

Application News

No. L527

高速液体クロマトグラフィー

水質基準に準拠した固相抽出-HPLC 法による非イオン界面活性剤の分析

非イオン界面活性剤 (Non-ionic surfactant、以下 NIS) は、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) の施行により、基準値は 0.02 mg/L 以下と定められています。分析方法は、固相抽出-吸光度法が告示されましたが、平成 24 年度より一部改正され、固相抽出-高速液体クロマトグラフ法 (別表第二十八の二) が追加されています。ここでは、当社 HPLC を用いた水道水中の非イオン界面活性剤の分析例をご紹介します。

A. Morita, M. Oshiro, T. Hoshi

■ 標準液の分析

本試験法では、検水を固相抽出により 100 倍濃縮し、各種試薬に反応させ、最終生成物であるコバルトと 4- (2-ピリジアルアゾ) -レゾルシノール (以下、PAR) の錯体 (Co-PAR) を、UV-VIS 検出器を用いて 510 nm 付近の波長で検出を行います。検出にタングステンランプを使用することで、高感度に分析可能です。

図 1 に標準液のクロマトグラム、表 1 に分析条件を示します。移動相に用いる 10 mmol/L 四ほう酸ナトリウム水溶液は pH が約 9 となるため、耐アルカリ性の分析カラム及び分析装置を使用することを推奨します。

ブランク試料 (濃度:0 mg/L) においても、Co-PAR ピークが検出される場合があります。これは前処理工程において、錯形成していないコバルト及び不純物として含有される金属を完全に排除できないことが原因と考えられます。

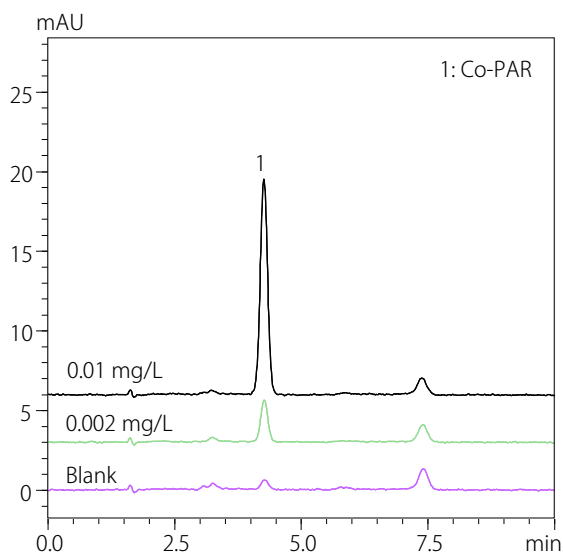


図 1 標準液のクロマトグラム

表 1 分析条件

Instrument	: Prominence™ HPLC system
Column	: Shim-pack™ GIST C18 (150 mm L × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile phase	: Methanol / 10 mmol/L Sodium tetraborate = 38 / 62 (v/v)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Column temp.	: 40 °C
Detection	: SPD-20AV (W Lamp) 510 nm
Sample Vol.	: 10 μL

■ 直線性

図 2 に試験法で規定されている 0.002-0.01 mg/L の濃度範囲における検量線を示します。相関係数 (R^2) は 0.998 でした。

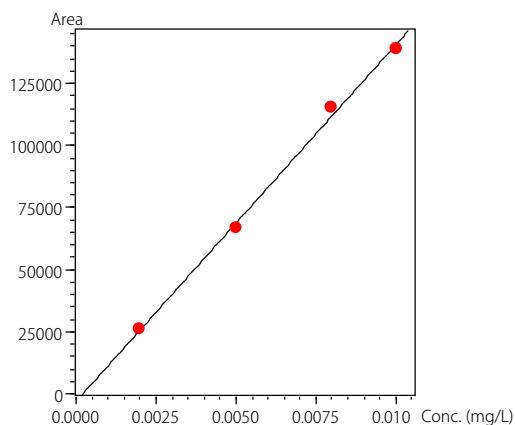


図 2 検量線

■ 再現性

検量線の最低濃度で基準値の 1/10 に相当する 0.002 mg/L の標準液で 6 回連続繰り返し分析を行いました。ピーク面積の相対標準偏差は 1.2 %、保持時間の相対標準偏差は 0.16 % と良好な結果が得られました。クロマトグラムを図 3 に示します。

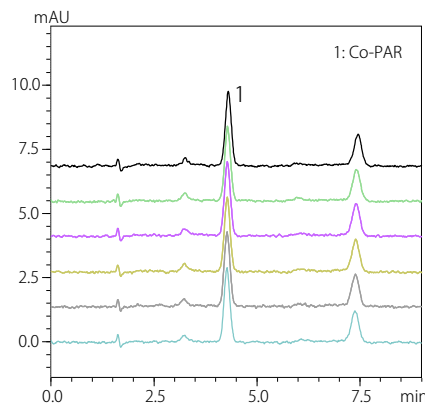


図 3 標準液 0.002 mg/L < 6 回連続繰り返し分析 >

■ 前処理方法

前処理方法を図4に示します。非イオン界面活性剤はガラスに吸着しやすく、さらに PAR 試薬がコバルト以外の金属とも錯体を形成してしまうことなどから、樹脂製器具を用いることをお勧めします。図5<a>は、固相抽出カートリッジからトルエンで溶出させた溶液にシアノコバルト(II)アンモニウム溶液と塩化カリウムを添加し、振とう、遠心分離させた後の溶液の写真です。遠心分離が正常に行われると、NISの含有量に比例した分だけ、コバルトがトルエン層に移りま

す。しかし、遠心分離が不十分な場合、トルエン層に過剰のコバルトが残存することがあります。検量線の相関係数が悪くなる場合、遠心分離などの前処理が原因の場合があります。図5は、図5<a>のトルエン層と PAR 溶液を加え、振とう、遠心分離後の溶液の写真です。発色反応後、PAR 溶液を含む水層は NIS の濃度が濃いほど強く赤みを帯びた色を呈します。

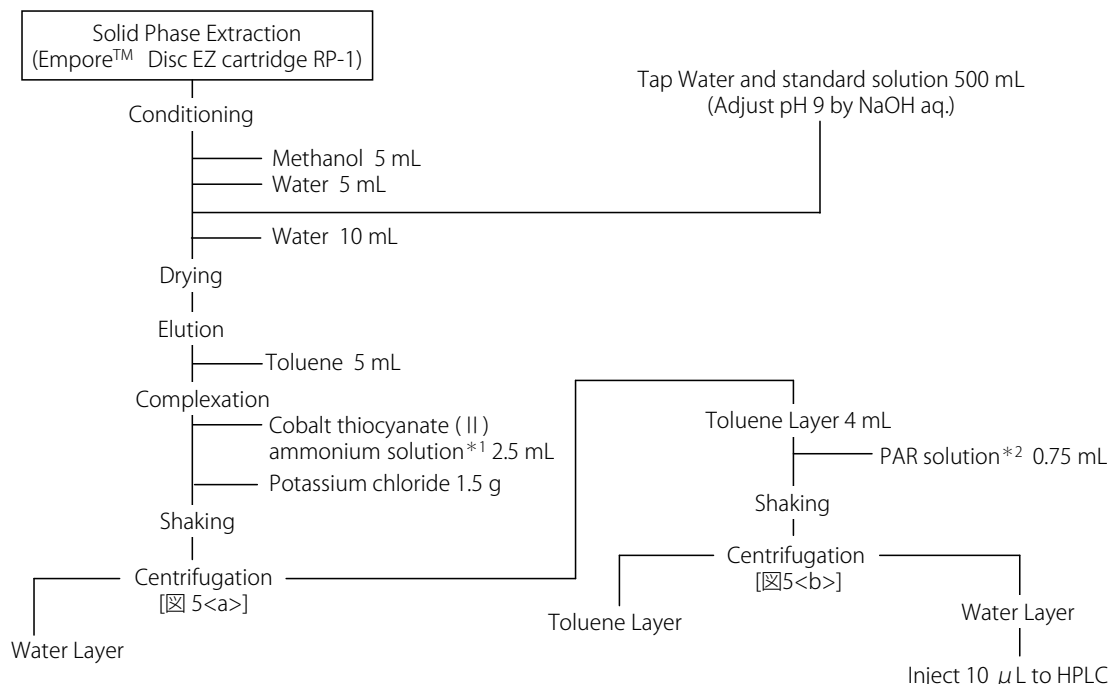


図4 前処理方法

*1 チオシアン酸アンモニウム水溶液 (456 g/L) と硝酸コバルト6水和物水溶液 (46.6 g/L) を使用直前に 1/1 (v/v) で混合した溶液
*2 PAR (0.1 g/L; 4 w/v% NaOH 水溶液で pH11 となるように調整) 溶液を超純水で 10 倍希釈した溶液

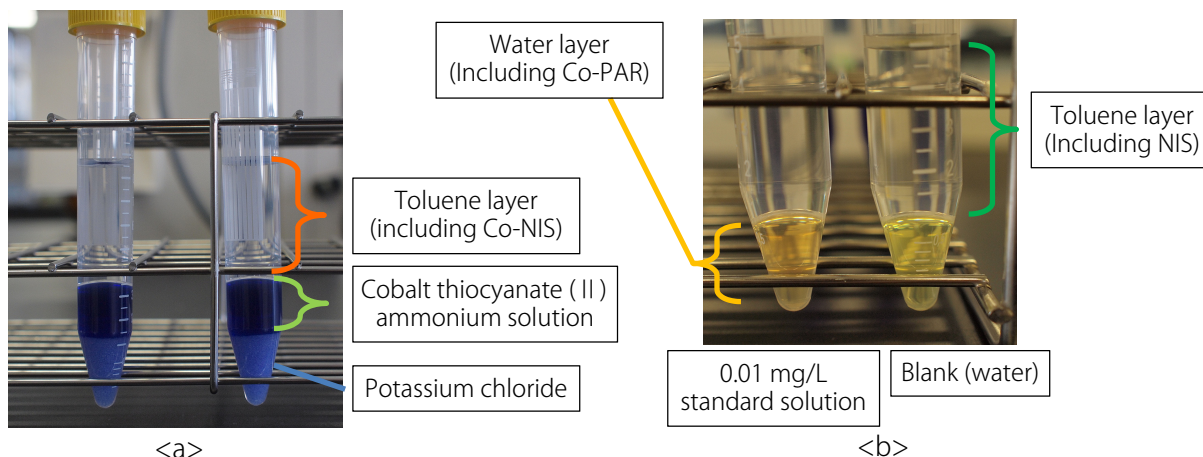


図5 <a> 錯化反応 発色反応

Prominence および Shim-pack は、株式会社 島津製作所の商標です。
Empore は、3M 社の商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年3月

島津コールセンター ☎0120-131691
(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。