

## 陰イオン界面活性剤の簡易定量法について

小林規矩夫

沼田 一

陰イオン界面活性剤の定量法としてメチレンブルー法 (MB法) はその簡便性等の点から JIS K 0102 をはじめ各種の公定法に採用され、広く用いられている。しかし、このMB法は使用直前における試薬精製、また環境汚染物質として問題にされているクロロホルムの大量使用等試験操作上多くの問題が残されている。

これらのことから、今回簡易、迅速な測定法として田口ら<sup>1,2)</sup>の報告している2-[(5-クロロ-2-ピリジル)アゾ]-5-ジエチルアミノフェノールのコバルト錯体を用いる方法 (Co-5-Cl-PADAP法) について、河川水、事業場排水を対象に検討、また陰イオン界面活性剤の測定試料水の保存方法についても検討を行ったのでこの結果を報告する。

### 実験方法

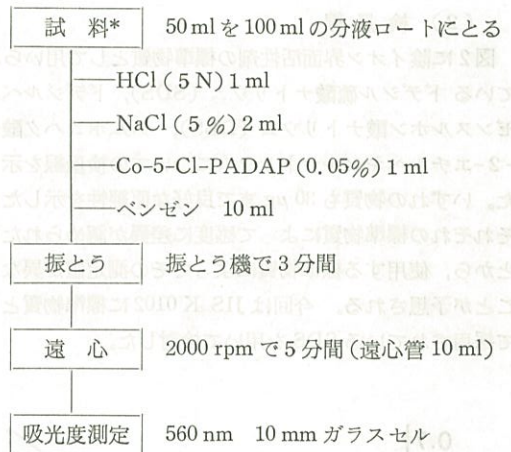
#### 1. 試薬

2-[(5-クロロ-2-ピリジル)アゾ]-5-ジエチルアミノフェノール (Co-5-Cl-PADAP): ドータイト試薬  
 ドデシル硫酸ナトリウム: 水質試験用  
 ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム: ABS測定用  
 スルホコハク酸ジ-2-エチルヘキシルナトリウム: 日本油化学協会指定品

その他の試薬はいずれも市販の特級品を用いた。

#### 2. 分析方法

試験操作のフローチャートを図1に示した。試料50 mlを分液ロートにとり、5 N塩酸1 ml、5%塩化ナトリウム溶液2 ml、0.05% Co-5-Cl-PADAP溶液1 mlを加え静かに振とうした。これにベンゼン10 mlを加え、振とう機を用いて3分間振とう、静置後ベンゼン層を10 mlの共栓遠心管に分取した。このベンゼン抽出液を2,000 rpmで5分間遠心したのち吸光度の測定を行った (波長560 nm, セル10 mm)。なお、残留塩素が存在する試料水については0.5%亜硫酸ナトリウム溶液1 mlを加えた。



\* 残留塩素含有試料水: 亜硫酸ナトリウム (0.5%) 1 ml 添加

図1 試験操作

### 結果と考察

#### 1. 試験操作の検討

(1) 抽出条件 原著においては塩酸を加えて pH を 1 に調整しているが、今回は一定量の塩酸溶液を添加し操作の簡便性について検討を行った。すなわち 5 N 塩酸、0.05% Co-5-Cl-PADAP 溶液をそれぞれ 0.5 ml, 1.0 ml, 2.0 ml 添加、ベンゼンで抽出し吸光度を測定した結果いずれもほぼ同一の吸光度を示した。

また、汚濁した試料水の測定時、エマルジョンを生成ベンゼン層の分取が困難な事例に遭遇したことから、塩析剤として塩化ナトリウムの添加について検討した。結果は表1に示したように5%塩化ナトリウム溶液の添加量が2.0 ml までは添加量が増すと吸光度も高くなり、変動係数も無添加の3.3%から2.0 ml 添加で1.3%と塩化ナトリウムを添加することにより良好な結果が得られた。

ベンゼンによる抽出は10 ml で1回抽出することにより95%以上が抽出されたため、抽出回数は1回とした。

表1 塩化ナトリウム溶液（5%）添加の検討

添加量 (ml)	吸光度	変動係数 (%)
0	0.210	3.3 (n=5)
0.5	0.213	
1.0	0.226	
2.0	0.240	1.3 (n=5)
3.0	0.236	

ドデシル硫酸ナトリウム 10 μg 添加

(2) 検量線

図2に陰イオン界面活性剤の標準物質として用いられているドデシル硫酸ナトリウム (SDS), ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム (DBS), スルホコハク酸ジ-2-エチルヘキシルナトリウムについての検量線を示した。いずれの物質も 30 μg まで良好な直線性を示したがそれぞれの標準物質によって感度に差異が認められたことから、使用する標準物質によってその測定値が異なることが予想される。今回は JIS K 0102 に標準物質として採用されている SDS を用いて検討した。

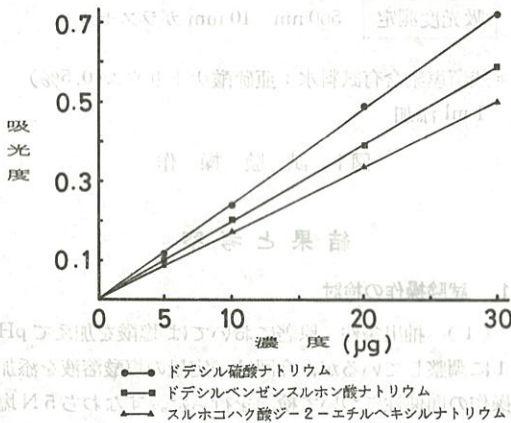


図2 検量線

(3) 回収試験

河川水に標準物質を添加し回収試験を行いその結果を表2に示した。すなわち、BODが2.0 mg/lと13.5 mg/lの2種類の河川水 50 ml あたり 10 μg を添加した試料を用いた。回収試験では両者とも95%以上の回収率を示し、変動係数3.2%および5.7%と良好な結果が得られた。

2. JIS法との比較

河川水、事業場排水（旅館業、金属加工業）について本法と JIS K 0102・30, 1.1 で測定した結果を表3に示

した。両者の相関 ( $y$ : 本法,  $x$ : JIS 法) は陰イオン界面活性剤濃度 1 mg/l 以下の場合  $y=0.032+0.957x$  ( $r=0.973$ ), 1 mg/l 以上の場合  $y=1.125+1.007x$  ( $r=0.989$ ) の関係にあった。

表2 回収試験結果

試料	例数	添加量(μg)	回収率(%)	変動係数(%)
1	5	10	95.6	3.2
2	5	10	95.7	5.7

- 1 河川水 BOD= 2.0 (mg/l)
- 2 河川水 BOD=13.5 (mg/l)

表3 JIS法と本法の比較

試料	JIS法	本法
河川水	0.11	0.10
	0.11	0.15
	0.16	0.15
	0.18	0.19
	0.28	0.36
	0.48	0.52
事業場排水	0.50	0.54
	0.57	0.58
	0.74	0.69
	2.50	3.16
	3.74	5.12
	5.74	6.45
	12.8	15.4
	21.8	22.4

(単位 mg/l)

3. 保存試験

陰イオン界面活性剤の生分解防止剤として、従来MB法で測定する場合アジ化ナトリウムを用いていた<sup>3)</sup>が、今回は塩酸、クロロホルム、アジ化ナトリウム各試薬を用い試料の保存について検討した。この結果は表4に示したように、クロロホルムは本法に対し影響が認められなかったものの、アジ化ナトリウムでは明らかな正の妨害を示した。塩酸については試験操作の項で検討したとおり影響は認められなかった。そこで、クロロホルムと塩酸を用い保存試験を行い、その結果を図3に示した。

河川水 (BOD 2.0 mg/l) に SDS を 0.2 mg/l となるように添加した試料に、5 N 塩酸を試料 50 ml あたり 1 ml を、またはクロロホルムを 0.15 % となるように添加し、4°C, 25°C にそれぞれ放置して経時的に陰イオン界面活性剤の残存量を測定した。生分解防止剤を加えな

表4 分解防止剤の検討

添加量(%)	吸光度	
	クロロホルム	アジ化ナトリウム
0	0.240	0.240
0.1	0.241	0.252
0.2	0.242	0.258
0.4	0.246	0.472

ドデシル硫酸ナトリウム 10 μg 添加

い対照試料の場合、25°Cで1日、4°Cでも14日経過で大部分の陰イオン界面活性剤は分解された。しかし、塩酸またはクロロホルムを添加した試料では21日経過してもほとんど分解は認められなかった。このことから、本法の試験操作を考え試料水は5N塩酸を50mlあたり1mlを添加し保存することにした。

ま と め

河川水、事業場排水中の陰イオン界面活性剤の簡易測定法としてCo-5-Cl-PADAP法について検討した。本法は試験操作が簡易、迅速で回収率、再現性も良好な結果を示し、各種の公定法に採用されているMB法とほぼ一致した測定値が得られたことから、環境試料に対し十分適用し得ることを認めた。

また、陰イオン界面活性剤の分析用試料の保存方法として、塩酸またはクロロホルムを添加することで生分解が防止でき、特に本法を用いて分析する場合、塩酸の添加は効果的であった。

本法の一部は日本薬学会第105年会、公衆衛生協議会において、合成洗剤試験法ワーキング・グループ(委員

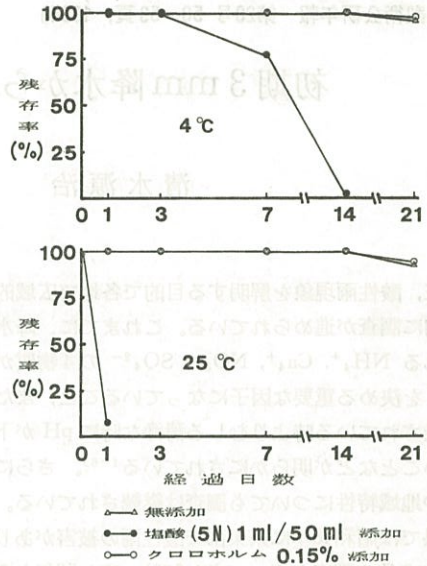


図3 保存試験結果

長、小林正 神戸女子薬科大学教授)の検討資料として、並びに第21回全国衛生化学技術協議会年会において報告した。

文 献

- 1) Taguchi, S. and Goto, K. : Talanta 27, 289~291 (1980)
- 2) 田口 茂, 笠原一世, 後藤克己 : 分析化学 30, 513~518 (1981)
- 3) 沢登春成, 沼田 一 : 山梨衛研年報 17, 23~27 (1973)

