

# 固相抽出-吸光光度法による工場排水及び環境水中の 非イオン界面活性剤の測定

山口陽子(現 衛生薬業センター)

## 要 旨

JIS K 0102\_1998 工場排水試験法による非イオン界面活性剤の測定では、前処理にイオン交換分離を行い吸光度を測定することとなっている。今回、固相抽出-吸光光度法により洗濯工場排水及び魚の死亡現場である環境水の測定を行った結果、魚の死亡現場から非イオン界面活性剤が検出された。

キーワード：非イオン界面活性剤、固相抽出

### はじめに

非イオン界面活性剤は、界面活性剤のうちイオンに解離する基を持たない物質の総称である。親水基の種類によりエーテル型、エステル型、エーテルエステル型などがある。用途としては洗剤の他、医薬品・化粧品などの乳化剤や食品添加物などである。排水基準はないが水道水質基準は平成15年5月より0.02mg/L以下と定められた。

平成16年7月、保健所に住民から「洗濯工場の排水が流れ込む川に仕切りをして、また当該河川より自宅に掘った池に水を引き込む形で飼育しているコイが死亡したので工場の排水が疑わしい」との苦情が寄せられた。その際保健所に持ち込まれた①工場排水、②魚の死亡していた現場の水、を固相抽出-吸光光度法で測定したところ、魚の死亡していた現場の水から非イオン界面活性剤が検出された。

### 測定方法

#### 1 水質の簡易検査結果

保健所が行った簡易検査の結果は表1のとおりであった。

特に目立つ異常は見られなかった。

表1 簡易検査結果

検査項目	工場排水	魚の死亡現場の水
pH	7.9	7.4
陰イオン界面活性剤	—	±
残留塩素	—	—

#### 2 使用試薬等

固相カラム：Sep-Pak PS-2

固相抽出装置：Waters Sep-Pak Concentrator Plus

メタノール：残留農薬検査用5000倍濃縮検定品

水酸化ナトリウム：特級

塩化カリウム：特級

トルエン：特級

非イオン界面活性剤標準品：ヘプタエチレングリ

コールモノ-n-ドデシルエーテル：水質試験用

チオシアン酸アンモニウム：特級

硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物：特級

4-(2-ピリジルアゾ)レゾルシノール：鹿一級

チオシアンコバルト(Ⅱ)アンモニウム溶液：

チオシアン酸アンモニウム 456g を超純水 1L に溶かす。別に硝酸コバルト(Ⅱ)六水和物 46.6g を超純水 1L に溶かし、使用時に 1:1 の割合に混合したもの

PAR 溶液:4-(2-ピリジルアゾ)レゾルシノール 0.1g を水酸化ナトリウム溶液(4w/v%)を用いて pH11 程度になるよう調製しながら超純水で 1L とし、更に超純水で 10 倍に薄めて使用時に pH が 9.5 程度になるように調製したもの

### 3 前処理及び測定

水道基準に関する省令(平成十五年厚生労働省令第百一号)四十三非イオン界面活性剤 別表第二十八に定める方法を参考に以下のように検査を行った。

#### (1)前処理

固相抽出(カラム: Sep-Pak PS-2)

↓

コンディショニング

↓メタノール(5mL)

↓超純水(5mL)

通水(1000mL)

↓検体(pH9) 20mL/分

カラム洗浄

↓超純水(10mL)

脱水

↓固相カラムを遠心分離 2000 回転、2 分間

溶出(バックフラッシュ)

↓トルエン 5mL、1mL/分↓

前処理溶液(5mL)

#### (2)測定

前処理溶液 5mL にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液 2.5mL、塩化カリウム 1.5g 加える

↓5 分間振とう

遠心分離 2500 回転、10 分間

↓トルエン層 4mL を別の共栓遠沈管に移す

PAR 溶液 1.5mL を加える

↓静かに 3 分間振とう

遠心分離 2500 回転、10 分間

↓トルエン層除去

510nm にて吸光度を測定

標準原液としてヘプタエチレングリコールモノ-n-ドデシルエーテル 0.1g をメタノールに溶かし、100mL とする

検量線として上記標準原液を希釈し 0、2、4、8、10、20mg/L トルエン溶液を調製し、これらの吸光度より検体中の非イオン界面活性剤の濃度を算出する

### 結果と考察

1 回目に工場排水、添加回収試験、ブランク試験を行い、2 回目に魚の死亡していた現場の水、添加回収試験、ブランク試験を行った。

検量線の一例を図 1 に示す。また測定結果は表 2 のとおりであった。

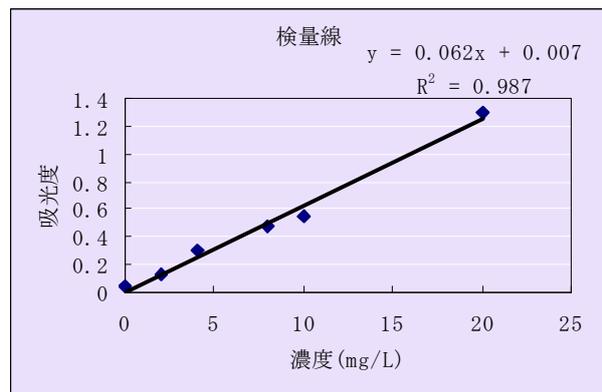


図 1. 検量線

工場排水は 0.02mg/L 未満で、魚の死亡していた現場の水は 1.3mg/L であった。

表2 測定結果

	検体名	検体量 (L)	希釈倍率	報告値 (mg/L)
1回目	工場排水	1	1	<0.02
	回収試験	1 (0.02mg/L 溶液)	1	(回収率 30.6%)
2回目	現場の水	1	40	1.3
	回収試験	1 (0.02mg/L 溶液)	1	(回収率 63.0%)

※現場の水は見た目に泡立っていたので50mL→2000mLに希釈したものを検体とした。(40倍希釈)

1回目測定の回収率が悪いが、原因としては前処理でのトルエン溶出が緩やかでなかったことが考えられる。この点を考慮して工場排水の濃度を再計算しても検査結果は水道基準0.02mg/Lを下回る値であった。

その後保健所の調査で、工場の未処理水が処理槽を通らずに川へ流れ込んでいることが判明した。

### まとめ

今回の検査により魚の死亡現場で検出された非イオン界面活性剤は、排水基準が設定されていないものの魚毒性があるので、魚の死亡事故が起きた場合、その原因物質の一つに挙げることができる。

今回、搬入された検体量に制約があったため、再試験は行うことができなかったが、固相抽出→吸光度測定という方法で、死魚事故の原因解明を迅速に行うことができた。

### 参考文献

東京都環境科学研究所ニュース No12 合成洗剤（界面活性剤）の水辺環境に及ぼす影響