

# イオンクロマトグラフデュアル流路システムを用いた水道水中の陰陽イオン同時分析

悴田 朋佳、山本 洋子

## ユーザーベネフィット

- ◆ 同一試料に含まれる陰イオン、陽イオンの同時分析ができます。
- ◆ 陰イオン、陽イオンの分析結果が同一ファイルとして得られるため、データを一括管理できます。

## ■はじめに

イオンクロマトグラフは水溶液中のイオン成分の測定に広く使用されています。水道水質分析では「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働省大臣が定める方法（以下「告示法」）」において、複数の水質基準項目の測定にイオンクロマトグラフを使用することが定められています。

HIC-ESP/NSイオンクロマトグラフデュアル流路システムでは、水溶液中の陰イオンと陽イオンを同時測定することが可能です。システムの流路構成等については、アプリケーションニュース01-00291A-JPをご参照ください。

本稿では、告示法に記載の手順で行った水道水中の陰・陽イオン同時分析についてご紹介します。

## ■標準溶液の分析

陰イオン分析には水道水質分析専用カラムShim-pack™ IC-SA4を、陽イオン分析用カラムにはShim-pack IC-C4を使用しました。分析条件を表1に示します。

陰イオンについては、告示法記載の5成分（ふっ化物イオン、塩化物イオン、亜硝酸態窒素および硝酸態窒素、塩素酸イオン）に加え、水質管理目標設定項目の亜塩素酸イオンおよび流入水や井戸水に含まれるりん酸イオン、硫酸イオンの計9成分の混合標準溶液を分析しました。その分析結果を図1に、成分名と濃度を表2に示します。

陽イオンについては、告示法記載のナトリウムイオン、マグネシウムイオン、カルシウムイオンに加え、原水に含まれる可能性のあるアンモニウムイオン、カリウムイオンの計5成分の混合標準溶液を分析しました。その分析結果を図2に、成分名と濃度を表3に示します。

表1 分析条件

Anion	
Column	Shim-pack IC-SA4 (150 mm×4.6 mm I.D., 3.5 μm) <sup>*1</sup>
Guard filter	Filter,A-356 ASSY <sup>*2</sup>
Mobile Phase	1.7 mmol/L Sodium carbonate 5.0 mmol/L Sodium hydrogen carbonate
Flow rate	0.8 mL/min
Cation	
Column	Shim-pack IC-C4 (150 mm×4.6 mm I.D., 7 μm) <sup>*3</sup>
Guard Column	Shim-pack IC-GC4 (10 mm×4.6 mm I.D., 7 μm) <sup>*4</sup>
Mobile phase	3.0 mmol/L Methanesulfonic acid
Flow rate	1.0 mL/min
Column temp.	50 °C
Injection vol.	50 μL ea. (Setting : 1600 μL)
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene <sup>*5</sup>
Detection	Conductivity (2 cells) , UV-VIS (210 nm)

\*1 P/N : 228-59500-91 \*2 P/N : 228-50346-01

\*3 P/N : 228-41616-91 \*4 P/N : 228-59900-91 \*5 P/N : 228-31537-91

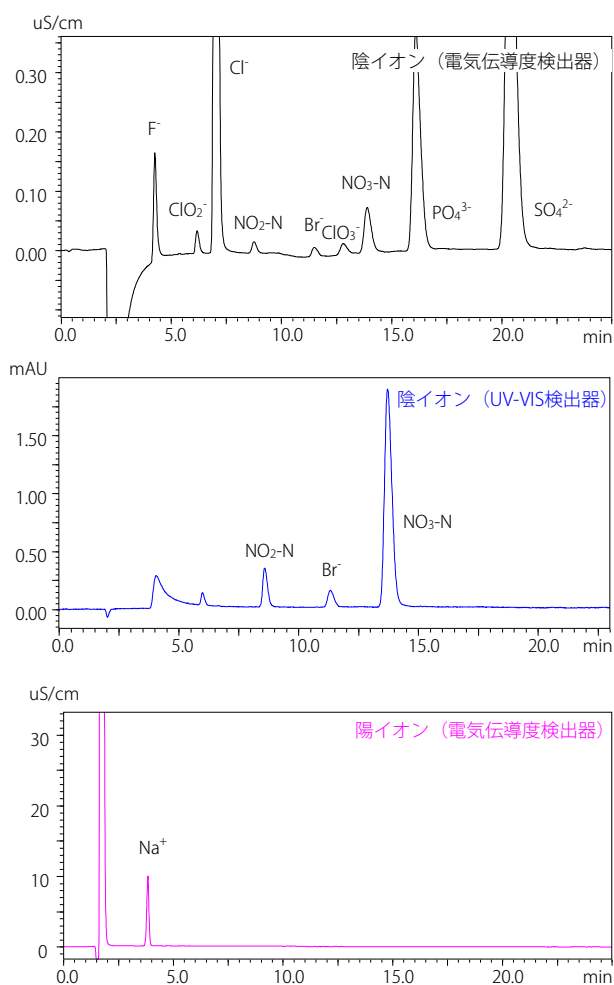


図1 陰イオン混合標準溶液の分析結果

表2 陰イオン混合標準溶液の成分名と濃度

F <sup>-</sup>	ふっ化物イオン	0.04 mg/L
ClO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	亜塩素酸イオン	0.03 mg/L
Cl <sup>-</sup>	塩化物イオン	1.0 mg/L
NO <sub>2</sub> -N	亜硝酸態窒素	0.004 mg/L
Br <sup>-</sup>	臭化物イオン	0.02 mg/L
ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	塩素酸イオン	0.03 mg/L
NO <sub>3</sub> -N	硝酸態窒素	0.02 mg/L
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	りん酸イオン	1.0 mg/L
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	硫酸イオン	1.0 mg/L

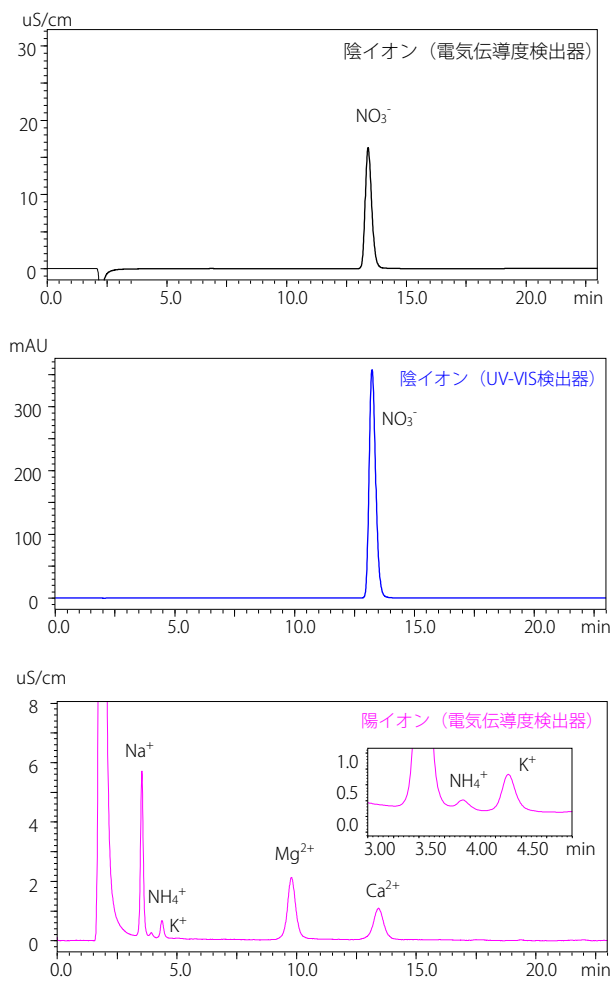


図2 陽イオン混合標準溶液の分析結果

表3 陽イオン混合標準溶液の各成分濃度

Na <sup>+</sup>	ナトリウムイオン	1 mg/L
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	アンモニウムイオン	0.01 mg/L
K <sup>+</sup>	カリウムイオン	0.25 mg/L
Mg <sup>2+</sup>	マグネシウムイオン	1 mg/L
Ca <sup>2+</sup>	カルシウムイオン	1 mg/L

## ■ 検量線の評価

陰イオン、陽イオンの混合標準液をそれぞれ調製し、陰イオンに関しては二次式、陽イオンに関しては一次式の検量線を作成しました。検量線の濃度範囲および検量線範囲内の寄与率を評価しました。陰イオンについて表4、陽イオンについて表5に結果を示します。

表4 検量線範囲と寄与率（陰イオン）

	検量線範囲 (mg/L)	寄与率 (r <sup>2</sup> )
F <sup>-</sup>	0.04-8	0.999
ClO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.03-0.6	0.999
Cl <sup>-</sup>	1-20	0.999
ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.03-0.6	0.999
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	1-20	0.999
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1-20	0.999
NO <sub>2</sub> -N (UV-VIS)	0.004-0.08	0.999
Br <sup>-</sup> (UV-VIS)	0.02-0.4	0.999
NO <sub>3</sub> -N (UV-VIS)	0.02-0.4	0.999

表5 検量線範囲と寄与率（陽イオン）

	検量線範囲 (mg/L)	寄与率 (r <sup>2</sup> )
Na <sup>+</sup>	1-20	0.999
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	0.01-0.2	0.999
K <sup>+</sup>	0.25-5	0.999
Mg <sup>2+</sup>	1-20	0.999
Ca <sup>2+</sup>	1-20	0.999

## ■ 再現性の評価

保持時間と面積の再現性について、検量線最下点の標準液の6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。これらの結果を表6、表7に記載します。

表6 保持時間および面積再現性（陰イオン）

	濃度 (mg/L)	保持時間 %RSD	面積 %RSD
F <sup>-</sup>	0.04	0.05	2.19
ClO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.03	0.05	2.73
Cl <sup>-</sup>	1	0.06	1.86
ClO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.03	0.08	4.37
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	1	0.07	1.60
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1	0.08	1.95
NO <sub>2</sub> -N (UV-VIS)	0.004	0.05	2.16
Br <sup>-</sup> (UV-VIS)	0.02	0.07	1.92
NO <sub>3</sub> -N (UV-VIS)	0.02	0.05	2.41

表7 保持時間および面積再現性（陽イオン）

	濃度 (mg/L)	保持時間の %RSD	面積値の %RSD
Na <sup>+</sup>	1	0.02	0.19
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	0.01	0.08	8.09
K <sup>+</sup>	0.25	0.03	1.56
Mg <sup>2+</sup>	1	0.01	0.48
Ca <sup>2+</sup>	1	0.03	1.40

## ■ 水道水の分析

告示法において、陰イオン分析試料と陽イオン分析試料はそれぞれ前処理手順が記載されています。陰イオン分析については、試料1 Lにつきエチレンジアミン溶液 (EDA, 50 mg/mL) 0.1-1 mLもしくはチオ硫酸ナトリウム溶液 (S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, 0.3 w/v%) 1-2 mLを添加することが記載されています。

図3に、水道水1 Lにエチレンジアミン1 mLを添加した試料の分析結果を示します。エチレンジアミンを添加した場合、エチレンジアミン由来のピークが陽イオン側に溶出するため、前処理済であることを記録として保存できます。この分析結果から、告示法通りに運用していることを示すことができます。

図4に、水道水1 Lにチオ硫酸ナトリウム溶液2 mLを添加した試料の分析結果を示します。チオ硫酸ナトリウム由来のピークが陰イオン側に溶出します。チオ硫酸ナトリウムを添加した場合、エチレンジアミンを添加した場合に比べ、1分析あたりの時間が長くなるため、エチレンジアミンの添加を推奨します。

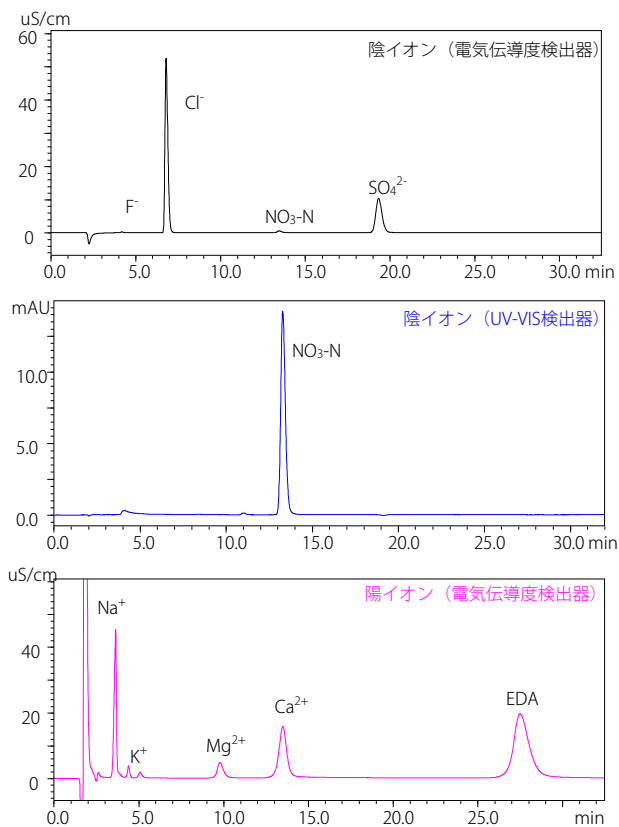


図3 エチレンジアミン添加水道水の分析結果

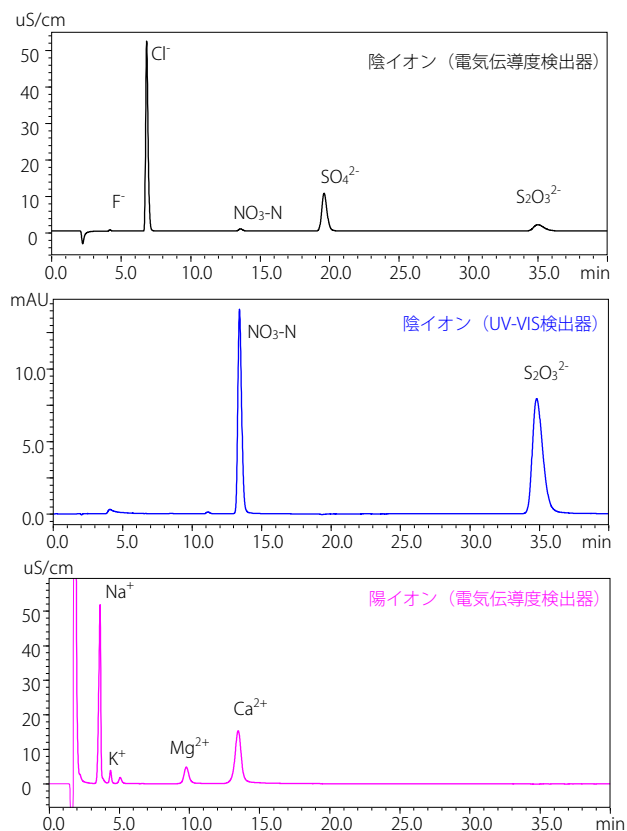


図4 チオ硫酸添加水道水の分析結果

陽イオン分析試料については、採取した水道水をそのまま分析に供しました。分析結果を図5に示します。

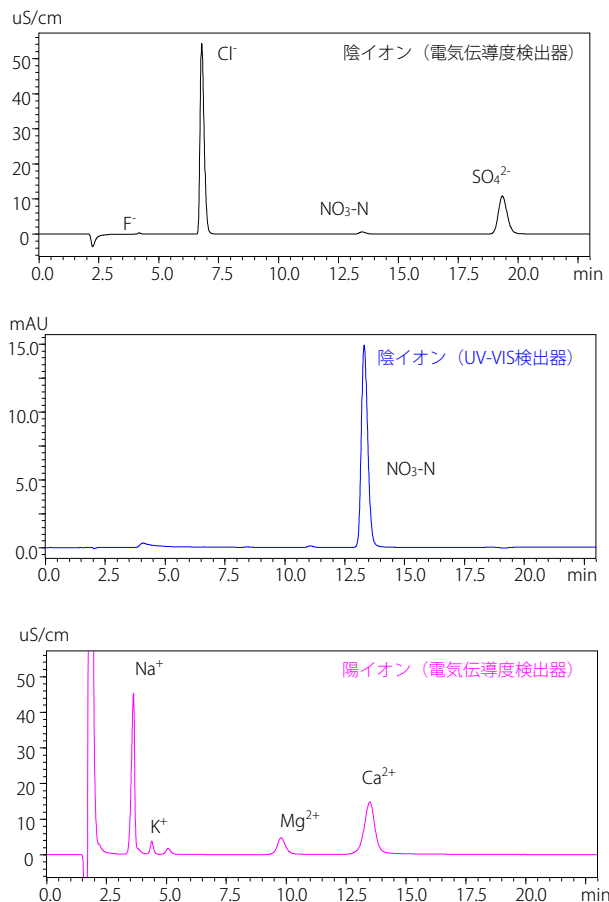


図5 水道水の分析結果

## ■まとめ

HIC-ESP/NSイオンクロマトグラフデュアル流路システムを用いた陰イオン、陽イオンの同時分析についてご紹介いたしました。本システムでは、陰イオン、陽イオンの分析結果を同一ファイルとして得ることができるため、例えばエチレンジアミンを水道水に添加した場合、カウンターイオンの分析結果から告示法通りの前処理が行われたことを確認できます。

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

01-00449-JP 初版発行：2022年 9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>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、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