

高速液体クロマトグラフによる陰イオン界面活性剤の

分析方法における迅速化の検討

水質センター 検査課

1 はじめに

陰イオン界面活性剤である直鎖型アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム(以下「LAS」という。)は、洗濯用合成洗剤等で使用されている。水道では水質基準項目に位置付けられており、当局では LAS (5 物質) の分析を年 4 回、各浄水場の原水及び浄水について行っている。

LAS の分析方法は、告示法では固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法が規定されている。固相抽出により試料を濃縮する前処理には時間が掛かるため、試料の測定が終了するまでに、半日以上時間を要する。事故が起きた際の対応や業務の効率化を考えると、分析方法の迅速化は重要な課題である。そこで、前処理を行わず、水試料のまま直接分析機器に注入する分析方法(以下「直接注入法」という。)を確立するために検討を行った。

2 実験内容

- (1) 再現性を得るための検討
- (2) 検量線の直線性の確認
- (3) 定量下限値の算出
- (4) 妥当性評価ガイドラインに基づく評価

3 実験結果

- (1) 告示法で規定されている溶離液、分離カラムを用いて検討を行った。始めはクロマトグラムに再現性がなかったが、使用する器具をメタノール洗浄、バイアルを共洗いするなど、洗剤等のコンタミネーションやガラスの吸着に注意をしたところ、安定したクロマトグラムを得ることができた。
- (2) 検量線の直線性は、 $0.004\sim 0.01\text{mg/L}$ の範囲で、5 物質全てにおいて決定係数 0.99 以上の良好な直線となった。
- (3) 定量下限値は告示法と同様、5 物質全てで 0.004mg/L (5 物質合計で定量下限値 0.02mg/L) であった。
- (4) 金町浄水場の浄水、原水に 0.004mg/L となるように標準液を添加し、1 日 1 回 (2 併行)、5 日間実施する枝分かれ実験を行った。原水、浄水共に真度 (81~103%、目標 70~120%)、併行精度 (4~17%、目標 20%以下)、室内精度 (11~24%、目標 30%未満) を満たすことができた。

以上の結果より、直接注入法での分析方法を確立することができ、試料分取から測定終了までの分析時間が、半日以上から 10 分以内と大幅に短縮され、迅速な測定が可能となった。

また、前処理が省略できたことで、使用する有機溶媒や固相カラム等の使用量が減り、分析に係るコストを抑えることができた。