

イオンクロマトグラフ HIC-NS

ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフ
HIC-NSによる陽イオン分析例

山本 洋子、悴田 朋佳

ユーザーベネフィット

- ◆ 一般的に広く測定されている5種類の陽イオンを感度良く測定できます。
- ◆ ノンサプレッサ方式であるため、シンプルな装置構成で、メンテナンスや消耗品にかかるコストを削減できます。
- ◆ 食品や環境水分析などの幅広いサンプルの分析に応用できます。

■はじめに

食品や環境水中等には、ナトリウムイオンやアンモニウムイオンなどの陽イオンが含まれており、その定量にはイオンクロマトグラフが広く用いられています。

本稿では、ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフHIC-NSと陽イオン分析カラムShim-pack™ IC-C4を用いた食品中および環境水中の陽イオン分析例についてご紹介いたします。

図1に流路図を示します。ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフでは、サプレッサユニットを使用しないため、メンテナンスの手間や消耗品にかかるコストを削減することが可能です。

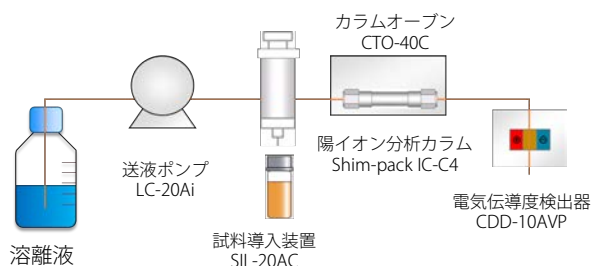


図1 ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフの流路図

■標準溶液の分析

図2に、陽イオン分析用カラムShim-pack IC-C4を用いた、陽イオン5成分混合標準溶液 (Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺) の分析結果を示します。なお、図1~図5に示す分析結果は、すべて表1の条件で分析を行っています。

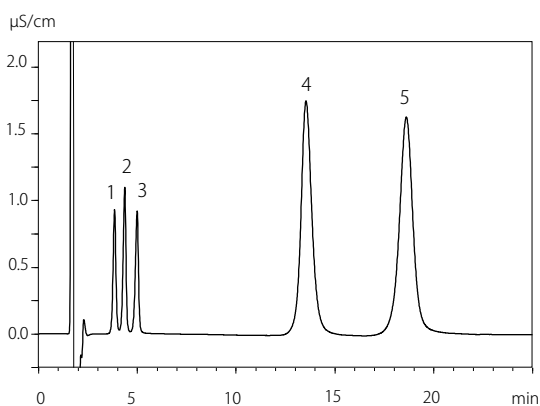


図2 陽イオン5成分混合標準溶液の分析結果

1. Na⁺ (0.1 mg/L) 2. NH₄⁺ (0.1 mg/L) 3. K⁺ (0.2 mg/L)
4. Mg²⁺ (0.4 mg/L) 5. Ca²⁺ (0.8 mg/L)

表1 分析条件

Column	Shim-pack IC-C4 (150 mm×4.6 mm I.D., 7 μm) *1
Guard column	Shim-pack IC-C4(G) (10 mm×4.6 mm I.D., 7 μm) *2
Mobile phase	2.5 mmol/L Methanesulfonic acid
Flow rate	1.0 mL/min
Column temp.	40 °C
Injection vol.	50 μL
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene*3
Detection	Conductivity

*1 P/N : 228-41616-91 *2 P/N : 228-59900-91 *3 P/N : 228-31537-91

■直線性

標準的な陽イオン5成分について、6点検量線を作成しました。検量線の濃度範囲および範囲内での直線性を表2に示します。

表2 検量線範囲と寄与率

	検量線範囲 (mg/L)	寄与率 (r ²)
Na ⁺	0.025-1	0.999
NH ₄ ⁺	0.025-1	0.999
K ⁺	0.05-2	0.999
Mg ²⁺	0.1-4	0.999
Ca ²⁺	0.2-8	0.999

■再現性と感度目安

保持時間と面積の再現性について、標準溶液の6回繰り返し分析における相対標準偏差 (%RSD) から評価しました。評価に用いた標準溶液の濃度と、保持時間及び面積相対標準偏差について表3に記載します。

また、検量線下限値の標準溶液の分析結果から、定量下限値 (S/N=10となる濃度) を算出した結果もあわせて表3に示します。なお、この数値は実際の測定数値から算出した参考値であり、保証値ではありません。

表3 再現性と感度の目安

	濃度 (mg/L)	保持時間 %RSD	面積 %RSD	定量下限 (mg/L)
Na ⁺	0.1	0.04	0.90	0.01
NH ₄ ⁺	0.1	0.04	1.19	0.01
K ⁺	0.2	0.05	1.74	0.02
Mg ²⁺	0.4	0.13	2.48	0.03
Ca ²⁺	0.8	0.10	1.12	0.07

■ ミネラルウォーターの分析

図3に、ミネラルウォーターの分析結果を示します。市販のミネラルウォーターを0.2 μmメンブランフィルターでろ過した後、超純水で5倍希釈して分析に供しました。

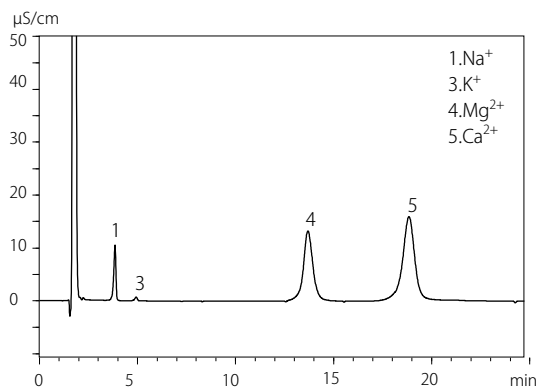


図3 ミネラルウォーターの分析結果

■ 赤ワインの分析

図4に、赤ワインの分析結果を示します。市販の赤ワインを0.2 μmメンブランフィルターでろ過した後、超純水で50倍希釈して分析に供しました。

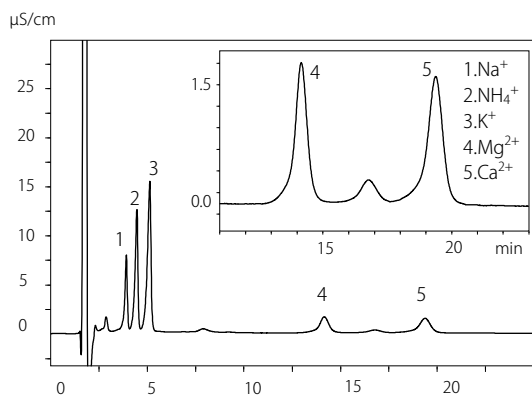


図4 赤ワインの分析結果

■ 工場排水の分析

図5に、工場排水の分析結果を示します。工場排水を0.2 μmメンブラン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。

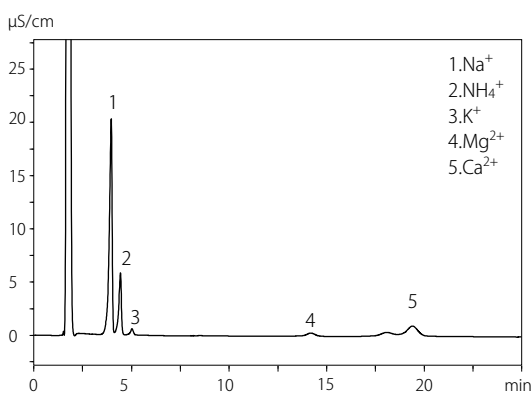


図5 工場排水の分析結果

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。

■ ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの分離改善

高濃度のナトリウムイオンを含む試料中の微量アンモニウムイオン測定を行う場合、18-クラウン-6を移動相に添加することでアンモニウムイオンの溶出を遅らせ、両者の分離を改善します。図6に標準溶液の分析結果を、表4に分析条件を示します。なお、18-クラウン-6を5 mM添加した場合、カリウムイオンの溶出位置がマグネシウムイオンの後ろになります。

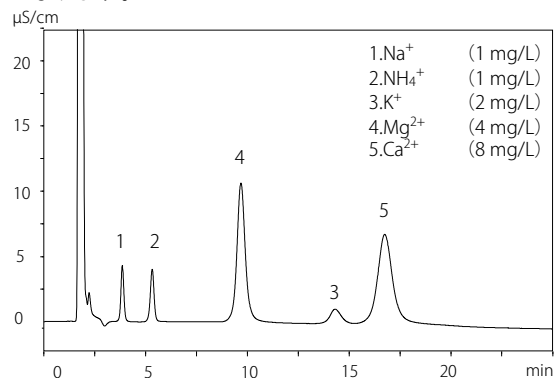


図6 陽イオン5成分混合標準溶液の分析結果
(18-クラウン-6添加条件)

表4 分析条件

Column	Shim-pack IC-C4 (150 mm×4.6 mm I.D., 7 μm)
Guard Column	Shim-pack IC-C4(G) (10 mm×4.6 mm I.D., 7 μm)
Mobile phase	3.0 mmol/L Methanesulfonic acid 5.0 mmol/L 18-crown-6
Flow rate	1.0 mL/min
Column temp.	40 °C
Injection vol.	50 μL
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene
Detection	Conductivity

表4の分析条件で行った、人工海水の分析結果を図7に示します。アンモニウムイオンの溶出を遅らせたことで、標準添加した10 μg/L相当の微量アンモニウムイオンのピークが検出できました。

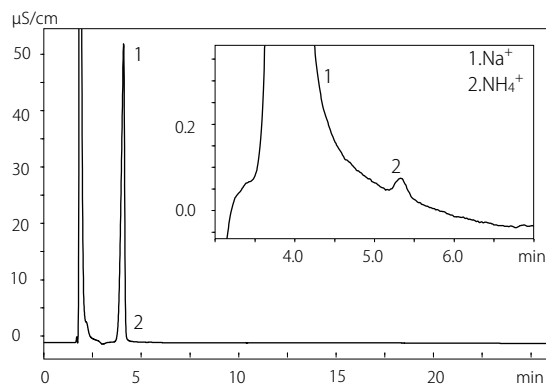


図7 人工海水の分析結果

■ まとめ

ノンサプレッサイオンクロマトグラフHIC-NSによる標準的な5種類の陽イオン分析についてご紹介いたしました。Shim-pack IC-C4カラムを用いることで、食品や環境水中の陽イオン成分を分析することが可能です。さらに、18-クラウン-6を移動相に添加することで、ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの分離を改善することが可能です。