

水質管理目標設定項目検査方法に準拠した 亜硝酸態窒素の分析

Analysis of NO₂-N in Drinking Water by Ion Chromatograph

平成15年5月30日付けで、新水質基準に関する省令（厚生労働省令第101号、平成16年4月1日施行）¹が公布されましたが、この水質基準を補完する項目として新たに「水質管理目標設定項目」（27項目）が定められ（平成15年10月10日付、健発第1010004号）²、その検査方法が通知されました。（平成15年10月10日付、健水発第1010001号）²

水質管理目標設定項目の中で、亜硝酸態窒素は、水源が湖沼等停滞性の水域である場合に着目すべき項目の内の1つとして取り上げられています。

亜硝酸態窒素の検査方法としては、イオンクロマトグラフ法が用いられており、ここではその分析例をご紹介します。

A. Ieuji

¹ 平成19年11月14日一部改正
² 平成19年11月15日一部改正

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

亜硝酸態窒素の目標値は、0.05mg/L（暫定）以下となっていますが、イオンクロマトグラフ法を用いた亜硝酸イオンの分析では、多量の塩化物イオンの影響により、高感度な分析が困難となる場合があります。このような場合、紫外吸光（UV）検出器を併用することにより、塩化物イオンの影響を小さくすることができ、亜硝酸イオンの高感度な分析が可能となります。これは、亜硝酸イオン（他に臭化物イオン、硝酸イオン）が紫外領域（波長210nm付近）で吸収を持つのに対し、塩化物イオンがほとんど吸収を持たないためです。

Fig.1に、電気伝導度検出器を用いた場合の無機陰イオン7成分を分析したクロマトグラム、またFig.2に、UV検出器を用いた場合のクロマトグラムを示します。Table 1はその分析条件です。UV検出器では、亜硝酸イオンが選択的に検出できることがわかります。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA2 (250mmL. × 4.0mmI.D.)
Mobile Phase	: 12mM NaHCO ₃ , 0.6mM Na ₂ CO ₃
Flow Rate	: 1.0mL/min
Column Temp.	: 30°C
Detection	: CDD-10ASP (Suppressor)
	: SPD-10AVP at 210nm
Injection Vol.	: 50μL
Sample	: F ⁻ ; 0.5mg/L, Cl ⁻ ; 1mg/L NO ₂ -N; 0.5mg/L, Br ⁻ ; 1mg/L NO ₃ -N; 0.75mg/L, PO ₄ ³⁻ ; 3mg/L, SO ₄ ²⁻ ; 4mg/L

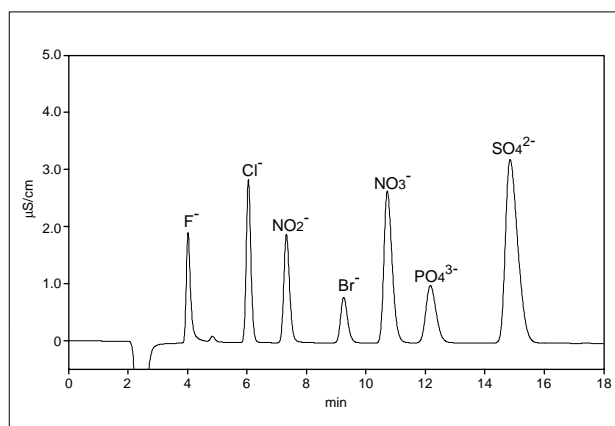


Fig.1 標準品7成分のクロマトグラム（電気伝導度検出器）
Chromatogram of a Standard Mixture of 7 Anions (Electroconductivity)

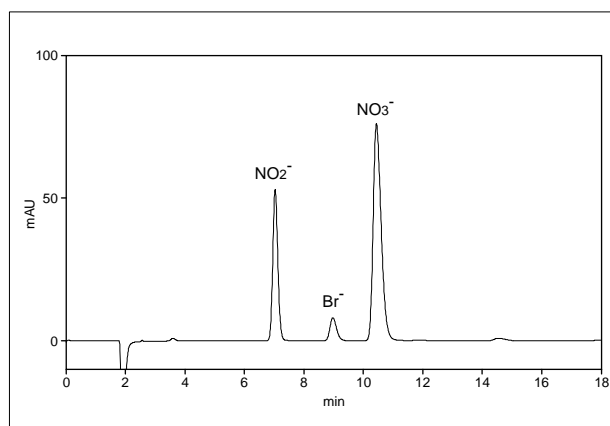


Fig.2 標準品7成分のクロマトグラム（UV検出器）
Chromatogram of a Standard Mixture of 7 Anions (UV)

再現性

Repeatability

亜硝酸態窒素の目標値は、0.05mg/L以下（暫定）であり、検査方法には、この1/10濃度（0.005mg/L）でCV値10%以内の精度確保が求められます。

Table2に、0.005mg/Lでの繰り返し再現性（UV検出器）を示します。

Table 2 面積再現性
Repeatability of Peak Area

	Peak Area
1st	4813
2nd	4794
3rd	4621
4th	4842
5th	4701
6th	4915
AVE	4781
CV(%)	2.19

直線性

Linearity

Fig.3に、亜硝酸態窒素濃度0.005～5mg/Lにおける直線性（UV検出器）を示します。寄与率（ R^2 ）は、0.9999以上です。

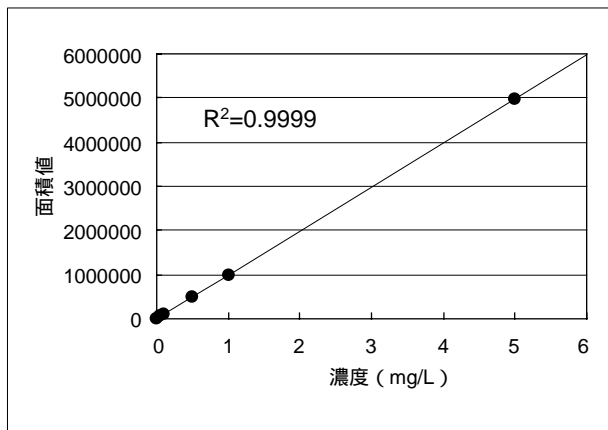


Fig.3 直線性 (0.005～5.0mg/L)
Linearity(0.005～5.0mg/L)

水道水の分析

Analysis of Tap Water

水道水の分析例を示します。Fig.4は、電気伝導度検出器を用いた場合のクロマトグラム、Fig.5は、UV検出器を用いた場合のクロマトグラムです。この分析では、水道水に0.05mg/L相当の亜硝酸態窒素を添加して分析を行っています。

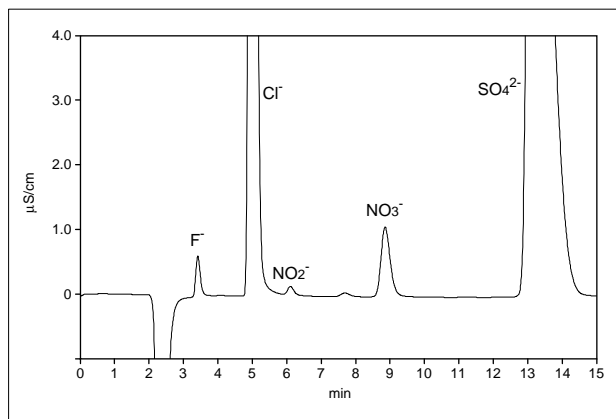


Fig.4 亜硝酸態窒素添加水道水のクロマトグラム
(電気伝導度検出器) (0.05mg/L添加)
Chromatogram of Tap Water (Electroconductivity)
(NO₂-N Spiked 0.05mg/L)

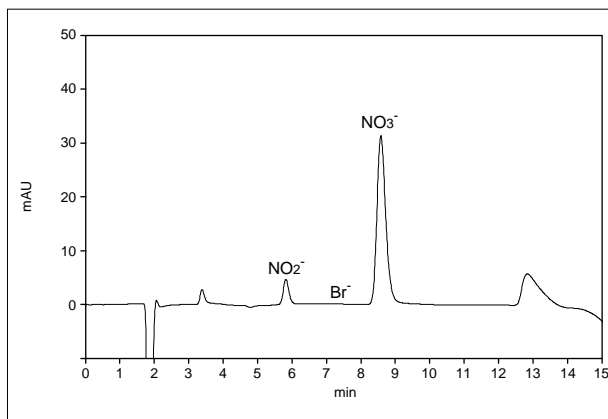


Fig.5 亜硝酸態窒素添加水道水のクロマトグラム
(UV検出器) (0.05mg/L添加)
Chromatogram of Tap Water (UV) (NO₂-N Spiked 0.05mg/L)

塩素イオン濃度が高すぎる場合、電気伝導度検出器では、亜硝酸イオンのピークが塩素イオンピークに埋もれてしまうことがあり、検出が難しくなりますが、UV検出器を用いた場合では、塩素イオンピークの妨害を受けることなく、亜硝酸態窒素が高感度に検出できています。

初版発行：2004年4月
A改訂版発行：2008年3月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

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/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。