7)
Flow Rate	: 0.8mL/min
Temperature	: 40
Detection	: SPD-10AV <sub>VP</sub> at 220nm SPD-M10AV <sub>VP</sub> 200 ~ 300nm

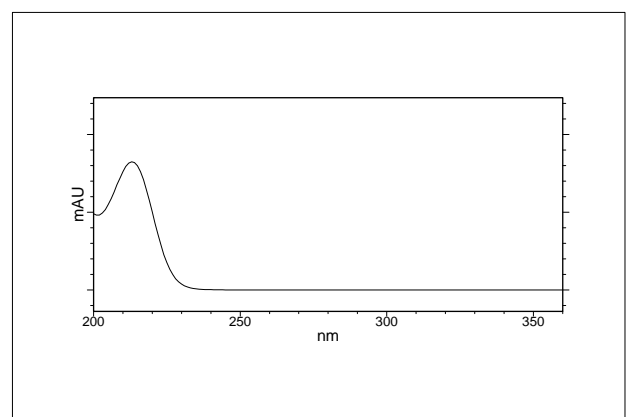


Fig.2 イソシアヌル酸標準品のスペクトル  
UV spectrum of Isocyanuric Acid

## イソシアヌル酸分析の再現性

### Repeatability of Isocyanuric Acid Analysis

イソシアヌル酸500  $\mu\text{g/L}$ 標準溶液の5回繰り返し測定の結果をTable2に示します。この濃度は、検水を前処理操作で500倍濃縮すれば、試料原液中濃度として1  $\mu\text{g/L}$ に相当します。

Table 2 再現性  
Repeatability

Isocyanuric acid	Retention time(min)	Peak area
1	5.330	14731
2	5.328	14677
3	5.330	15161
4	5.333	14969
5	5.329	14985
Average	5.330	14905
Standard deviation	0.0019	199.0
RSD(%)	0.036	1.34

(500  $\mu\text{g/L}$ , 20  $\mu\text{L}$ )

## LASの分析

### Analysis of LAS

LASのHPLC分析には、UV検出器、または蛍光検出器を使うことになっています。Fig.3に、LASの分析例を示します。上段が蛍光検出器、下段がUV検出器による結果です。分析条件は、Table3に示します。なお、LAS標準品は炭素数の異なる成分の混合物です。

Fig.4は、一般家庭で使用される家庭用合成洗剤を分析した例を示しました。試料は、500mg/L（水で溶解）を20  $\mu\text{L}$ 注入しました。炭素数10～13について、各種異性体が検出されているのがわかります。

Table 3 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (250mmL. $\times$ 4.6mm I.D.)
Mobile Phase	: 0.1M Sodium Perchlorate/Acetonitrile = 35/65
Flow Rate	: 1.0mL/min
Temperature	: 40
Detection	: RF-10A <sub>XL</sub> Ex at 221nm, Em at 284nm SPD-10A <sub>VP</sub> at 225nm

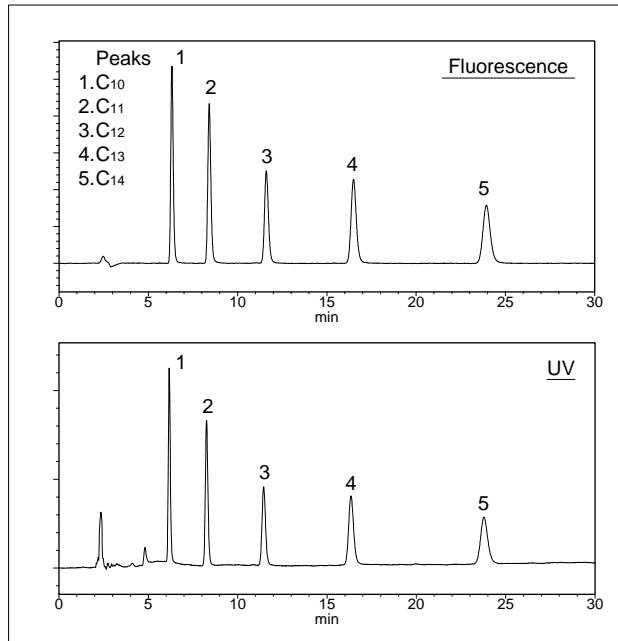


Fig.3 LASのクロマトグラム (2mg/L, 20  $\mu\text{L}$ 注入)  
Chromatogram of LAS (2mg/L, 20  $\mu\text{L}$  Inj.)  
(upper) RF-10A<sub>XL</sub> Ex at 221nm, Em at 284nm,  
(lower) SPD-10A<sub>VP</sub> at 225nm

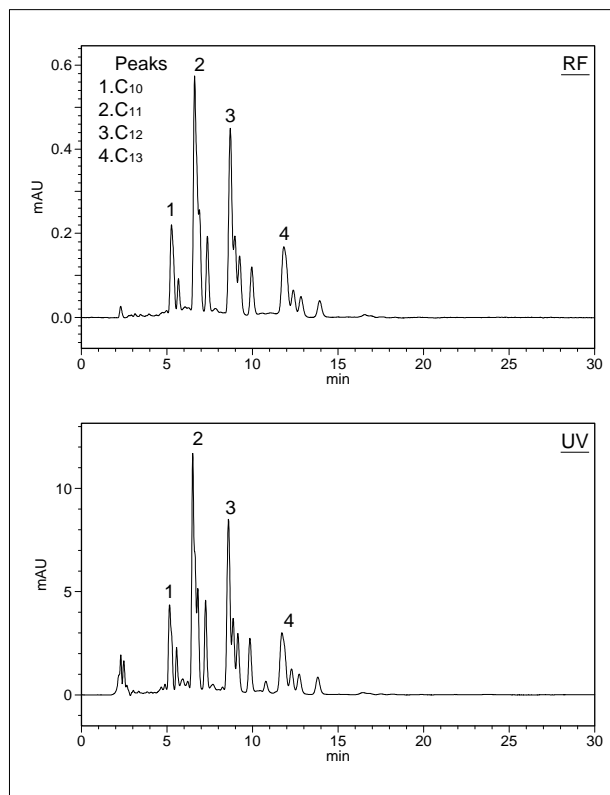


Fig.4 家庭用合成洗剤のクロマトグラム (500mg/L, 20  $\mu\text{L}$ 注入)  
Chromatogram of Laundry synthetic detergent  
(500mg/L, 20  $\mu\text{L}$  Inj.)  
(upper) RF-10A<sub>XL</sub> Ex at 221nm, Em at 284nm,  
(lower) SPD-10A<sub>VP</sub> at 225nm

初版発行：2002年9月  
A改訂版発行：2004年4月

 島津製作所 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。