

ASTM D4327-03に準拠した 飲料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に準拠した陰イオン分析において、直線性、再現性の良いデータを取得することができます。
- ◆ 飲料水および水道水中の陰イオン分析が可能です。

■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に準拠した飲料水中の陰イオンの分析についてご紹介します。（排水中の陰イオンの分析例については01-00101-JPでご紹介します。）

■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）の標準溶液の分析結果を図1に、分析条件を表1に示します。

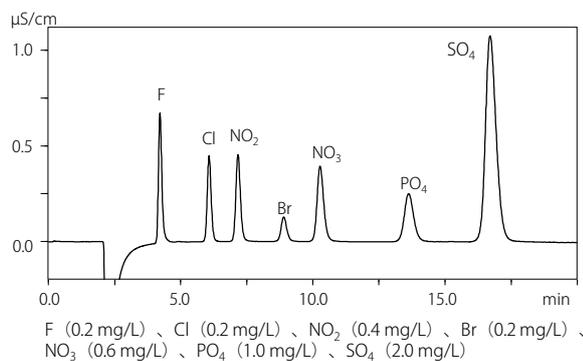


図1 陰イオン標準溶液のクロマトグラム

表1 分析条件

Column	: Shim-pack™ IC-SA2 ^{*1} (250 mm×4.0 mm I.D., 9 µm)
Guard Column	: Shim-pack IC-SA2(G) ^{*2} (10 mm×4.6 mm I.D., 9 µm)
Mobile phase	: 0.6 mmol/L Sodium Carbonate 12.0 mmol/L Sodium Hydrogen Carbonate
Flow rate	: 1.0 mL/min
Column temp.	: 30 °C
Injection volume	: 50 µL
Vial	: Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene ^{*3}
Detection	: Conductivity Detector

*1 P/N : 228-38983-91

*2 P/N : 228-38983-92

*3 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。

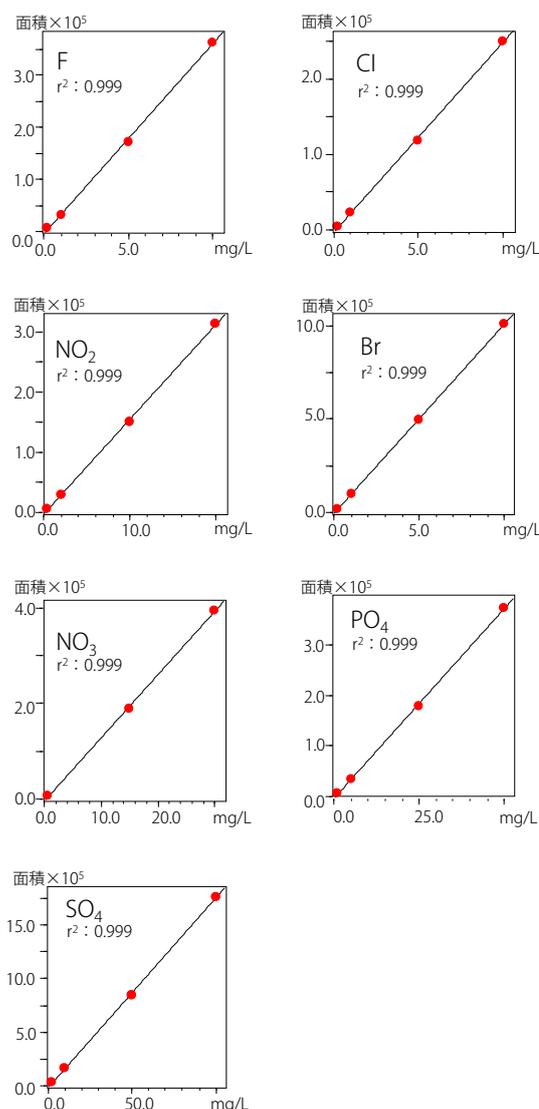


図2 陰イオン7成分の検量線

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	0.02	0.02	0.04	0.02	0.02	0.02
面積 %RSD	0.57	0.79	0.91	0.81	0.43	0.52	0.63

■ 飲料水の分析

2種類の市販飲料水A、Bを0.2 μmフィルターでろ過した後、分析に供しました。図3にそれぞれの飲料水の分析結果、表4に飲料水中各イオンの定量値を示します。なお、定量結果が検量線範囲を超えた成分については、参考値として（）表記としています。

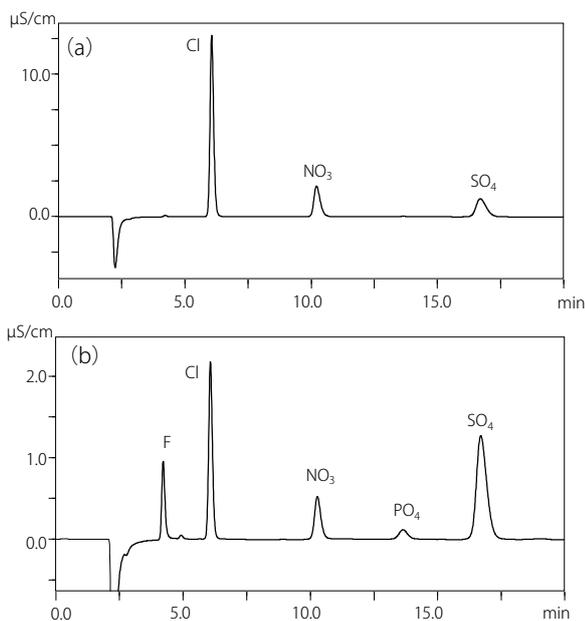


図3 市販飲料水のクロマトグラム
(a) 飲料水A (b) 飲料水B

表4 飲料水の定量値

	F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
飲料水A	N.D.	5.29	N.D.	2.96	N.D.	N.D.	3.17
飲料水B	(0.35)	1.01	(0.86)	2.96	N.D.	N.D.	1.00

単位：mg/L (N.D.=Not Detected)

■ 水道水の分析

本手法を用いて、水道水を0.2 μmフィルターでろ過した後、分析に供しました。図4に分析結果を示します。また、表5に水道水中各イオンの定量値を示します。なお、定量結果が検量線範囲を超えた成分については、参考値として（）表記としています。

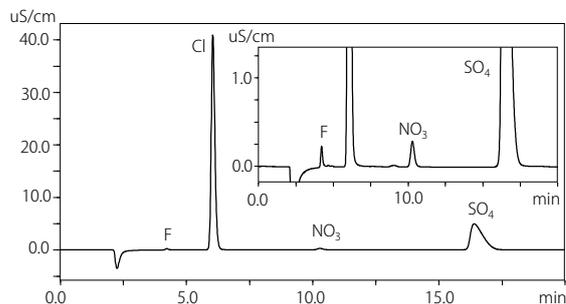


図4 水道水のクロマトグラムおよび拡大図

表5 水道水の定量値

	F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
水道水	(0.18)	(16.51)	N.D.	10.61	N.D.	N.D.	0.69

単位：mg/L (N.D.=Not Detected)

■ 添加回収試験

水道水について、ASTM D4327-03に準拠した添加回収試験を行った結果を表6に示します。添加回収試験は表2のSTD2を添加して行いました。添加回収率はASTM D4327-03に定められる以下の計算式に従って算出しています。

表6 添加回収率

F	Cl	PO ₄	SO ₄	NO ₂	Br	NO ₃
97.5	100.9	106.3	99.5	106.8	107.9	98.6

単位：%

$$P=100 [A (V_s+V) -BV_s] / CV$$

- P : 添加回収率 (%)
- A : 標準溶液添加後の試料濃度 (mg/L)
- B : 試料濃度 (mg/L)
- C : 標準溶液濃度 (mg/L)
- V_s : 試料の体積 (mL)
- V : 標準溶液の添加量 (mL)

■ まとめ

本稿では、サブプレッションクロマトグラフHIC-ESPを用いたASTM D4327-03に基づく飲料水および水道水中の陰イオン分析についてご紹介しました。

この手法では、ASTM D4328-03に示されている7種類の陰イオンについて、いずれも規格内の直線性と良好な再現性を得ることができました。

飲料水および水道水の分析においては、夾雑成分との分離、添加回収率ともに良好な結果が得られました。

<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。