

ASTM D4327-03に準拠した排水中の陰イオン分析

悴田 朋佳

ユーザーベネフィット

- ◆ ASTM D4327-03に準拠した分析において直線性、再現性の良いデータを取得することができます。
- ◆ Shim-pack™ IC-SA3を用いることで、排水中の夾雑成分と陰イオンの分離が可能です。
- ◆ 飲料水の陰イオン分析にも適用できます。

■はじめに

イオンクロマトグラフは、水溶液中のイオン成分の検出や定量に広く使用されています。米国のASTMインターナショナル発行のASTM D4327-03¹⁾では、サプレッサイオンクロマトグラフによる飲料水中あるいは排水中の7種類の陰イオンを分析する試験法が定められています。

本稿では、サプレッサイオンクロマトグラフ HIC-ESPによるASTM D4327-03に準拠した工場排水中の陰イオンの分析についてご紹介します。(飲料水中の陰イオンの分析例については01-00102-JPでご紹介します。)工場排水には夾雑物が多く含まれるため、カラムは高分離タイプのShim-pack IC-SA3を用いました。

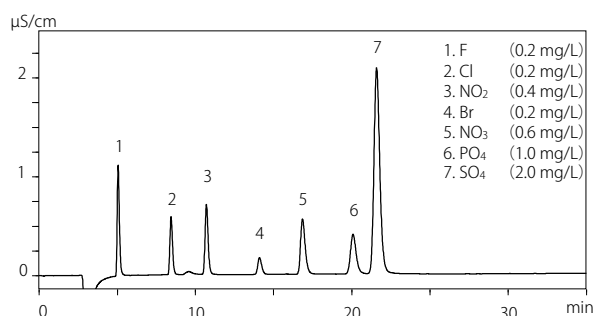


図1 陰イオン標準溶液のクロマトグラム

■標準溶液の分析

ASTM D4327-03に示されている7種類の陰イオン（ふっ化物イオン、塩化物イオン、亜硝酸イオン、臭化物イオン、硝酸イオン、りん酸イオン、硫酸イオン）の標準溶液の分析条件を表1に、分析結果を図1に示します。塩化物イオン直後のピークは移動相に含まれる炭酸イオンのシステムピークです。

表1 測定条件

Column	: Shim-pack IC-SA3 ^{*1} (250 mm×4.0 mm I.D., 5 µm)
Guard Column	: Shim-pack IC-SA3(G) ^{*2} (10 mm×4.6 mm I.D., 5 µm)
Mobile phase	: 3.6 mmol/L Sodium Carbonate
Flow rate	: 0.8 mL/min
Column temp.	: 40 °C ^{*3}
Injection volume	: 50 µL
Vial	: Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene ^{*4}
Detection	: Conductivity Detector

*1 P/N : 228-41600-91

*2 P/N : 228-41600-92

*3 Shim-pack IC-SA3の標準的な分析条件において、カラム温度は45 °Cですが、本稿では40 °Cで分析しました。今回用いた工場排水の分析では、夾雑物とりん酸イオンを良好に分離することが可能でした。

*4 P/N : 228-31537-91

■直線性と再現性

ASTM D4327-03の分析対象である陰イオン7成分について、規格に準拠した濃度範囲で4点検量線を作成しました。得られた検量線を図2に示します。

また、検量線の寄与率 (r^2) は全成分においてASTM D4327-03に定められる0.990以上の値を示しました。検量点の濃度を表2に示します。

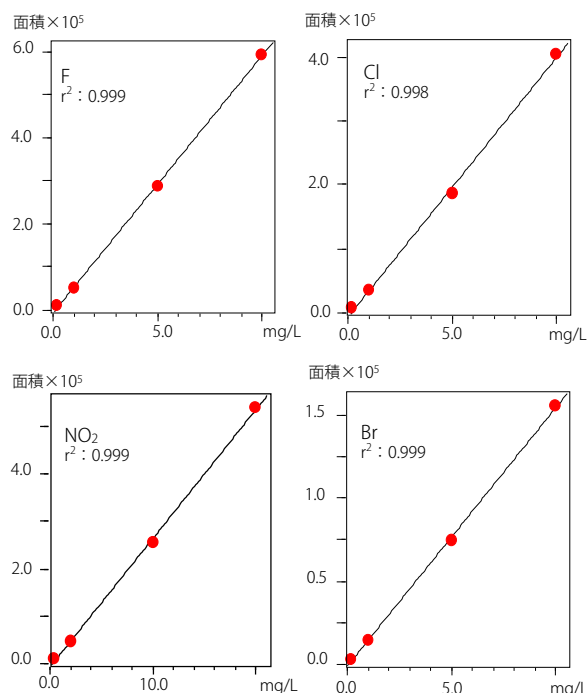


図2-1 陰イオン成分の検量線

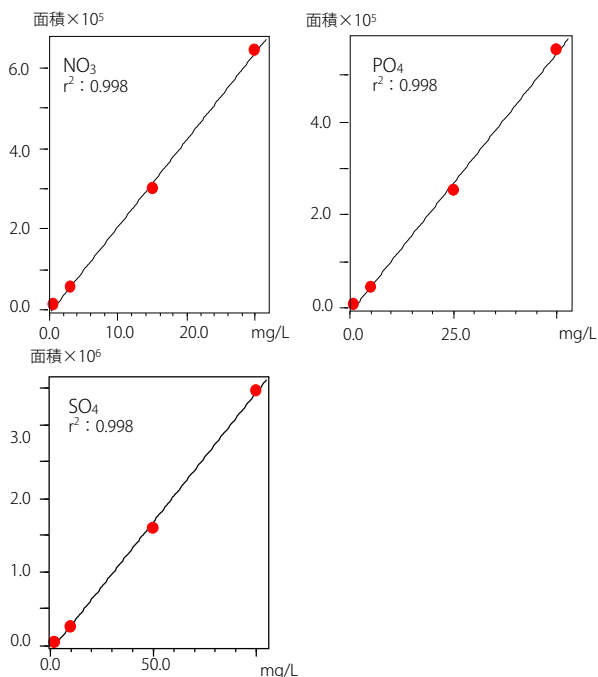


図 2-2 陰イオン成分の検量線

表 2 陰イオン7成分の検量点濃度

	F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
STD1	0.20	0.20	1.00	2.00	0.40	0.20	0.60
STD2	1.00	1.00	5.00	10.00	2.00	1.00	3.00
STD3	5.00	5.00	25.00	50.00	10.00	5.00	15.00
STD4	10.00	10.00	50.00	100.00	20.00	10.00	30.00

単位：mg/L

また、繰り返し再現性について、検量線下限濃度を6回連続分析した際の保持時間および面積値の相対標準偏差（%RSD）で評価しました。各成分の濃度と、保持時間と面積値の再現性を表3に示します。保持時間及び面積値のいずれにおいても、良好な再現性を確認しました。

表 3 陰イオン7成分の濃度と相対標準偏差

	F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
濃度 (mg/L)	0.20	0.20	1.00	2.00	0.40	0.20	0.60
保持時間 %RSD	0.01	0.01	0.03	0.03	0.02	0.03	0.04
面積 %RSD	0.33	0.35	0.39	0.19	0.18	0.59	0.21

■工場排水の分析

本手法を用いて、工場排水を0.2μmフィルターでろ過した後、超純水で10倍希釈して分析に供しました。図3に分析結果を示します。分析カラムにShim-pack IC-SA3を用いることにより、ふっ化物イオンやりん酸イオンなど近傍に夾雑ピークが現れる成分についても良好に分離することができます。また、表4に工場排水中各イオンの定量値を示します。

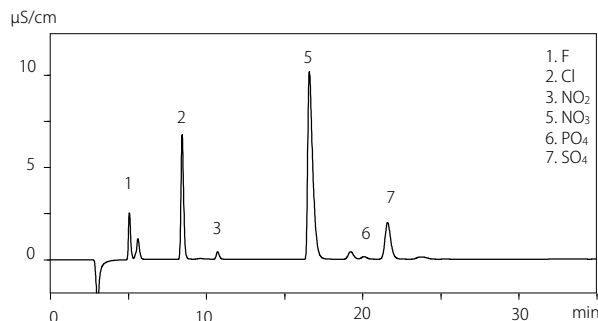


図 3 工場排水のクロマトグラム

表 4 工場排水の定量値（原液換算後）

	F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
濃度	6.2	27.3	14.6	40.1	5.9	N.D.	142.9

単位：mg/L

■まとめ

本稿では、サプレッションクロマトグラフHIC-ESPを用いたASTM D4327-03に基づく陰イオン分析についてご紹介しました。高分離タイプのカラムであるShim-pack IC-SA3と組み合わせることにより、工場排水に含まれる夾雑物と良好に分離することができました。

また、この分析手法は工業排水だけでなく飲料水の陰イオン分析にも適用することが出来ます。

<参考文献>

- 1) ASTM D4327-03, Standard Test Method for Anions in Water by Chemically Suppressed Ion Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003, www.astm.org

Shim-packは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

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

01-00101-JP 初版発行：2021年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、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/>

© Shimadzu Corporation, 2021