

Application News

No. L493

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

水道水質分析用 高性能陰イオン分析カラム Shim-pack IC-SA4 による水道水分析

Anion Analysis in Tap Water by Newly Developed Shim-pack IC-SA4

水道水質分析では、逐次水質基準の見直しと、それに伴う検査方法の改定が行われています。最近では水質管理目標設定項目であった亜硝酸態窒素が水質基準に追加されるとともに、妥当性評価が行われるようになり、分析の精度も重要視される動きがあります。さらに、イオンクロマトグラフの分野でも分析のスループット向上が求められています。

ここで紹介します Shim-pack IC-SA4 は、水道水質分析専用に新規開発された陰イオン分析用高性能カラムで、「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）、水質基準に関する省令等の一部を改正する省令（平成 26 年 2 月 28 日厚生労働省令第 15 号）」に基いた分析が可能です。

A. Ieuji

■水質基準項目のイオンの分離

Separation of a Standard Mixture of Anions

Fig. 1 には、水質基準項目に含まれる陰イオン 5 項目（F, Cl, NO₂, NO₃, ClO₃）および、環境水中に一般に含まれる無機陰イオンの分離例を、Table 1 には標準分析条件を示します。充てん材の平均粒子径の約 3 μm への微細化と、保持特性の調整により、溶出の早いふっ化物イオンのピークをウォーターディップから十分分離するまで保持させるとともに、硫酸イオンの保持時間を 20 分以内に収める分析を可能としました。

また、塩素酸イオンと近接して溶出する臭化物イオンもベースライン分離が可能です。

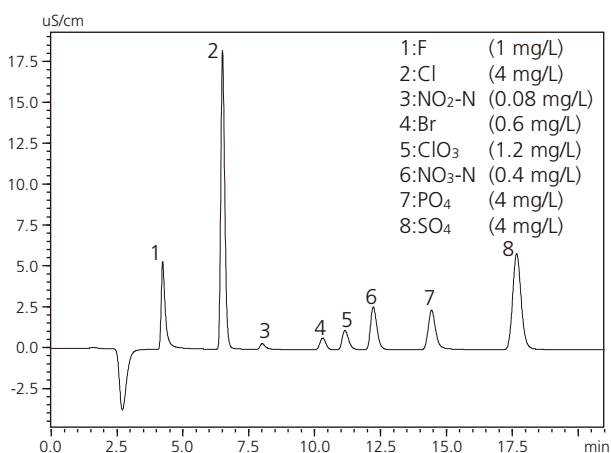


Fig. 1 陰イオン標準液のクロマトグラム
Chromatogram of an Anion Standard Solution

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

システム	: Prominence イオンクロマトグラフ HIC-SP
カラム	: Shim-pack IC-SA4 (150 mm L. x 4.6 mm I.D.)
溶離液	: 1.7 mmol/L 炭酸ナトリウム 5.0 mmol/L 炭酸水素ナトリウム
流量	: 0.8 mL/min
温度	: 50 °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

■ケイ酸を含む試料の分析

Analysis of Silicate in Environmental Samples

山間部を流れる河川水を多く含む水にはケイ酸塩が含まれる場合があります。ケイ酸イオンは 1 価イオンの弱酸としてカラムに保持されるため、溶離液組成によっては、ふっ化物イオンとピークが重なり、定量を妨害する場合があります。

Shim-pack IC-SA4 の標準分析条件は、このケイ酸イオンとふっ化物イオンの分離を改善しつつ、多成分同時分析可能な条件に設定されています。Fig. 2 には、ケイ酸イオンを含む水道水の分析例を示します。ケイ酸イオンはサブレッサ通過後の溶離液中ではイオン化を抑制されるため負のピークとして検出されます。

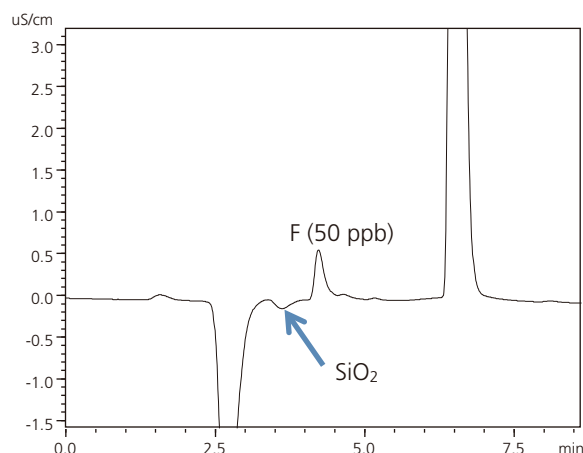


Fig. 2 ケイ酸イオンを含む水道水のクロマトグラム
Chromatogram of Tap Water Containing Silicate

■亜硝酸態窒素の定量

Detection of Nitrite Nitrogen by UV Detector

水質基準である亜硝酸態窒素は、他の水質基準項目と比較して対象となる濃度が0.004～0.040 mg/Lと低く、直前に溶出する塩化物イオンのテーリングの影響を回避するためにはUV検出器の利用が推奨されます。

Fig. 3, 4には、0.004～0.040 mg/Lの亜硝酸態窒素をUV検出したクロマトグラムと検量線を、Table 2には、作成した検量線を用いて各濃度の標準液を定量した結果と調製濃度に対する誤差率をまとめました。各濃度とも誤差率10%以下の正確さで検量線が作成できていることがわかります。

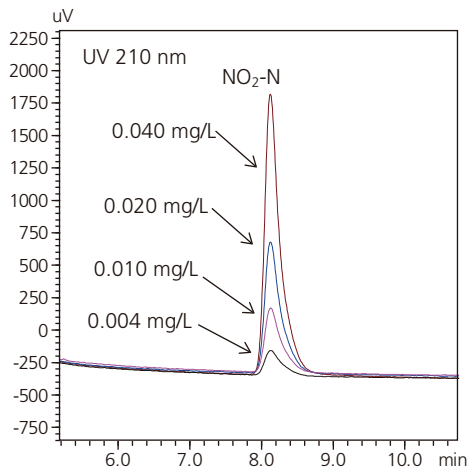


Fig. 3 亜硝酸態窒素のクロマトグラム
Chromatogram of Nitrite Nitrogen

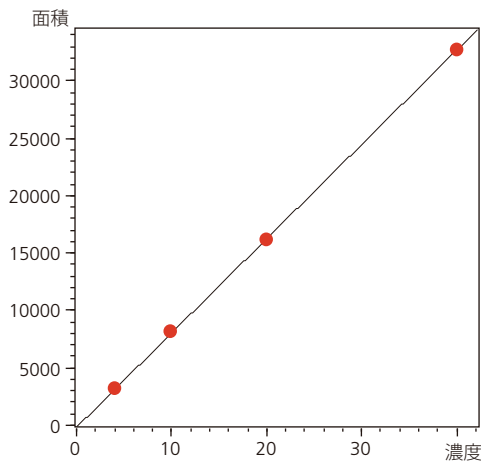


Fig. 4 亜硝酸態窒素 (0.004～0.040 mg/L) の検量線
Calibration Curve of Nitrite Nitrogen (0.004～0.040 mg/L)

Table 2 亜硝酸態窒素の定量誤差
Recovery of Nitrite Nitrogen

調製濃度 (μg/L)	定量値 (μg/L)	誤差率 (%)
4	4.069	1.73
10	10.038	0.38
20	19.818	-0.91
40	40.075	0.19

Fig. 5には、塩化物イオン濃度10～50 mg/Lを含む亜硝酸態窒素0.004 mg/LをUV検出したときのクロマトグラムを、Table 3には、亜硝酸態窒素の定量値と誤差率をまとめました。

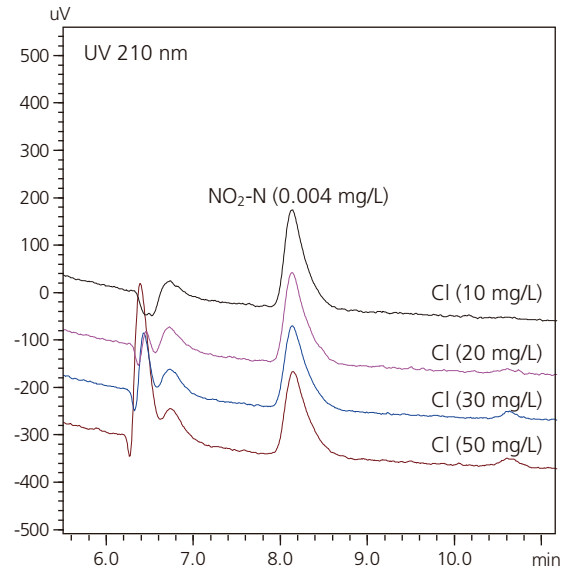


Fig. 5 塩化物イオンを含む亜硝酸態窒素のクロマトグラム
Chromatogram of Nitrite Nitrogen Containing Chloride

Table 3 亜硝酸態窒素 (NO₂-N) の定量誤差
Recovery of Nitrite Nitrogen

塩化物イオン濃度 (mg/L)	NO ₂ -N定量値 (μg/L)	誤差率 (%)
10	4.268	6.7
20	4.175	4.38
30	3.926	-1.85
50	3.956	-4.4