

# 非イオン界面活性剤 振とう方法における発色強度についての検討

一般財団法人 宮城県公衆衛生協会

佐久間 弘毅

## 1. はじめに

水道水質検査における非イオン界面活性剤の試験方法は、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 日厚生労働省告示第 261 号：以下、告示）にて、固相抽出－吸光光度法（別表第 28）及び固相抽出－高速液体クロマトグラフ法（別表第 28 の 2）が定められている。両試験法においては PAR 溶液添加後の振とう状況、固相カラムのロット間のばらつきなど様々な要因で発色状況に影響があることが各所から報告されている。

当協会が採用している固相抽出－吸光光度法において告示では、PAR 溶液 1.5ml を加え、静かに 3 分間振り混ぜる、と示されている。告示の曖昧な表現により、PAR 溶液添加後の発色強度が分析毎に差が生じることを経験した。そこで「静かに」の振とう方法に検討の余地を見出し、当協会の検査員の技術の共通化を図るべく、振とう条件について検討を行ったので報告する。

## 2. 方法

分析フローについては図-1 に示すとおりである。振とう機は THOMAS KAGAKU RECIPRO SHAKER TS-12H(横振り、振れ幅 10cm)、測定に用いる分光光度計は日立製 U-2900 を使用した。ガラス製の試験管は非イオン界面活性剤が吸着しやすいことが報告されていることから、遠心分離管は IWAKI 製のポリプロピレン製 15mL 容を使用した。

検量線溶液 0.8mg/L、2mg/L、3mg/L 及び 4mg/L（試料中の濃度で 0.004mg/L、0.010mg/L、0.015mg/L 及び 0.020mg/L）を調整し、それぞれ PAR 溶液添加後、「静かに 3 分振とうする」の振とう条件について表-2 に示した。

図-1 別表第 28 分析フロー図

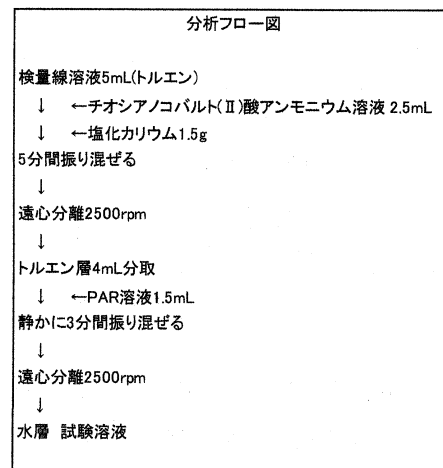


表-2 PAR 溶液添加後の振とう回数

	3分あたりの 振とう回数(回)
1	45
2	180
3	540
4	720

### 3. 結果および考察

PAR 溶液添加後、振とう速度を変えたそれぞれの試験液 (n=5) について測定を行った結果を表-3 に示した。検量線の相関性及び 0.8mg/L (下限値) での安定性は、振とう速度を速めるほど良好となるが、720 回/3 分の振とうでは塩の析出により測定することができなかった。緩やかすぎる振とう (45 回/3 分) では、安定性や検量線の直線性に影響し、また激しい振とう (720 回/3 分) では測定が困難になる。

表-3 振とう速度別 相関係数および下限値でのばらつき

振とう速度	検量線 相関係数 ( $r^2$ )	0.8mg/L (下限値) RSD(%)	4.0mg/L (上限値) Abs.
45 回/3 分	0.971	12.5	0.322
180 回/3 分	0.991	11.8	0.344
540 回/3 分	0.999	4.5	0.486
720 回/3 分	測定不能	測定不能	測定不能

また、上記の試験液の測定後、発色強度の差 (表-3) から非イオン界面活性剤がトルエン層から抽出しきれているかを確認するために、トルエン層に再度 PAR 溶液を 1.5mL 添加し、それぞれ 540 回/3 分の速度で振とうし、遠心分離 (2500rpm) した後に、再度測定を行った結果を表-4 に示した。

表-4 振とう速度別 再度 PAR 溶液添加後の測定値

1 回目振とう速度	2 回目振とう速度	Abs.
45 回/3 分	540 回/3 分	0.124
180 回/3 分	540 回/3 分	0.088
540 回/3 分	540 回/3 分	0.043
(PAR 溶液のみ)		0.036

45 回/3 分および 180 回/3 分の振とうを行っていた試験液は発色し、それぞれの振とう速度では非イオン界面活性剤がトルエン層に残っていることが判明した。なお 540 回/3 分の振とうを行っていた試験液では PAR 溶液とほぼ同様の Abs を示し、トルエン層には非イオン界面活性剤が残っていないことが判明した。

### 4. まとめ

緩やか過ぎる振とうでは、1 回の振とうのみでは非イオン成分が完全に抽出しきれず、検量線の直線性や安定性に影響を与えていることが明らかになった。一定の振とう条件を定めるなど、共通化した前処理を行えば、分析担当者間のばらつきの低減し安定した分析結果が得られ、分析精度の上昇および作業の効率化が期待できる。