

イオンクロマトグラフィーによる水道水中塩素酸の分析

Determination of Chlorate in Tap Water by Ion Chromatography

水質基準に関する省令の一部改正（平成19年11月14日厚生労働省令第135号）により、塩素酸が水質基準項目に追加され、平成20年4月1月から施行されます。これに伴い、イオンクロマトグラフ法による塩素酸の検査方法が提示されました。（平成19年11月14日厚生労働省告示第386号）

ここでは、島津イオンクロマトグラフ“Prominence HIC-SP”と塩素酸分析用カラム“Shim-pack IC-SA3”による水道水中塩素酸と陰イオンの一斉分析例をご紹介します。

A. Ieuji

塩素酸および陰イオンの一斉分離

Simultaneous Separation of Chlorate and Other Anions

Fig.1に、塩素酸分析用カラム“Shim-pack IC-SA3”を用いた塩素酸を含む無機陰イオン10成分の一斉分析例を、またTable 1には、その分析条件を示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack IC-SA3 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)
Mobile Phase	: 3.6 mmol/L Sodium carbonate
Flow Rate	: 0.8 mL/min
Column Temp.	: 45 °C
Detection	: Conductivity (Suppressor type)
Injection Volume	: 50 µL

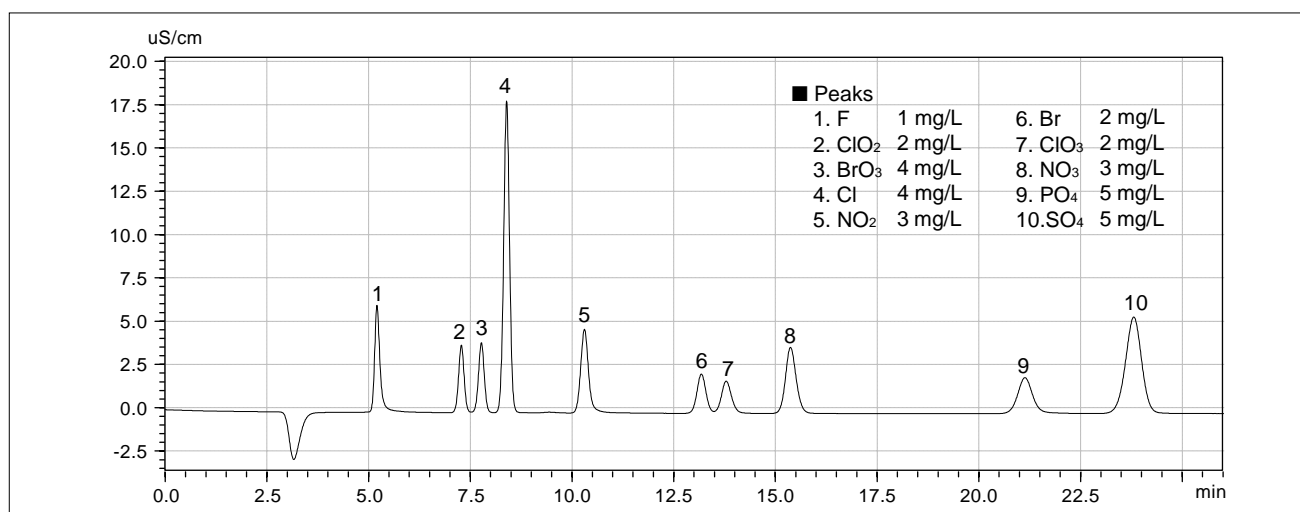


Fig.1 陰イオン標準品のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of 10 Anions Including Chlorate

塩素酸の検査方法では、試料1 Lに対してエチレンジアミン溶液（50 mg/mL）1 mLを添加する前処理が記載されており、エチレンジアミンの添加がふっ化物および塩化物イオン、硝酸態窒素および亜硝酸態窒素の分析に影響がないことを確認した上で、塩素酸とこれら陰イオンとの一斉分析が可能とされています。

Fig.2に、エチレンジアミンの影響を調べるためにエチレンジアミン溶液（50 mg/L）を注入した結果を示します。本分析条件において、エチレンジアミンが他の陰イオンの分析に影響を与えないことがわかります。

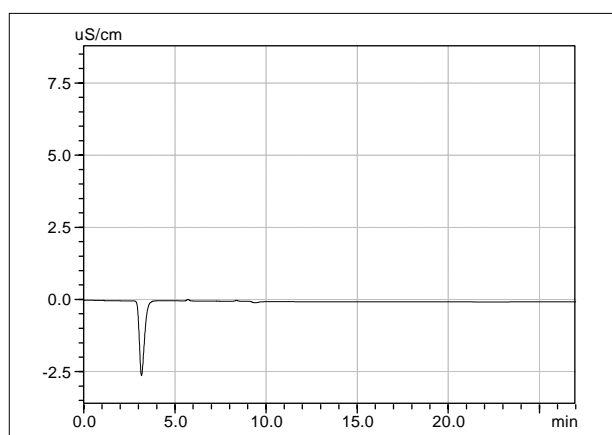


Fig.2 エチレンジアミンのクロマトグラム(50 mg/L)
Chromatogram of Ethylenediamine(50 mg/L)

紫外吸光度検出器による亜硝酸イオンの検出

Detection of Nitrite Ion by UV Detector

水質基準では、硝酸態窒素および亜硝酸態窒素の基準値は合計で10 mg/L以下とされていますが、水質管理目標設定項目としての亜硝酸態窒素の目標値は0.05 mg/L以下(暫定)です。この場合、定量範囲の下限である0.005 mg/Lの濃度では、水道水中の亜硝酸イオンピークは直前に溶出する炭酸イオンのテーリングの影響を受けるため定量値が不正確になります。このため、亜硝酸イオンの測定については、亜硝酸イオンが紫外吸収を有する特性を利用して、通常紫外吸光度検出器(UV検出器)

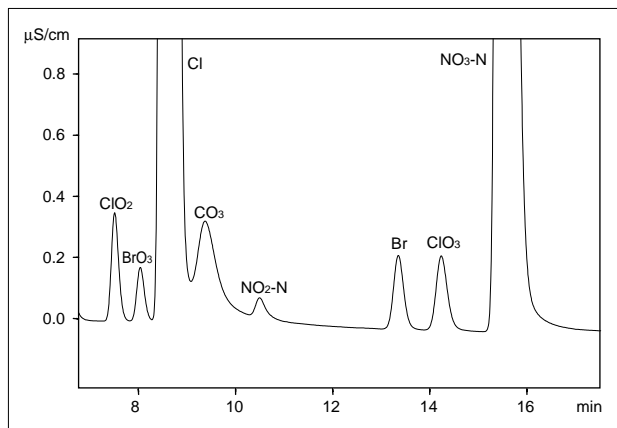


Fig.3 水道水の電気伝導度検出の例
Chromatogram of Tap Water by Conductivity Detection

を用います。UV検出器を用いると紫外吸収をもたない炭酸イオンの影響を受けず、亜硝酸イオンを選択的に検出することができます。

Fig.3には、エチレンジアミンと標準添加(添加量はTable 2参照)を行なった水道水の電気伝導度検出の例、Fig.4には、吸光度検出の例を示します。近傍のピークの影響を受けず、またピークレスポンスの点でも有利なUV検出器を用いることにより亜硝酸イオンを高感度に精度良く分析することができます。

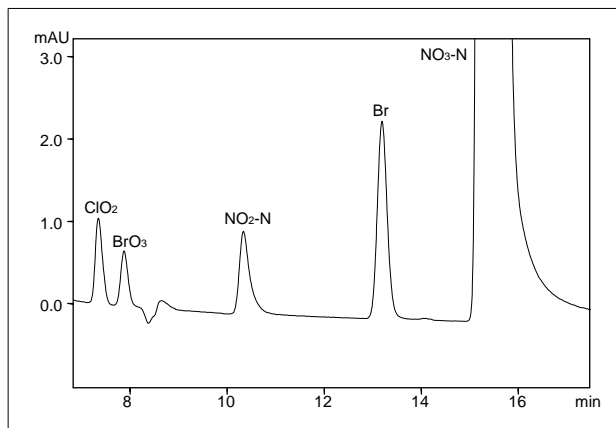


Fig.4 水道水の吸光度検出の例
Chromatogram of Tap Water by UV Detection

回収率

Recovery

水道水にエチレンジアミンおよび標準試料添加を行い、回収率を求めました。Fig.5に、水道水および水道水にエチレンジアミンと標準試料添加を行ったクロマトグラムを示します。Table 2には、回収率の計算結果を示します。亜硝酸態窒素および硝酸態窒素の回収率は、Fig.4に示す吸光度検出のデータより求めました。

Table 2 回収率
Recovery

	添加量 (mg/L)	添加前 (mg/L)	添加後 (mg/L)	回収率 (%)
F	0.200	0.093	0.293	100
ClO ₂	0.200	ND	0.200	100
BrO ₃	0.200	ND	0.193	97
Cl	5.000	13.64	18.58	99
NO ₂ -N	0.020	ND	0.018	90
Br	0.200	0.006	0.206	100
ClO ₃	0.200	0.054	0.249	98
NO ₃ -N	2.000	0.246	2.218	99
PO ₄	5.000	ND	4.892	98
SO ₄	5.000	10.764	15.872	102

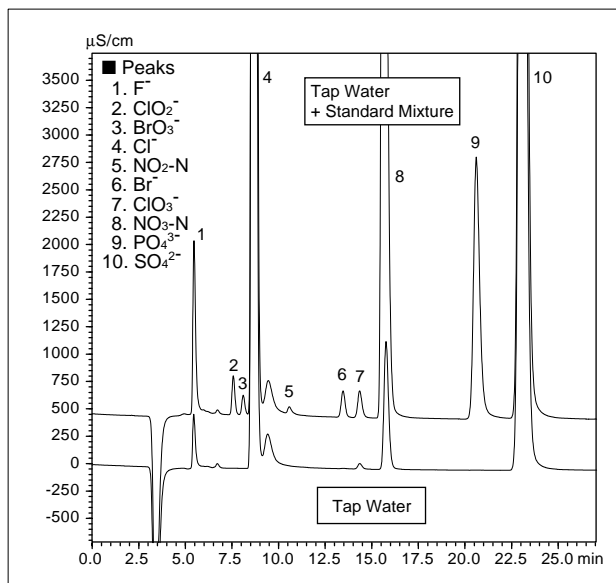


Fig.5 水道水のクロマトグラム
Chromatograms of Tap Water Samples

初版発行：2007年10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。