

# Application News

## No.L455A

高速液体クロマトグラフィー  
High Performance Liquid Chromatography

### イオンクロマトグラフィーによる 水道水中の亜硝酸態窒素の分析

Determination of Nitrite Nitrogen in Tap Water by Ion Chromatography

亜硝酸イオンは、硝酸イオン同様に窒素肥料や腐敗した動植物、家庭排水などにより環境水に存在し、近年の様々な知見より極めて低濃度であっても人の健康に影響をもたらすことがわかってきました。これを受け、水質基準に関する省令(厚生労働省令第101号)が改正され、平成26年4月1日より、新たに亜硝酸態窒素として水質基準項目が設けられ、基準値0.04 mg/Lが設定されました。

また、亜硝酸態窒素の検査方法については、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法(平成15年厚生労働省告示第261号)」に、新たにエチレンジアミンを検水に添加して分析する陰イオン一斉分析が採用されています。

ここでは、島津イオンクロマトグラフ“Prominence HIC-SP”と陰イオン分析用カラム“Shim-pack IC-SA3”を用いた亜硝酸態窒素を含む陰イオンの一斉分析例をご紹介します。  
※使用するカラムについては、裏面の“ご注意ください”をご覧ください。

H. Horiike A. Ieuji H. Yamamoto\*  
\* SHIMADZU TECHNO-RESEARCH Ltd.

#### ■ 亜硝酸態窒素の紫外吸光度検出

Detection of Nitrite Nitrogen by UV Detector

亜硝酸態窒素の水質基準である0.04 mg/Lに対する定量下限値0.004 mg/Lの分析を電気伝導度検出で行う場合、直前に溶出する塩化物イオン等のピークのテーリング上に極微小の亜硝酸イオンが溶出するため、定量への影響が懸念されます。

亜硝酸イオンが紫外光の吸収を持ち、塩化物イオンが吸収を持たない特性を利用し、紫外吸光度検出器を用いることにより選択的に亜硝酸イオンを検出することができます。

亜硝酸イオンと硝酸イオンを吸光度検出することで、窒素態の合計値を自動計算<sup>\*1</sup>することも可能になります。

Fig. 1には、紫外吸光度検出(210 nm)による定量下限値(0.004 mg/L)濃度の亜硝酸態窒素を含む陰イオン標準溶液のクロマトグラムを示します。

\*1 LabSolutionsのグルーピング機能を利用します。

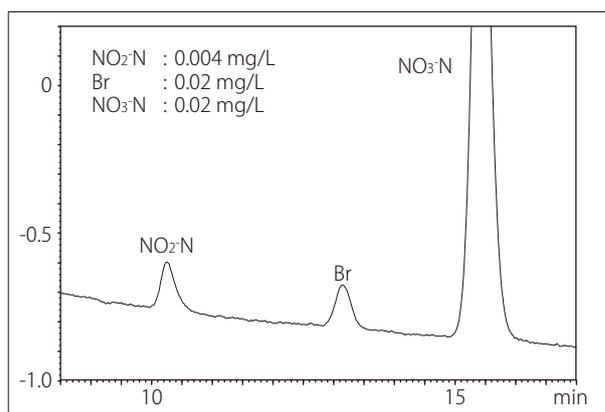


Fig. 1 亜硝酸態窒素(0.004 mg/L)を含む陰イオン標準液のクロマトグラム(紫外吸光度検出 210 nm)  
Chromatogram of a Standard Solution Containing Nitrite Nitrogen(0.004 mg/L)(UV detection at 210 nm)

#### ■ 亜硝酸態窒素の直線性

Linearity of UV Detector in Nitrite Nitrogen Analysis

Fig. 2には、検査方法で検量線作成範囲として例示されている濃度範囲0.004 ~ 0.4 mg/Lにおいて6点の標準試料を調製し、紫外吸光度検出器(210 nm)を用いて作成した検量線を示します。

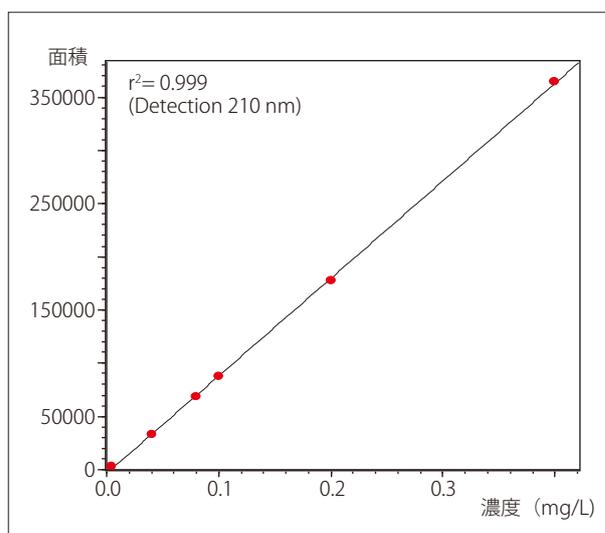


Fig. 2 直線性(50 µL 注入)  
Linearity (50 µL injection)

## ■亜硝酸態窒素およびその他無機陰イオンの再現性

Reproducibility of Other Anions

Table 1 には、亜硝酸イオンを含む無機陰イオン 9 成分を繰り返し 6 回分析して得られた面積値に対する相対標準偏差 (%RSD) を示します。Table 2 には分析条件を示します。

また、Fig. 3 には、当分析により得られた電気伝導度検出によるクロマトグラムを示します。

Table 1 面積値の相対標準偏差値 (n=6)  
Reproducibility of Peak Area (n=6)

成分	調製濃度 (mg/L)	電気伝導度検出	紫外吸光度検出
F	0.05	1.48	—
ClO <sub>2</sub>	0.02	3.68	—
BrO <sub>3</sub> <sup>*</sup>	0.02	6.64	—
Cl	0.20	0.27	—
NO <sub>2</sub> -N	0.004	—	5.46
Br	0.02	—	4.67
ClO <sub>3</sub>	0.04	4.43	—
NO <sub>3</sub> -N	0.02	—	0.44
SO <sub>4</sub>	0.05	3.92	—

※ IC-PC 法による分析が指定されています。

Table 2 分析条件  
Analytical Conditions

システム : Prominence HIC-SP  
 カラム : Shim-pack IC-SA3 (250 mm L. × 4.0 mm I.D.)  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 45 °C  
 検出 : 電気伝導度検出 (サブレッサ使用)  
 紫外吸光度検出 (210 nm)  
 注入量 : 50 μL

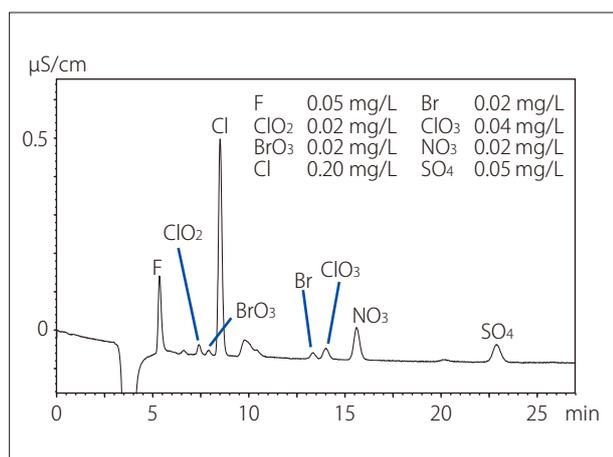


Fig. 3 標準液のクロマトグラム (電気伝導度検出)  
Chromatogram of Standard Anions (Conductivity Detector)

## ■水道水中の亜硝酸態窒素の分析

Determination of Nitrite Nitrogen in Tap Water

試料に残留塩素が含まれている場合、試料 1 L につき、エチレンジアミン溶液 (50 mg/mL) を 1 mL 加え前処理することが試験方法に追加されています。

Fig. 4 には、陰イオン分析用カラム “Shim-pack IC-SA3” を用い、亜硝酸イオン、水道水、亜硝酸イオンを添加した水道水の 3 種類の試料溶液を紫外吸光度検出したクロマトグラムを示します。各試料溶液にはエチレンジアミン溶液を添加しています。

Table 3 には、Fig. 4 で添加した亜硝酸態窒素の回収率の計算結果を示します。

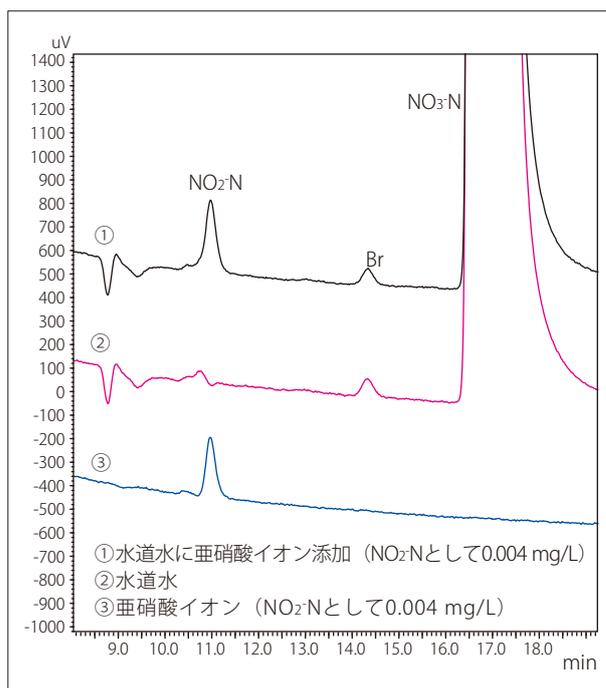


Fig. 4 亜硝酸イオンを添加した水道水のクロマトグラム  
(紫外吸光度検出, エチレンジアミン添加)  
Chromatogram of Tap Water Containing Nitrite Nitrogen (UV detection, ethylene diamine addition)

Table 3 亜硝酸対窒素の回収率  
Recovery of Nitrite Nitrogen

試料溶液	ピーク面積
亜硝酸態窒素 (0.004 mg/L)	3794
水道水	N.D.
水道水 (NO <sub>2</sub> -Nとして0.004 mg/L添加)	3815
回収率 (%)	101

### ご注意ください

※ 塩素酸を分析されない場合は、短時間分析が可能な “Shim-pack IC-SA2” をご利用ください。  
 ※ Shim-pack IC-SA3 を使用して亜硝酸態窒素を吸光度検出する場合はサブレッサシステムが必要となります。

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

A改訂版発行：2014年5月  
初版発行：2014年1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691  
(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。