

# ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフ HIC-NSによる陰イオン分析例

大矢 知佳、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標準的な7種類の陰イオン成分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

イオンクロマトグラフは溶液中のイオンの検出や定量に用いられ、水道水質分析や、食品、医薬の分野などに幅広く使用されています。

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、陰イオン分析カラム Shim-pack™ IC-A3 による水道水、食品および環境水中の陰イオン分析例をご紹介します。

## ■ 流路図

図1にノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフの流路図を示します。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。また使用するカラムによって、溶離液に有機溶媒の混合液を使用することができます。

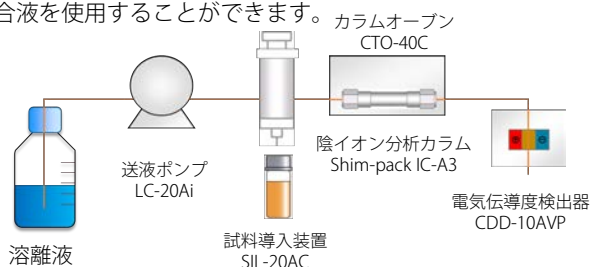


図1 ノンサプレッサ方式イオンクロマトグラフの流路図

## ■ 標準溶液の分析

図2に陰イオン分析用カラム Shim-pack IC-A3 を用いた、陰イオン7成分混合標準溶液 (F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) の分析結果を示します。なお、本稿では表1に示した条件で分析を行っています。

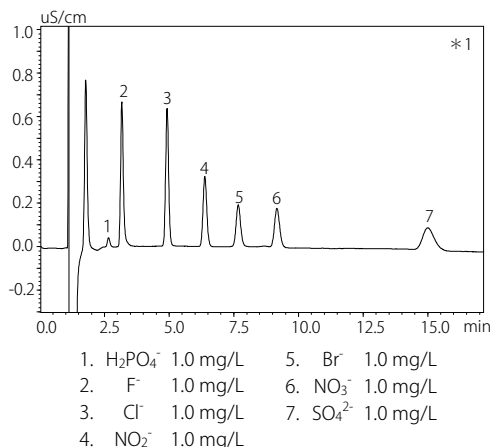


図2 標準溶液のクロマトグラム

\*1 この分析条件では18分付近に溶離液由来のシステムピークが現れます。

表1 分析条件

Column	Shim-pack IC-A3 <sup>*2</sup> (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Guard column	Shim-pack IC-GA3 <sup>*3</sup> (10 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile phase	8.0 mmol/L <i>p</i> -Hydroxybenzoic acid 3.2 mmol/L Bis-Tris <sup>*4</sup> 50 mmol/L Boric acid
Flow rate	1.2 mL/min
Column temp.	40 °C
Injection volume	50 μL
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene <sup>*5</sup>
Detection	Conductivity

\*2 P/N : 228-31076-91    \*3 P/N : 228-31076-92

\*4 Bis-(2-hydroxyethyl)iminotris(hydroxymethyl)methane    \*5 P/N : 228-31537-91

## ■ 直線性

標準的な陰イオン7成分について、5点検量線を作成しました。検量線濃度範囲と、直線近似した際の寄与率 $r^2$ を表2に示します。いずれも良好な直線性が得られています。

表2 検量線濃度範囲と寄与率 $r^2$

	範囲 (mg/L)	寄与率 $r^2$
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
F <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
Cl <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
Br <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.5 - 20	> 0.999
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.5 - 20	> 0.999

## ■ 再現性と感度目安

各成分ピークの保持時間と面積の再現性について、標準溶液の5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、保持時間及び面積再現性について表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 面積再現性 (n=5) および感度の目安

	濃度 (mg/L)	保持時間 (%RSD)	面積再現性 (%RSD)	定量下限 (mg/L)
H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	1.0	0.03	1.85	0.15
F <sup>-</sup>	1.0	0.01	0.34	0.01
Cl <sup>-</sup>	1.0	0.01	0.19	0.01
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1.0	0.01	0.59	0.02
Br <sup>-</sup>	1.0	0.01	0.61	0.04
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.0	0.01	0.90	0.04
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.0	0.02	3.99	0.07

## ■ ミネラルウォーターの分析

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に、ミネラルウォーターの分析結果を示します。

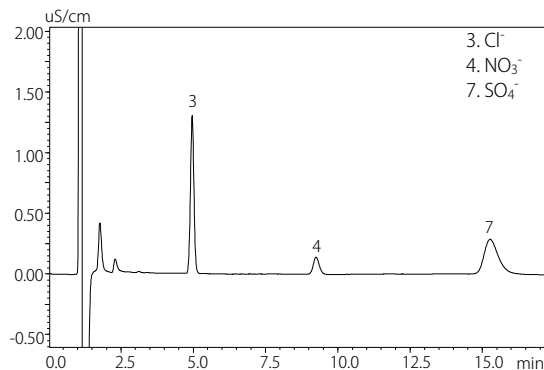


図3 ミネラルウォーターの分析結果

## ■ メッキ液の分析

メッキ液を0.2 μmメンブランフィルターでろ過した後、超純水で5000倍希釈して分析に供しました。図4に、メッキ液の分析結果を示します。

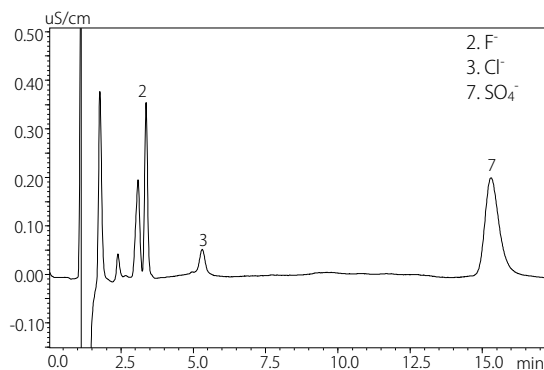


図4 メッキ液の分析結果

## ■ エナジードリンクの分析

市販のエナジードリンクを0.2 μmメンブランフィルターでろ過した後、超純水で100倍希釈して分析に供しました。図5に、エナジードリンクの分析結果を示します。

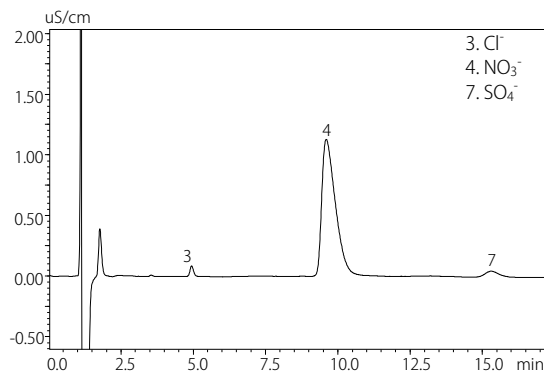
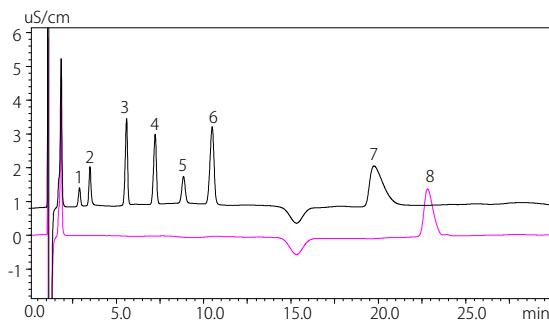


図5 エナジードリンクの分析結果

## ■ よう化物イオンの分析

有機溶媒を溶離液に添加することで疎水性の高いイオン種の溶出位置を調整することができます。ここでは、溶離液にアセトニトリルを添加し、うがい薬中のよう化物イオンの分析を行った例をご紹介します。図6に陰イオン7成分とヨウ素の標準溶液の分析結果、図7にうがい薬の分析結果を示します。

本測定では溶離液に5%アセトニトリルを添加し、溶出が遅いよう化物イオンの分析時間を短縮しました。表4に分析条件を示します。市販のうがい薬を0.2 μmメンブランフィルターでろ過した後、超純水で1000倍希釈して分析に供した結果、よう化物イオンを1.7 mg/L相当検出（原液換算1.7 g/L）できました。なお、本条件では通常18分付近に現れる溶離液由来のシステムピークが15分付近に現れます。



1. H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	40 mg/L	5. Br <sup>-</sup>	10 mg/L
2. F <sup>-</sup>	5.0 mg/L	6. NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	30 mg/L
3. Cl <sup>-</sup>	10 mg/L	7. SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	40 mg/L
4. NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	15 mg/L	8. I <sup>-</sup>	40 mg/L

図6 陰イオン7成分混合標準溶液の分析結果  
(アセトニトリル添加条件)

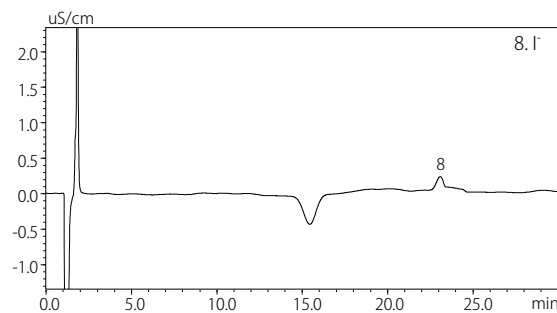


図7 うがい薬の分析結果

表4 分析条件

Column	Shim-pack IC-A3 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Guard column	Shim-pack IC-GA3 (10 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile phase	8.0 mmol/L <i>p</i> -Hydroxybenzoic acid, 3.2 mmol/L Bis-Tris, 50 mmol/L Boric acid/Acetonitrile=95:5
Flow rate	1.2 mL/min
Column temp.	40 °C
Injection volume	50 μL
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene
Detection	Conductivity

## ■ 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7種類の陰イオンとよう化物イオンの分析についてご紹介しました。Shim-pack IC-A3カラムを用いることで、食品や環境水中の陰イオン成分を分析することが可能です。さらに、有機溶媒を移動相に添加することで、疎水性の高いイオン種の分析時間を短縮することが可能です。

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

01-00326-JP 初版発行：2022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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。  
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただけますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022