

固相抽出 - 吸光光度法による水中の非イオン界面活性剤の測定

Measurement of Nonionic Surfactant in water by solid-phase extraction-absorption spectroscopy

水道法の改正により水質基準として新たにいくつかの項目が追加されました。追加された項目のひとつに非イオン界面活性剤があります。非イオン界面活性剤の水質検査の方法として固相抽出 - 吸光光度法が公定法に記述

されています。

今回紫外可視分光光度計を用いて水中の非イオン界面活性剤の測定を行いましたのでご紹介します。

H.Abo

固相抽出

Solid-phase extraction

水道法の改正により水質基準として新たにいくつかの項目が追加されました（水質基準に関する省令「平成15年5月30日厚生労働省令第101号」）。追加された項目のひとつに非イオン界面活性剤があります。界面活性剤の一種である非イオン界面活性剤は一般に洗浄剤や乳化剤として用いられています。

非イオン界面活性剤の分析方法は固相抽出 - 吸光光度法が公定法（水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法「平成15年7月22日厚生労働省告示第261号」）として記述されており、分析の前処理として固相抽出を行います。固相抽出は液体クロマトグラフィー、ガスクロマトグラフィー質量分析などにおいてサンプルの前処理として非常に頻繁にもちいられる前処理手法で、妨害成分の除去や低濃度成分の濃縮などの目的に使用されます。

今回の非イオン界面活性剤の分析においてはシリカゲルにオクタデシル基を化学結合させた市販の固相カラムを用いて、固相抽出を行いました。

非イオン界面活性剤の分析における固相抽出のフローチャートをFig. 1に示します。非イオン界面活性剤の分析において固相抽出はまず固相カラムにメタノール、精製水を注入することから始めます。次に検水（試料）を固相カラムに注入し、さらに精製水を流します。その後固相カラムから水分を除去します。水分を除去した後、固相カラムから非イオン界面活性剤をトルエンで抽出し、この抽出液を分析の試験溶液とします。

固相抽出のフローチャート

- (1) 固相カラムにメチルアルコール 5mL 及び精製水 5mL を順次加圧注入する。
- (2) 検水 1000mL（非イオン界面活性剤として 0.005 ~ 0.04mg/L 含む。水酸化ナトリウム溶液（4w/v%）を用いて pH 値を 9 に調整）を毎分 10 ~ 20mL の流量で固相カラムに流す。
- (3) 固相カラムに精製水 10mL を流す。
- (4) 固相カラムの水分を除去する。
（吸引又は窒素ガスを吹き付け）
- (5) 固相カラムの通水方向とは逆からトルエンを緩やかに流し、共栓付き遠心分離管 10mL に正確に 5mL を受け、これを試験溶液とする。

注意：詳細は「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年7月22日厚生労働省告示261号）」をご参照ください。

Fig.1 固相抽出のフローチャート
Flow chart of Solid-phase extraction

水中の非イオン界面活性剤の分析

Determination of Nonionic Surfactant in water

非イオン界面活性剤の分析は固相カラムから抽出された試験溶液をFig.2の順序に従って分析します。

検量線のための標準試料は非イオン界面活性剤標準液を段階的に(0.005~0.04mg/L)メスフラスコに採り、それぞれに精製水を加えて1000mLにして作成します。この標準試料を実試料と同様の固相カラムによる固相抽出及び分析操作を行って検量線を作成します。標準試料のスペクトル曲線をFig.3に示します。

Fig.4には非イオン界面活性剤の検量線、水道水中の非イオン界面活性剤の測定結果を示します。

分析のフローチャート

- (1) 試験溶液 5mL にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液 2.5mL 及び塩化カリウム 1.5g を加え、5 分間振り混ぜる。
- (2) 回転数 2,500rpm で 10 分間遠心分離する。
- (3) パスツールピペットを用いてトルエン層 4mL を別の共栓付き遠心分離管 10mL に移す。
- (4) PAR 溶液 1.5mL を加え、静かに 3 分間振り混ぜる。
- (5) 回転数約 2,500rpm で 10 分間遠心分離する。
- (6) トルエン層を除去する。
- (7) 溶液の一部をセルに採る。
- (8) 波長 510nm 付近で吸光度を測定する。
- (9) 作成した検量線から試験溶液中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

注意：詳細は「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法（平成15年7月22日厚生労働省告示261号）」をご参照ください。

Fig.2 分析のフローチャート
Flow chart of Analytical Method for Nonionic Surfactant

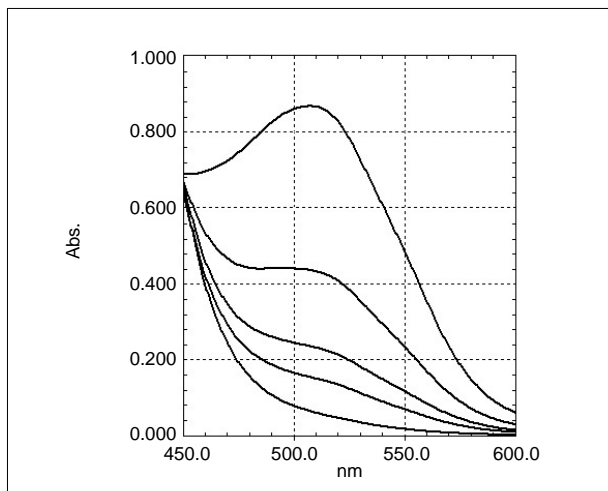


Fig.3 非イオン界面活性剤標準液の吸収スペクトル
Absorption Spectra for Nonionic Surfactant Solution

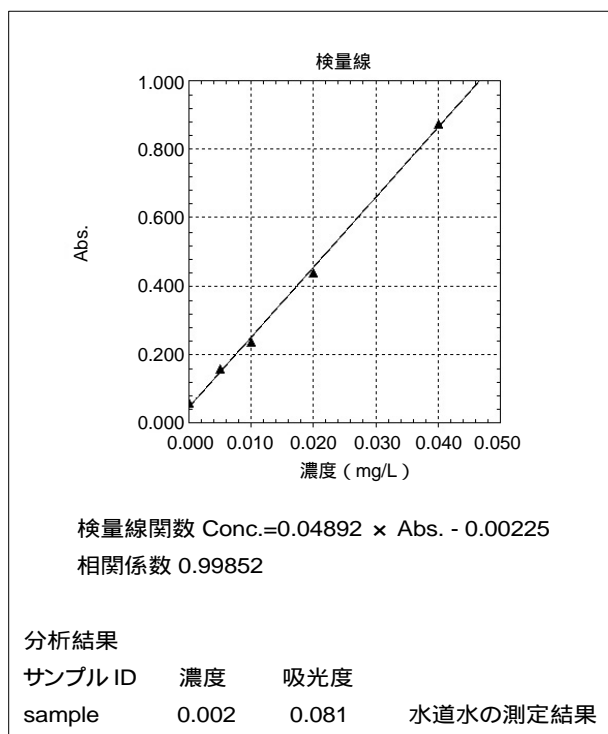


Fig.4 水中の非イオン界面活性剤の測定例
Determination of Nonionic Surfactant in Water