

# イオンクロマトグラフ 応用データ集



# 島津イオンクロマトグラフ 応用データ集

## 目 次

<b>1. イオンクロマトグラフ</b>	<b>1</b>
1.1 イオンクロマトグラフの種類	1
1.1.1 標準システム	1
1.1.2 応用システム	3
1.2 イオンクロマトグラフ用カラムの種類	5
1.3 イオンクロマトグラフの分析条件と 溶離液の種類・調製方法	8
1.3.1 溶離液の種類	8
1.3.2 溶離液調製方法	9
1.4 標準試料の調製方法	12
<b>2. 標準試料の分析</b>	<b>13</b>
2.1 陰イオン	13
2.1.1 一般無機陰イオン	13
2.1.2 ハロゲンを含むイオン	18
2.1.3 有機酸	21
2.1.4 硫黄化合物 (チオ硫酸, チオシアン酸, スルファミン酸)...	24
2.1.5 硫黄化合物(亜硫酸)	25
2.1.6 セレンを含むイオン	27
2.1.7 保持の強いイオン種	28
2.2 陽イオン	29
2.2.1 一般無機陽イオン	29
2.2.2 アルミニウムイオン	32
2.3 シアン化物イオン, 塩化シアン	33
2.4 臭素酸イオン	34
2.5 大容量注入による微量イオン分析	35
<b>3. 応用分析例</b>	<b>36</b>
3.1 環境科学	36
3.1.1 河川水の分析	36
3.1.2 湖沼水の分析	38
3.1.3 水道水の分析(陰イオン・陽イオン)	39
3.1.4 井戸水の分析	43
3.1.5 プール水の分析	44
3.1.6 温泉水の分析	45
3.1.7 雨水の分析	47
3.1.8 海水の分析	49
3.1.9 排水の分析	51
3.1.10 排ガス中の酸性物質の分析	52
3.2 化学工業	54
3.2.1 無電解ニッケルめっき液の分析	54

---

3.3 食品化学	56
3.3.1 ミネラルウォーターの分析	56
3.3.2 スポーツドリンクの分析	58
3.3.3 ビールの分析	59
3.3.4 ワインの分析	61
3.3.5 日本酒の分析	64
3.3.6 コーヒーの分析	66
3.3.7 お茶の分析	68
3.3.8 しょう油の分析	70
3.3.9 味噌の分析例	72
3.3.10 野菜の分析例(はくさい)	74
3.3.11 野菜の分析例(にんじん)	76
3.3.12 野菜の分析例(ほうれん草)	78
3.3.13 ジュース類の分析例	79
3.3.14 牛乳の分析	81
3.3.15 食肉の分析例	83
3.3.16 ソーセージの分析例	85
3.3.17 市販チューブわさびの分析	88
3.3.18 食パン抽出液の分析	89
3.4 生化学・薬学	91
3.4.1 目薬の分析	91
3.4.2 輸液用電解質液の分析	92
3.4.3 ビタミン剤の分析	93
3.4.4 栄養ドリンク剤の分析	94
3.4.5 生薬の分析	95
3.4.6 歯磨き粉の分析	96
3.5 農芸化学	97
3.5.1 土壌の分析	97
<b>4. 試料の前処理</b>	<b>99</b>
4.1 ろ過	99
4.2 希釈	99
4.3 遠心分離	99
4.4 溶解・抽出・捕集	99
4.5 限外ろ過	100
4.6 固相抽出	100
<b>5. 参考資料</b>	<b>101</b>

---

注)本データ集に掲載されていますイオン種の表記につきましては、価数を省略しております。また、りん酸イオンにおきましては、分離に使用する溶離液の条件(pH)により価数が異なりますが、 $\text{PO}_4$ として表記および濃度の表示を行っております。

# 1. イオンクロマトグラフ

## 1.1 イオンクロマトグラフの種類

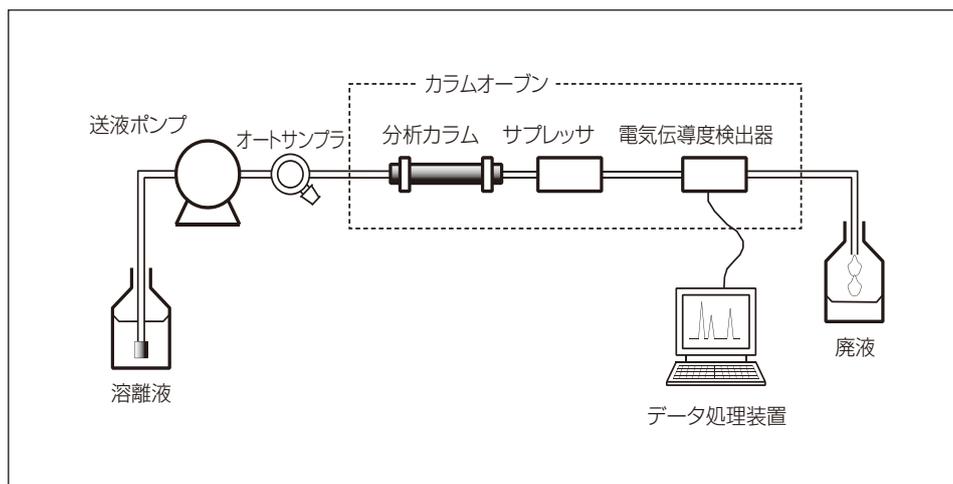
島津イオンクロマトグラフは目的に応じて、各種標準システム並びに専用システムをご用意しております。ここでは、各システムについて簡単にご紹介します。

### 1.1.1 標準システム

#### ■ イオンクロマトグラフHIC-SP(サブプレッサ方式)

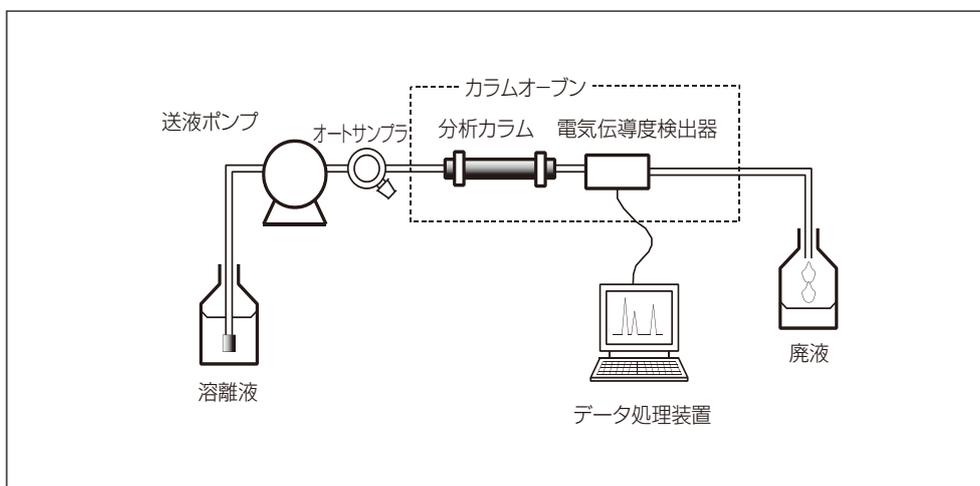
電気伝導度検出器の前処理部であるサブプレッサには、再生液（除去液）を不要とした電気化学再生方式オートサブプレッサ\*を採用しています。

\* 米国 ALLTECH社のオートサブプレッサ技術を使用しています。



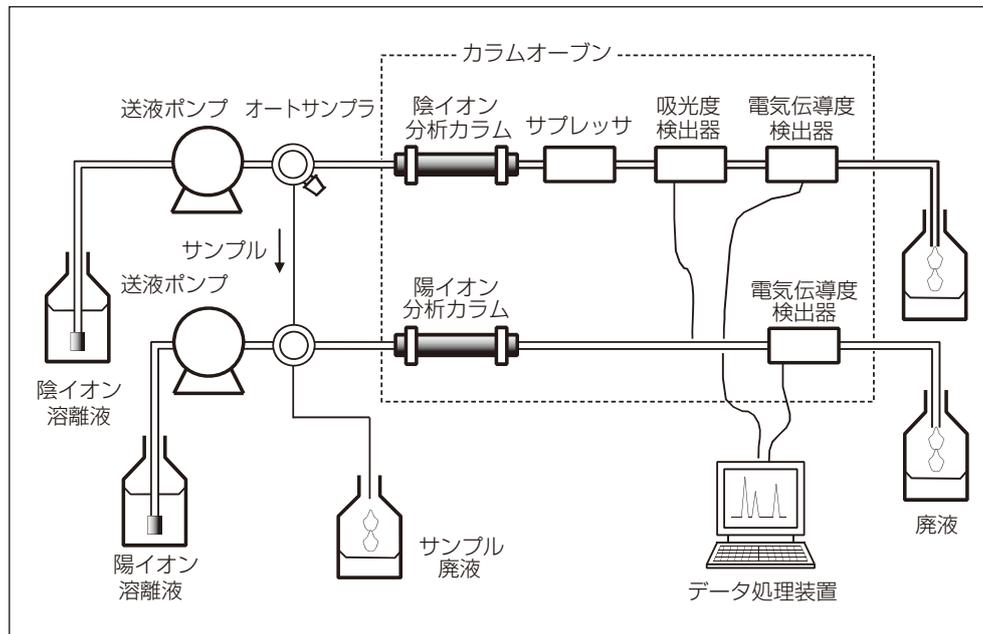
#### ■ イオンクロマトグラフHIC-NS(ノンサブプレッサ方式)

もっともシンプルなイオンクロマトグラフのシステムです。カラムと検出器が直結しているこのシステムでは、溶離液条件の自由度が高く、分析の幅が広がります。



## ■ イオンクロマトグラフ デュアル流路システム(サブレッサ-ノンサブレッサ方式)

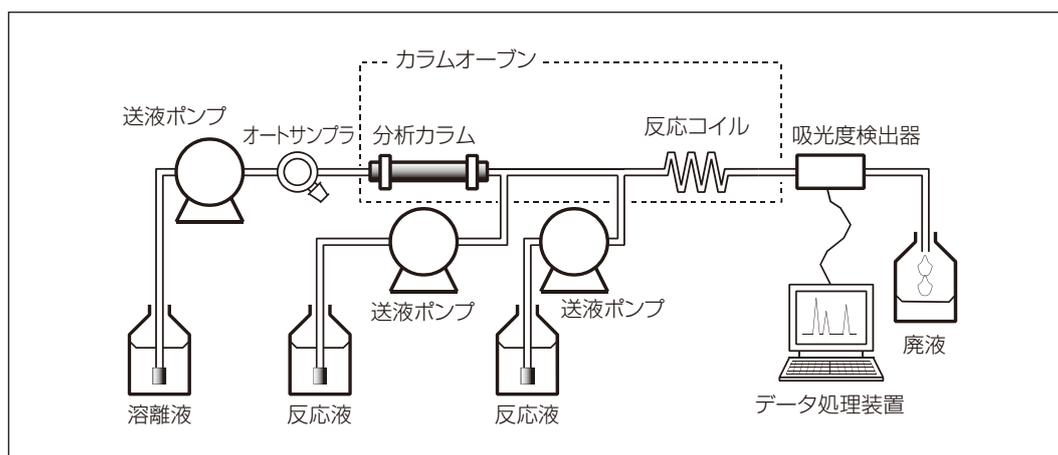
オートサンプラと高圧流路切換バルブを用いることにより、独立した2流路に分析試料を同時に注入することができるシステムです。陰イオン分析カラムと陽イオン分析カラムを組み合わせることによって、陰イオンと陽イオンの同時分析システムとして利用されています。2流路ともノンサブレッサ方式とすることも可能です。



## 1.1.2 応用システム

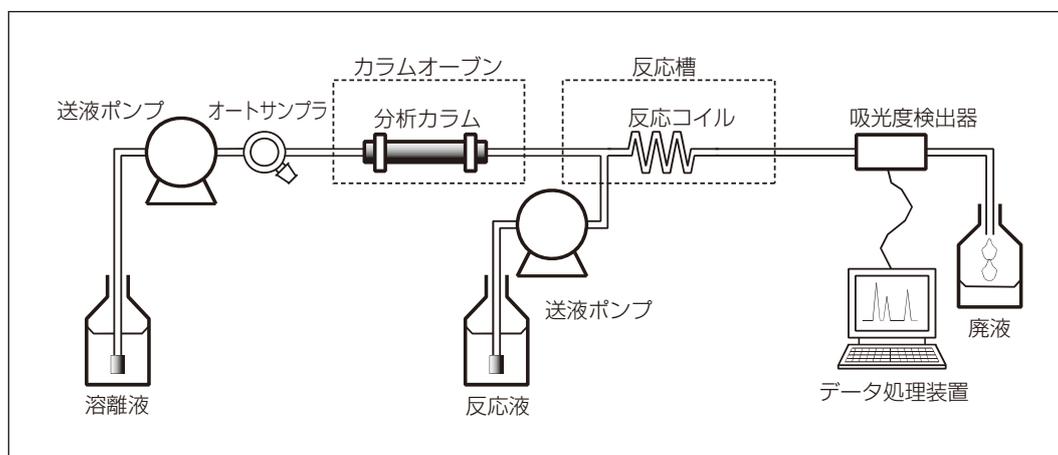
## ■ IC-PC 臭素酸分析システム-1 (三臭素イオン法：水質分析など)

臭素酸イオンは、飲料水の原水中や浄水処理で使用する試薬中の不純物や消毒副生成物とされており、水道法により水質基準項目として基準値が設定されています。水質基準値は0.01 mg/Lとされており、高感度分析が必要なイオンの一つです。臭素酸を陰イオン交換カラムで分離した後に、硫酸酸性条件下で臭化カリウムとポストカラム反応させ、生成した三臭素イオンを吸光度検出器で検出します。2種類の反応液を混合して反応させるために、最適化された専用配管部品を使用します。



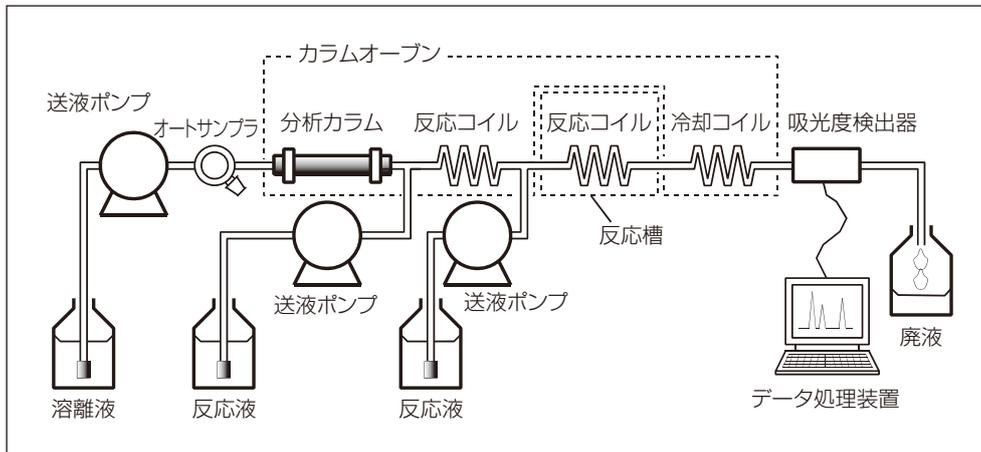
## ■ IC-PC 臭素酸分析システム-2 (o-ジアニシジン法：パン中の臭素酸分析など)

食品添加物として、パンに使用される臭素酸カリウムを定量するためのシステムです。臭素酸カリウムはパン生地改良剤として添加が認められていますが、最終的にパン中から検出されてはならないという使用基準があります。また、食品添加物としてパン以外への使用は禁止されています。この分析法では、臭素酸イオンを逆相イオンペア法で分離した後に、o-ジアニシジンと反応させ吸光度検出器で検出します。反応液を混合し反応させるために最適化された専用配管部品を使用します。



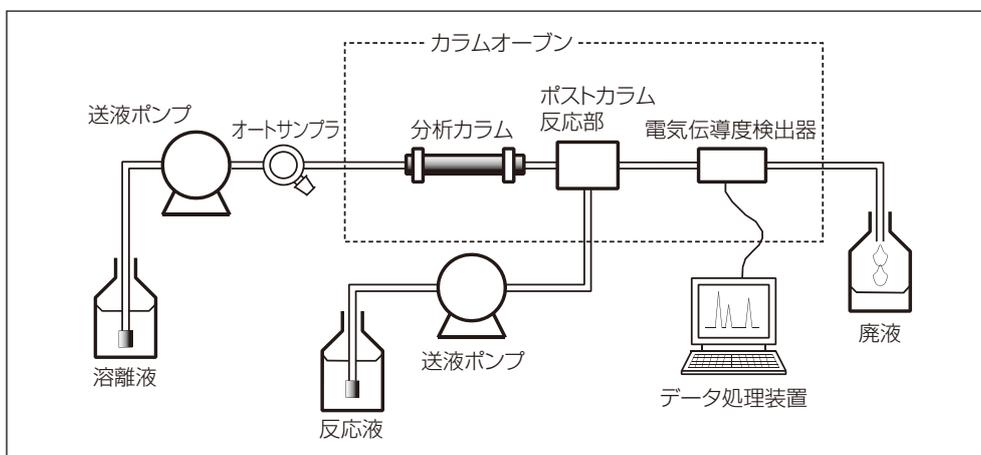
## ■ IC-PCシアン分析システム

シアン化物イオンは、臭素酸と同様に水質基準項目として基準値が設定されています。4-ピリジンカルボン酸-ピラズロン法をポストカラム誘導体化法に応用したもので、シアン化物イオン、塩化シアン、(チオシアン酸)の形態別一斉分析が可能です。水質基準では、シアン化物イオンと塩化シアンの総量を総シアンとして扱います。



## ■ 有機酸分析システム(ポストカラムpH緩衝化法)

有機酸はカルボキシル基を持っているため、200～210nmの紫外吸収を利用して検出することが可能ですが、この波長領域では夾雑成分の影響を受け易いため選択性が良くありません。本システムでは、イオン性物質を選択的に検出可能な、電気伝導度検出器を使用し、さらにポストカラムpH緩衝化法により有機酸の解離状態を制御することでレスポンスの向上をおこなっています。また、有機酸の分離にはイオン排除クロマトグラフィーを利用しているので、塩化物イオン、硝酸イオンといった無機陰イオンの影響を受けずに分析が可能です。



## 1.2 イオンクロマトグラフ用カラムの種類

島津イオンクロマトグラフ用のカラムには、以下の種類があります。

カラム Shim-pack	分析対象	検出方式	充てん剤担体材料と官能基	特長
IC-A1	陰イオン	電気伝導度検出 ノンサブレッサ方式	ポリメタクリレート 第四級アンモニウム基	無機陰イオン分析用で、特に中性条件下でのりん酸イオンの分析に用います。
IC-A3			ポリアクリレート 第四級アンモニウム基	無機陰イオン、有機酸イオン分析用の汎用カラムです。特に弱酸性溶離液を用いることで優れた分離選択性を示します。
IC-SA2		電気伝導度検出 サブレッサ方式	ポリビニルアルコール 第四級アンモニウム基	サブレッサシステムで使用する無機陰イオン、有機酸イオン分析用の汎用カラムです。ふっ化物イオンの保持を強くしシステムピークの影響を少なくしたカラムです。
IC-SA3			ポリビニルアルコール 第四級アンモニウム基	Shim-Pack IC-SA2 と同じ特長を持ち、さらに亜塩素酸イオンと塩素酸イオンを分析するための水質分析用の高分離カラムです。
IC-C1	陽イオン	電気伝導度検出 ノンサブレッサ方式	ポリスチレン-ジビニルベンゼン 共重合体 H型スルホン酸基	アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属、遷移金属イオン、希土類金属イオン、アルキルアミンなどの陽イオン分析に用います。
IC-C4			ポリメタクリレート カルボキシル基	アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオンの同時分析が可能で、ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの分離を良くしたカラムです。
IC-SC1		電気伝導度検出 サブレッサ方式	ポリメタクリレート カルボキシル基	サブレッサシステムで使用するカラムで、アルカリ金属イオン、アルカリ土類金属イオンなどの分析に用います。ノンサブレッサ方式でも使用できます。
IC-Bromate	臭素酸	UV検出 IC-PC 臭素酸システム	ポリビニルアルコール 第四級アンモニウム基	臭素酸分析システムで使用し、臭素酸イオン (BrO <sub>3</sub> ) と亜塩素酸イオン (ClO <sub>2</sub> ) の分離選択性が大幅に向上した水質分析専用的高性能カラムです。
Amino-Na	シアン	UV検出 IC-PC シアンシステム	ポリスチレン-ジビニルベンゼン 共重合体 Na型スルホン酸基	イオン排除モードを使用して、シアン化物イオンと塩化シアンを分離します。
SCR-102H	有機酸	電気伝導度検出 IC-PC 有機酸分析システム	ポリスチレン-ジビニルベンゼン 共重合体 H型スルホン酸基	イオン排除モードを利用し、有機酸の解離状態の差により分離を行います。無機陰イオンの影響を受けずに有機酸の分離が可能です。

## ガードカラムについて

- ・ガードカラムは分析カラムの物理的、化学的劣化を防ぐために使用するもので、各分析カラムに専用のガードカラムをご用意しております。
- ・ピーク形状の劣化 (変形)、カラム圧力の上昇等の現象が現れた場合には、ガードカラムを交換することで回復する場合があります。ただし、これらの現象が分析カラムに及んだ後に発現した場合には、ガードカラムの交換を行っても回復しない場合があります。
- ・また、イオン排除カラム (Shim-pack SCR-102H など) に使用するガードカラムは、試料中の陽イオン除去を目的とした一種の前処理カラムの役割をしていますので、現象が現れる前に定期的な交換が必要です。

## ◆イオン分析用カラム

### 陰イオン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-A1	4.6 mm × 100 mm	228-17733-91	ノンサプレッサ
Shim-pack IC-A1 (S)	2.0 mm × 150 mm	228-33400-91	ノンサプレッサ/セミマイクロ
Shim-pack IC-A3	4.6 mm × 150 mm	228-31076-91	ノンサプレッサ
Shim-pack IC-A3 (S)	2.0 mm × 150 mm	228-33366-91	ノンサプレッサ/セミマイクロ
Shim-pack IC-SA2	4.0 mm × 250 mm	228-38983-91	サプレッサ
Shim-pack IC-SA3	4.0 mm × 250 mm	228-41600-91	サプレッサ

### 陽イオン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-C1	5.0 mm × 150 mm	228-17737-91	ノンサプレッサ
Shim-pack IC-C1 PEEK	4.6 mm × 100 mm	228-33497-91	ノンサプレッサ
Shim-pack IC-C4	4.6 mm × 150 mm	228-41616-91	ノンサプレッサ
Shim-pack IC-SC1	4.6 mm × 150 mm	228-36605-91	サプレッサ/ノンサプレッサ両用

### 臭素酸分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-Bromate	4.0 mm × 150 mm	228-46884-91	臭素酸分析用

### シアン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack Amino-Na	6.0 mm × 100 mm	228-18837-91	シアン分析用

### 有機酸分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack SCR-102H	8.0 mm × 300 mm	228-17893-91	イオン排除カラム

## ◆ガードカラム

## 陰イオン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-GA1	4.6 mm × 10 mm	228-17734-91	IC-A1用
Shim-pack IC-GA3	4.6 mm × 10 mm	228-31076-92	IC-A3用
Shim-pack IC-SA2 (G)	4.6 mm × 10 mm	228-38983-92	IC-SA2用
Shim-pack IC-SA3 (G)	4.6 mm × 10 mm	228-41600-92	IC-SA3用

## 陽イオン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-GC1	4.0 mm × 10 mm	228-17738-91	IC-C1用
Shim-pack IC-GC1 PEEK	4.6 mm × 10 mm	228-33497-92	IC-C1用
Shim-pack IC-GC4	4.6 mm × 10 mm	228-59900-91	IC-C4用 (交換用カートリッジもあります)
Shim-pack IC-SC1G	4.6 mm × 10 mm	228-36605-92	IC-SC1用

## 臭素酸分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-Bromate (G)	4.6 mm × 10 mm	228-46884-93	IC-Bromate用

## シアン分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-CN (G)	6.0 mm × 10 mm	228-18837-93	シアン分析時のAmino-Na用

## 有機酸分析用

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
ガードカラム SCR-102H	6.0 mm × 50 mm	228-17924-91	SCR-102H用

## ◆プレカラム

カラム名称	カラムサイズ(内径×長さ)	部品番号	備考
Shim-pack IC-PC1	8.0 mm × 50 mm	228-17744-91	Shim-pack IC-C1用プレカラム

※Shim-pack IC-C1を用いて一価の陽イオンを分析する際に使用します。インジェクタとポンプの間に取り付けます。

### 1.3 イオンクロマトグラフの分析条件と溶離液の種類・調製方法

島津イオンクロマトグラフ用カラムでは、カラムの性能を十分に発揮させるため、それぞれに標準分析条件をご用意しております。ここでは、代表的なカラムと標準的な溶離液の組成・調製方法をご紹介します。夾雑成分が多い試料などでは標準分析条件で分離が不十分な場合があります。このような場合には、溶離液組成やカラム温度などを変更することにより分離が改善することがあります。詳しくは、イオンクロマトグラフィーのアプリケーションレポートをご参照ください。

なお、溶離液を調製する器具、溶離液容器は清浄なものをご使用ください。長期間放置された溶離液容器などを用いて溶離液を調製した場合、雑菌等の繁殖の原因となることがあり、カラムの圧力上昇やカラムの劣化の原因となりますのでご注意ください。

ここに示します溶離液調製手順は、溶離液1 Lを調製する場合を例にしています。試薬の秤量値等は溶離液の調製量に合わせて適宜変更してください。

#### 1.3.1 溶離液の種類

ご紹介する溶離液は下表の通りです。分析目的により組成を変更することで、分離が改善することがあります。詳しくはイオンクロマトグラフィーのアプリケーションレポートをご参照ください。専用の分析システムの溶離液、反応液などの調製方法は各専用分析システムの取扱説明書をご覧ください。

カラム Shim-pack	溶離液組成	流量 (mL/min)	温度 (°C)
IC-A1	2.5 mmol/L フタル酸 2.4 mmol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	1.5	40
IC-A3	8 mmol/L <i>p</i> -ヒドロキシ安息香酸 3.2 mmol/L ビストリス 50 mmol/L ほう酸	1.2	40
IC-SA2	12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム 0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	1.0	30
IC-SA3	3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム	0.8	45
IC-C1	5 mmol/L 硝酸(Li, Na, NH <sub>4</sub> , K 分析用)	1.5	40
	4 mmol/L 酒石酸 1 mmol/L エチレンジアミン(Mg, Ca 分析用)	1.5	40
IC-C4	1) 標準条件2.5 mmol/L しゅう酸	1.0	40
	2) NaとNH <sub>4</sub> の高分離条件 3 mmol/L しゅう酸 5 mmol/L 18-クラウン-6 (1 ~ 5 mmol/L で添加量を調節)	1.0	40
IC-SC1	3.5 mmol/L 硫酸	1.0	30

### 1.3.2 溶離液調製方法

#### あらかじめ準備するもの

- ・ 1 L メスフラスコ
- ・ 溶離液ボトル (GL45 タイプだと口が広いのでウィットろ過器で受けやすい)

#### 以下、溶離液のろ過が必要な場合のみ

- ・ ウィットろ過器
- ・ 0.2  $\mu$  m メンブランフィルタ (硝酸セルロースなど)
- ・ アスピレータ等の減圧器具

#### 使用する“水”について

微量成分の分析で使用する溶離液の調製には、JIS K 0557「用水・排水の試験に用いられる水」で定義されている、A3以上の水が一般に使用されていますが、イオンクロマトグラフでは、超純水製造装置のご使用をお勧めします。また、使用する水は溜め置きしたものは使用せず、新しい水をお使いください。調製に使用した水の純度が悪い場合、ベースラインノイズの増大やドリフトの発生、ゴーストピークやマイナスピークの出現、カラムの劣化などの原因となる場合があります。さらに必要に応じて0.2  $\mu$  mのメンブランフィルタでろ過してください。

各カラムで使用する代表的な溶離液の調製方法を説明します。

### ■ Shim-pack IC-A3

◇組成	8 mmol/L	p-ヒドロキシ安息香酸
	3.2 mmol/L	Bis-Tris
	50 mmol/L	ほう酸

#### ◇用意する試薬

- p-ヒドロキシ安息香酸\* (分子量138.12) ナカライテスク 特級18509-52  
※ 1,4-ヒドロキシ安息香酸と表記されている場合もあります。o-, m-, 1,2-ヒドロキシ安息香酸などは異なる試薬ですので使用できません。また試薬メーカーや製造ロットの違いによっては、硫酸イオンの位置にゴーストピークが出る場合があります。
- Bis-Tris (ビストリス)\* (分子量209.24) 和光純薬345-04741 (同仁)  
※ビス(2-ヒドロキシエチル)イミノトリス(ヒドロキシメチル)メタン
- ほう酸(分子量61.83)和光純薬工業 アミノ酸自動分析用020-07305

#### ◇調製手順

p-ヒドロキシ安息香酸 1.105 g  
 Bis-Tris 0.670 g  
 ほう酸 3.092 g

をそれぞれ秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。

注) p-ヒドロキシ安息香酸は塩基性条件下 (Bis-Trisを入れた状態)では溶けやすいですが、粉末状であるため固まりになりやすく、この状態ではなかなか溶解できません。あらかじめ粉碎してから溶解されることをお勧めします。薬包紙で挟んで、指で押さえる程度で簡単に崩れます。

### ■ Shim-pack IC-A1

◇組成	2.5 mmol/L	フタル酸
	2.4 mmol/L	トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン

#### ◇用意する試薬

- フタル酸(分子量166.13), 和光純薬工業 167-02465
- トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン(分子量121.14), 和光純薬工業 特級 207-06275

#### ◇調製手順

フタル酸 0.415 g  
 トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン 0.291 g

をそれぞれ秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。

## ■ Shim-pack IC-SA2

- ◇組成    **12 mmol/L**    **炭酸水素ナトリウム**  
          **0.6 mmol/L**    **炭酸ナトリウム**

この溶離液は10倍濃縮原液を調製し、要事に10倍希釈して使用します。

### ◇用意する試薬

- a) 炭酸水素ナトリウム (分子量84.01) 和光純薬工業 特級 191-01305  
b) 炭酸ナトリウム (分子量105.99) 和光純薬工業 特級 199-01585

### ◇調製手順

- i) 10倍濃縮原液の調製  
炭酸水素ナトリウム 10.08 g  
炭酸ナトリウム 0.636 g  
を秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。  
調製した原液は密閉容器に移して冷暗所保管する。
- ii) 溶離液の調製  
10倍濃縮原液100 mLを容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。  
※10倍濃縮原液は冷暗所に保管し、1ヶ月以内に使用してください。  
※保管および使用方法の違いにより、溶出時間がずれる場合には、原液を再度調製しなおしてください。

## ■ Shim-pack IC-SA3

- ◇組成    **3.6 mmol/L**    **炭酸ナトリウム**

この溶離液は10倍濃縮原液を調製し、要事に10倍希釈して使用します。

### ◇用意する試薬

- a) 炭酸ナトリウム (分子量105.99) 和光純薬工業 特級 199-01585

### ◇調製手順

- i) 10倍濃縮原液の調製  
炭酸ナトリウム 3.816 g  
を秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。  
調製した原液は容器に移して冷暗所保管する。
- ii) 溶離液の調製  
10倍濃縮原液100 mLを容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。  
※10倍濃縮原液は冷暗所に保管し、1ヶ月以内に使用してください。  
※保管および使用方法の違いにより、溶出時間がずれる場合には、原液を再度調製しなおしてください。

## ■ Shim-pack IC-C4 ①

- ◇組成    **2.5 mmol/L**    **しゅう酸**

### ◇用意する試薬

しゅう酸2水和物 (分子量126.07) 和光純薬工業 特級 159-00425

### ◇調製手順

しゅう酸2水和物0.315 gを秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ、超純水を加えて溶解後、全量を1 Lとする。

## ■ Shim-pack IC-C4 ②

◇組成 3 mmol/L しゅう酸  
5 mmol/L\* 18-クラウン-6混合水溶液(NaとNH<sub>4</sub>の高分離条件用の溶離液です。)

## ◇用意する試薬

しゅう酸2水和物(分子量 126.07) 和光純薬工業 特級 159-00425  
18-クラウン-6(分子量 264.32) 和光純薬工業 特級 031-12542

## ◇調製手順

しゅう酸2水和物 0.378 g  
18-クラウン-6 1.322 g\* (1 mmol/L添加の場合は, 0.2644 g)  
を秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ, 超純水を加えて溶解後, 全量を1 Lとする。  
※ 18-クラウン-6はNH<sub>4</sub>, Kの溶出位置を考慮して1~5 mmol/Lの範囲で添加量を調節します。  
※ KをMgとCaの間に溶出させる条件のため, カラムの特性に合わせて濃度調整が必要な場合があります。  
※ 水道水分析では, 1~1.5 mmol/L程度の添加量でも分離が改善されます。この場合, KはMgの前に溶出します。  
※ 10倍程度の高濃度液を調製しておくくと便利です。

## ■ Shim-pack IC-SC1

◇組成 3.5 mmol/L 硫酸

## ◇用意する試薬

硫酸(分子量 98.08) 和光純薬工業 精密分析用 190-04675

## ◇調製手順

硫酸 194 μL (0.342g)を秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ, 超純水を加えて溶解後, 全量を1 Lとする。

## ■ Shim-pack IC-C1 ①

◇組成 5 mmol/L 硝酸(Li, Na, NH<sub>4</sub>, Kの分析用溶離液条件です。)

## ◇用意する試薬

a) 硝酸(分子量 63.01) 和光純薬工業 有害金属測定用 140-04016

## ◇調製手順

硝酸 376 μL (0.516 g)を秤量し容量1 Lのメスフラスコにいれ, 超純水を加えて溶解後, 全量を1 Lとする。

## ■ Shim-pack IC-C1 ②

組成 4 mmol/L 酒石酸  
1 mmol/L エチレンジアミン 混合水溶液(Mg, Caの分析用溶離液条件です。)

## ◇用意する試薬

a) 酒石酸(分子量 150.09) 和光純薬工業 特級 208-00085  
b) エチレンジアミン\*(分子量 60.1) 和光純薬工業 特級 059-00933  
※(液体) ρ(20℃)=0.895 g/mL

## ◇調製手順

エチレンジアミンの使用量は少量で, かつ液体であるため, 必要量を直接計量すると誤差が大きくなる可能性があります。ここでは, エチレンジアミンの 100 mmol/L溶液を調製しこれを原液として使用する方法をご紹介します。

- エチレンジアミン 0.600 g (670 μL)を秤量し超純水を加えて 100 mLとし, 100 mmol/Lエチレンジアミン原液 100 mLを調製する。
- 酒石酸 0.600 g, 100 mmol/Lエチレンジアミン原液 10 mLを1 Lメスフラスコにいれ, 超純水を加え1 Lとする。(調整誤差は大きくなる可能性がありますがエチレンジアミンを直接60 mg (67 μL)計量することも可能です)

## 1.4 標準試料の調製方法

標準試料の調製は分析結果の正確さに大きく影響を与えます。実際に定量する未知試料の濃度に合わせた濃度領域の標準試料を調製する必要があります。標準試料を分析し、得られたピーク面積値や高さから検量線を作成し、未知試料のそれと比較することで定量します。未知試料を分析してえ得られたピーク面積値や高さの値を、上下に挟み込むように2点の以上の標準試料を調製・分析して検量線を作成することで、より正確な定量結果が得られます。

標準試料の調製は、高純度の試薬を超純水で溶解・希釈して調製します。詳しくは、各種告示やJIS K0127をご覧ください。代表的な無機陰、陽イオンについては、濃度1000 mg/Lの標準液が市販されており、その一部には国家計量標準ヘトレーサブルなJCSS認定の標準試料もあります。

下表に代表的なイオン種について、1000 mg/Lの標準試料原液を1 L調製する際に量り取る重量の例を紹介します。全量1 Lのメスフラスコに秤量した試薬を入れて溶解後、定容してください。

※公定法等に従って分析する際は、その指示に従って調製を行なってください。

※下の表は「JIS K0127 イオンクロマトグラフ分析通則」を参考にしています。

陰イオン種	使用する化合物名	重量(g)
F	ふっ化ナトリウム	2.210
Cl	塩化ナトリウム	1.648
Br	臭化カリウム	1.489
I	よう化カリウム	1.308
CN	シアン化カリウム	2.503 <sup>※</sup>
CO <sub>3</sub>	炭酸ナトリウム	1.766
NO <sub>2</sub>	亜硝酸ナトリウム	1.500
NO <sub>3</sub>	硝酸カリウム	1.631
PO <sub>4</sub>	りん酸二水素カリウム	1.433
SO <sub>4</sub>	硫酸ナトリウム	1.479
ClO <sub>3</sub>	塩素酸ナトリウム	1.277 <sup>※</sup>
ClO <sub>2</sub>	亜塩素酸ナトリウム	1.341 <sup>※</sup>
BrO <sub>3</sub>	臭素酸カリウム	1.306
SCN	チオシアン酸カリウム	1.673
HCOO	ギ酸ナトリウム	1.511
CH <sub>3</sub> COO	酢酸ナトリウム	1.389
(COO) <sub>2</sub>	しゅう酸ナトリウム	1.522
(CH <sub>2</sub> COO) <sub>2</sub>	こはく酸	1.017

陽イオン種	使用する化合物名	重量(g)
Li	塩化リチウム	6.107
Na	塩化ナトリウム	2.542
K	塩化カリウム	1.907
NH <sub>4</sub>	塩化アンモニウム	2.965
Mg	塩化マグネシウム・六水和物	8.363
Ca	炭酸カルシウム	2.497
CH <sub>3</sub> NH <sub>3</sub>	塩化メチルアンモニウム	2.174
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	塩化ジメチルアンモニウム	1.809
(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> NH	塩化トリメチルアンモニウム	1.617
CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>3</sub>	塩化エチルアンモニウム	1.809
(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	塩化ジエチルアンモニウム	1.499
(CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> NH	塩化トリエチルアンモニウム	1.359

※正確には、滴定により濃度の値付けが必要です。

## 2. 標準試料の分析

### 2.1 陰イオン

電気伝導度検出器を用いる場合、カラム出口と検出器を直接接続して検出する方式（ノンサプレッサ方式）と前処理装置としてサプレッサを使用する方式の2種類があります。検出方式の違いは、単に使用する溶離液の種類が異なるだけではなく、分離にも大きく影響します。両者を使い分けることで分析の幅が広がります。

#### 2.1.1 一般無機陰イオン

##### ■ Shim-pack IC-SA2

サプレッサ方式で使用する汎用分析用のカラムで、一般的な無機陰イオンの分析に最適です。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器（サプレッサ方式）

##### ■ ピーク成分

1. F : 1 mg/L  
2. Cl : 1 mg/L  
3. NO<sub>2</sub> : 1 mg/L  
4. Br : 1 mg/L  
5. NO<sub>3</sub> : 1 mg/L  
6. PO<sub>4</sub> : 1 mg/L  
7. SO<sub>4</sub> : 1 mg/L

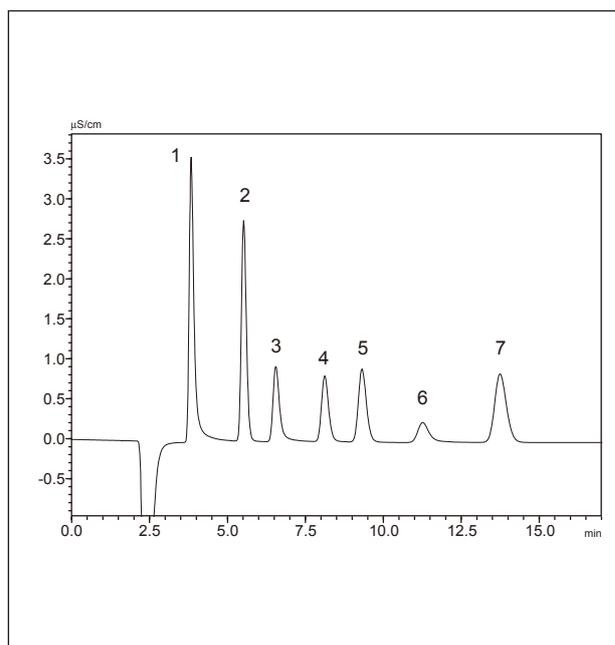


図 2.1 無機陰イオン標準液

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 吸光度検出器 (210 nm)

##### ■ ピーク成分

3. NO<sub>2</sub> : 1 mg/L  
4. Br : 1 mg/L  
5. NO<sub>3</sub> : 1 mg/L

※炭酸系溶離液は210 nm付近の吸光度が低いため、この波長領域で吸収を持つイオン種を吸光度検出器で検出可能です。

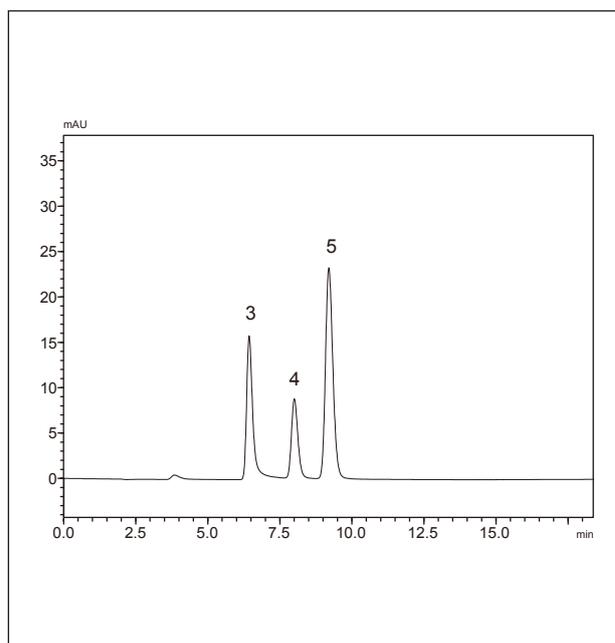


図 2.2 無機陰イオン標準液

## ■ Shim-pack IC-SA3

サプレッサ方式で使用する高分離タイプのカラムで、亜塩素酸イオンや塩素酸イオンの分離ができる水質分析に適したカラムです。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (サプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. F : 2 mg/L
2. ClO<sub>2</sub> : 1 mg/L
3. BrO<sub>3</sub> : 1 mg/L
4. Cl : 10 mg/L
5. NO<sub>2</sub> : 5 mg/L
6. Br : 10 mg/L
7. ClO<sub>3</sub> : 1 mg/L
8. NO<sub>3</sub> : 30 mg/L
9. PO<sub>4</sub> : 15 mg/L
10. SO<sub>4</sub> : 40 mg/L

※炭酸のシステムピークがClとNO<sub>2</sub>の間に溶出します。

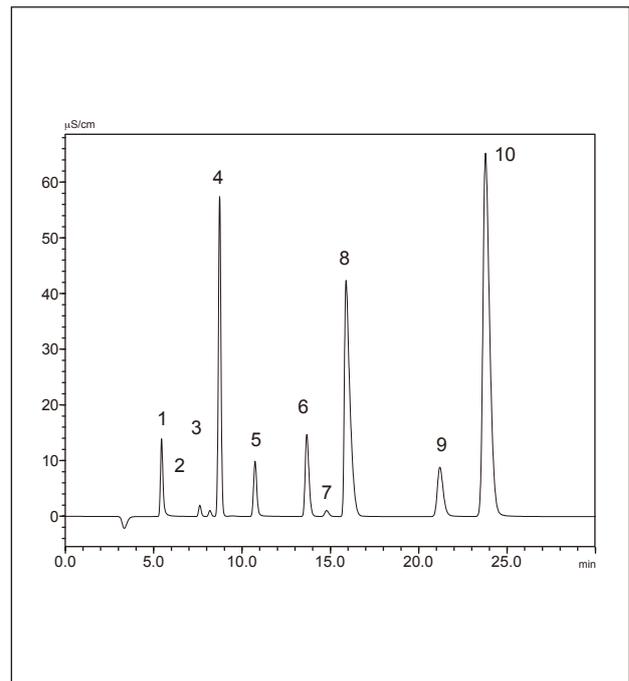


図 2.3 無機陰イオン標準液

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 吸光度検出器 (210 nm)

### ■ ピーク成分

同上

※炭酸系溶離液は210 nm付近の吸光度が低いため、この波長領域で吸収を持つイオン種を吸光度検出器で検出可能です。

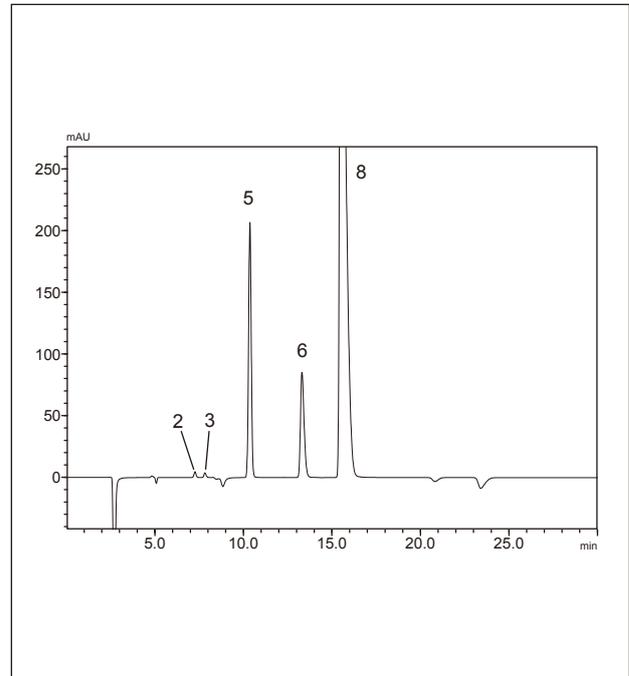


図 2.4 無機陰イオン標準液

### ■ Shim-pack IC-A3

ノンプレッサ方式で使用する高分離タイプの汎用カラムです。溶離液には主に芳香族有機酸水溶液を用います。溶離液自体のバックグラウンド電気伝導度が低く、ベースラインノイズを小さくすることができます。

芳香族有機酸は、紫外部に強い吸収を持つため、間接吸光度法でも、無機陰イオンを分析することが可能です。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub> : 30 mg/L
2. F : 5 mg/L
3. Cl : 10 mg/L
4. NO<sub>2</sub> : 15 mg/L
5. Br : 10 mg/L
6. NO<sub>3</sub> : 30 mg/L
7. SO<sub>4</sub> : 40 mg/L

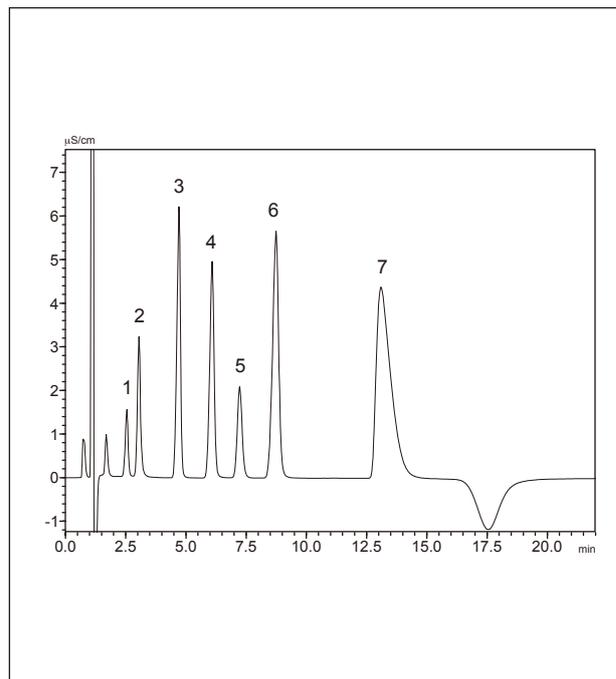


図 2.5 無機陰イオン標準液





## 2.1.2 ハロゲンを含むイオン

弱酸性の有機酸系溶離液を用いた、無機陰イオンとハロゲン化物イオンの一斉分析例です。有機溶媒を溶離液に添加することで疎水性の高いイオン種である、よう化物イオンの溶出位置を調節しています。

### ■ Shim-pack IC-A3

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : A) 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
          B) アセトニトリル  
          A/B = 95/5 (v/v)  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub> : 30 mg/L  
2. F : 5 mg/L  
3. Cl : 10 mg/L  
4. NO<sub>2</sub> : 15 mg/L  
5. Br : 10 mg/L  
6. NO<sub>3</sub> : 30 mg/L  
7. SO<sub>4</sub> : 40 mg/L  
8. I : 40 mg/L

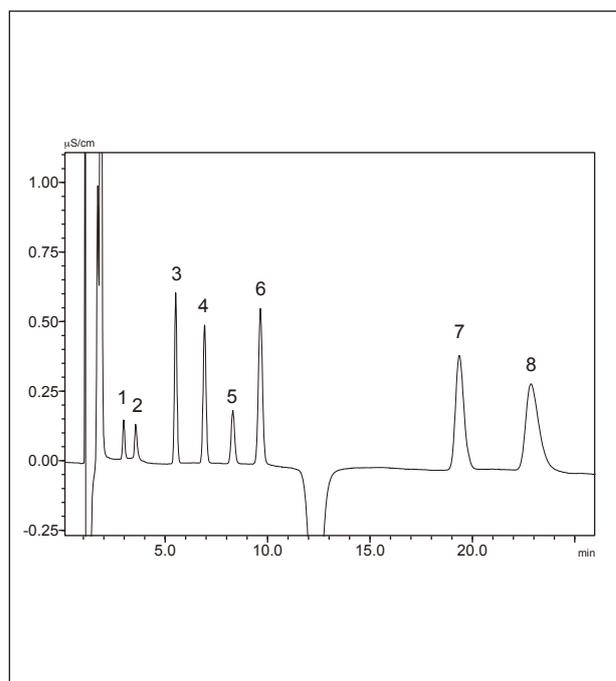


図 2.9 ハロゲン化物イオンの分析

### ■ Shim-pack IC-SA2

弱アルカリ性の炭酸系溶離液を用いた、無機陰イオンとハロゲン化物イオンの一斉分析例です。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 2.5 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. F : 5 mg/L  
2. Cl : 10 mg/L  
3. NO<sub>2</sub> : 15 mg/L  
4. Br : 10 mg/L  
5. NO<sub>3</sub> : 30 mg/L  
6. PO<sub>4</sub> : 30 mg/L  
7. SO<sub>4</sub> : 40 mg/L  
8. I : 10 mg/L

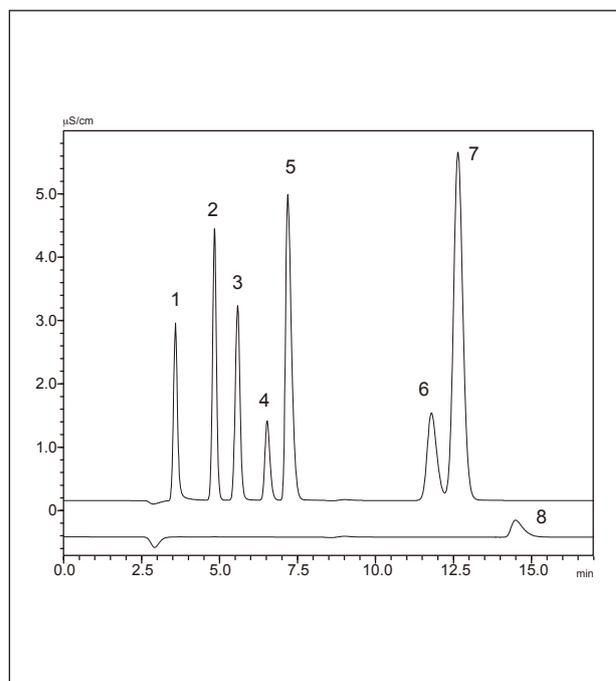


図 2.10 ハロゲン化物イオンの分析

### Shim-pack IC-A3

弱酸性の有機酸系溶離液を用いた、無機陰イオンとテトラフルオロホウ酸イオンの分析例です。

#### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$  : 1 mg/L
2. F : 1 mg/L
3. Cl : 1 mg/L
4.  $\text{NO}_2$  : 1 mg/L
5. Br : 1 mg/L
6.  $\text{NO}_3$  : 1 mg/L
7.  $\text{SO}_4$  : 1 mg/L
8.  $\text{BF}_4$  : 1 mg/L

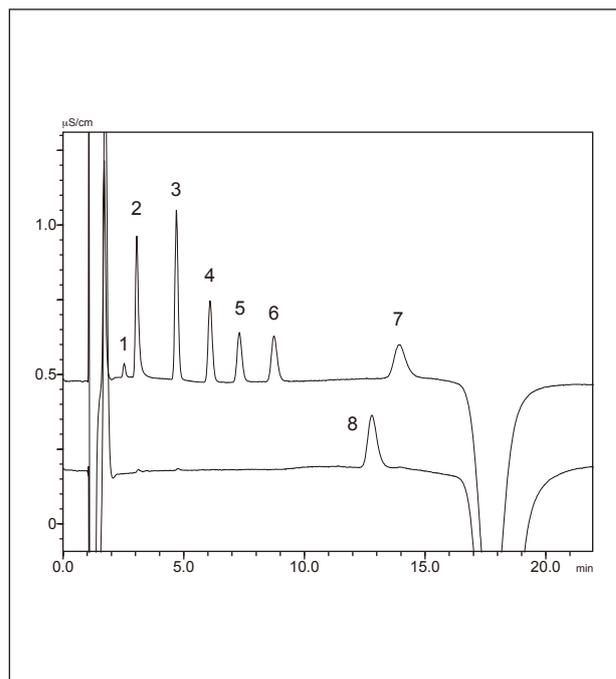


図 2.11 テトラフルオロホウ酸イオン

### Shim-pack IC-SA2

弱アルカリ性の炭酸系溶離液を用いた、無機陰イオンとテトラフルオロホウ酸イオンの分析例です。

#### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ピーク成分

1. F : 1 mg/L
2. Cl : 1 mg/L
3.  $\text{NO}_2$  : 1 mg/L
4. Br : 1 mg/L
5.  $\text{NO}_3$  : 1 mg/L
6.  $\text{PO}_4$  : 1 mg/L
7.  $\text{SO}_4$  : 1 mg/L
8.  $\text{BF}_4$  : 1 mg/L

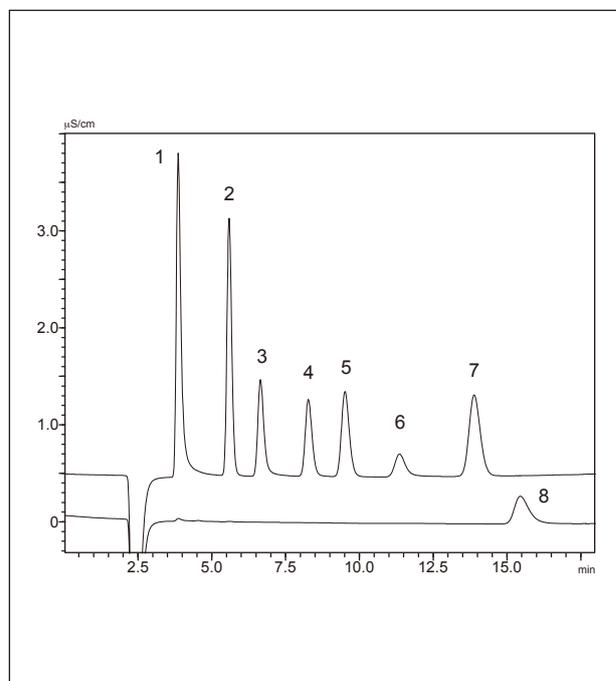


図 2.12 テトラフルオロホウ酸イオン

## ■ Shim-pack IC-A3

弱酸性の有機酸系溶離液を用いたハロゲン酸イオンの分析例です。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$  : 1 mg/L
2. F : 1 mg/L
3. Cl : 1 mg/L
4.  $\text{NO}_2$  : 1 mg/L
5. Br : 1 mg/L
6.  $\text{NO}_3$  : 1 mg/L
7.  $\text{SO}_4$  : 1 mg/L
8.  $\text{IO}_3$  : 10 mg/L
9.  $\text{BrO}_3$  : 10 mg/L
10.  $\text{ClO}_3$  : 10 mg/L

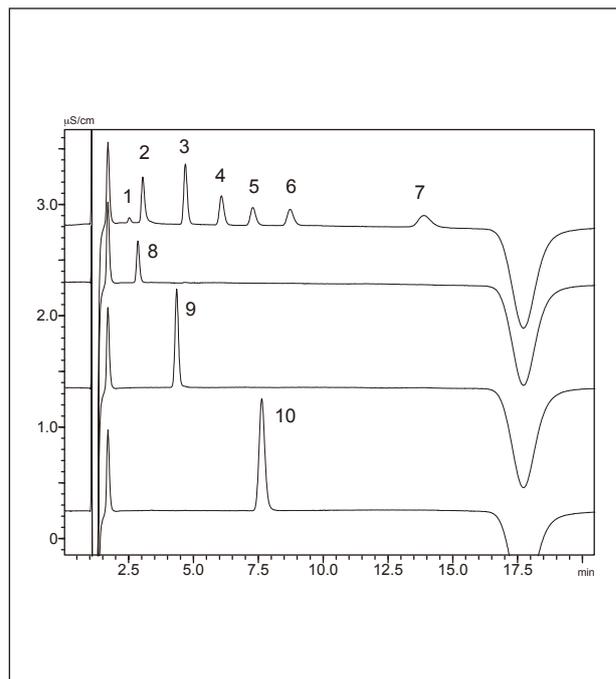


図 2.13 ハロゲン酸イオン

## 2.1.3 有機酸

## ■ Shim-pack IC-A3

弱酸性の有機酸系溶離液を用いたモノカルボン酸イオンとジカルボン酸イオンの分析例です。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
 3.2 mmol/L Bis-tris  
 50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. PO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
2. F	: 1 mg/L
3. Cl	: 1 mg/L
4. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
5. Br	: 1 mg/L
6. NO <sub>3</sub>	: 1 mg/L
7. 酢酸	: 1 mg/L
8. プロピオン酸	: 10 mg/L
9. ざ酸	: 1 mg/L
10. n-酪酸NO <sub>3</sub>	: 10 mg/L
11. n-吉草酸	: 10 mg/L

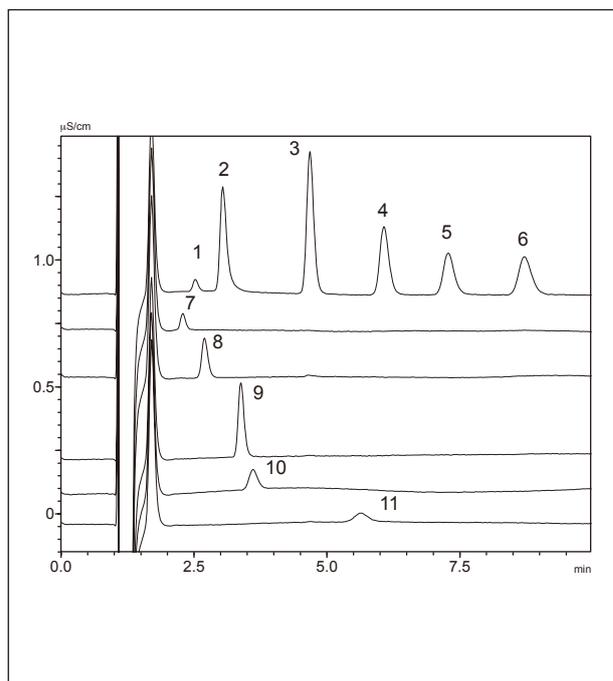


図 2.14 モノカルボン酸

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
 3.2 mmol/L Bis-tris  
 50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. PO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
2. F	: 1 mg/L
3. Cl	: 1 mg/L
4. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
5. Br	: 1 mg/L
6. NO <sub>3</sub>	: 1 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
8. こはく酸	: 10 mg/L
9. マロン酸	: 10 mg/L
10. しゅう酸	: 10 mg/L
11. 酒石酸	: 10 mg/L

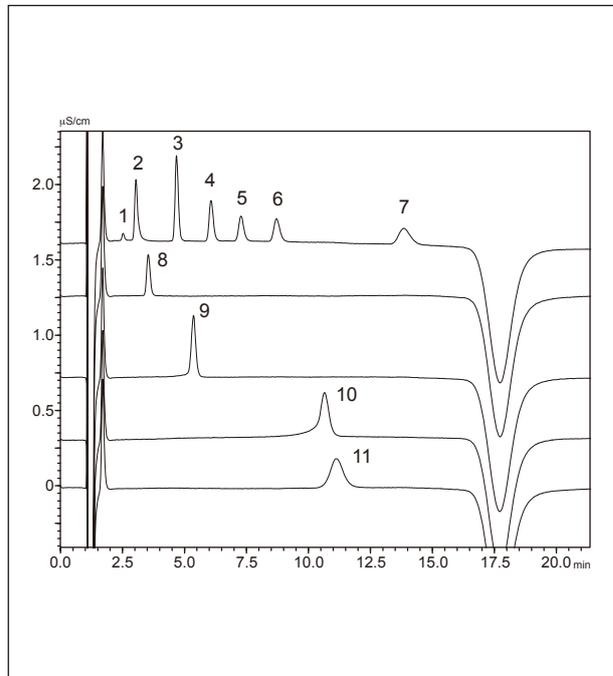


図 2.15 ジカルボン酸

## Shim-pack IC-SA3

弱アルカリ性の炭酸系溶離液を用いたモノカルボン酸イオンとジカルボン酸イオンの分析例です。

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (サブプレッサ方式)

### ピーク成分

1. F	: 1 mg/L
2. Cl	: 1 mg/L
3. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
4. Br	: 1 mg/L
5. 酢酸	: 1 mg/L
6. プロピオン酸	: 10 mg/L
7. ぎ酸	: 1 mg/L
8. n-酪酸	: 10 mg/L

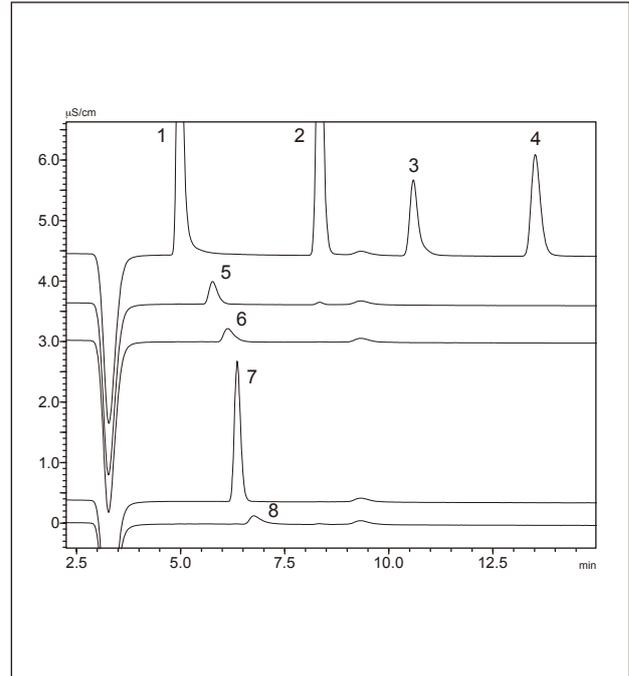


図 2.16 モノカルボン酸

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (サブプレッサ方式)

### ピーク成分

1. F	: 1 mg/L
2. Cl	: 1 mg/L
3. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
4. Br	: 1 mg/L
5. NO <sub>3</sub>	: 1 mg/L
6. PO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
8. マロン酸	: 10 mg/L
9. こはく酸	: 10 mg/L
10. 酒石酸	: 10 mg/L
11. しゅう酸	: 10 mg/L

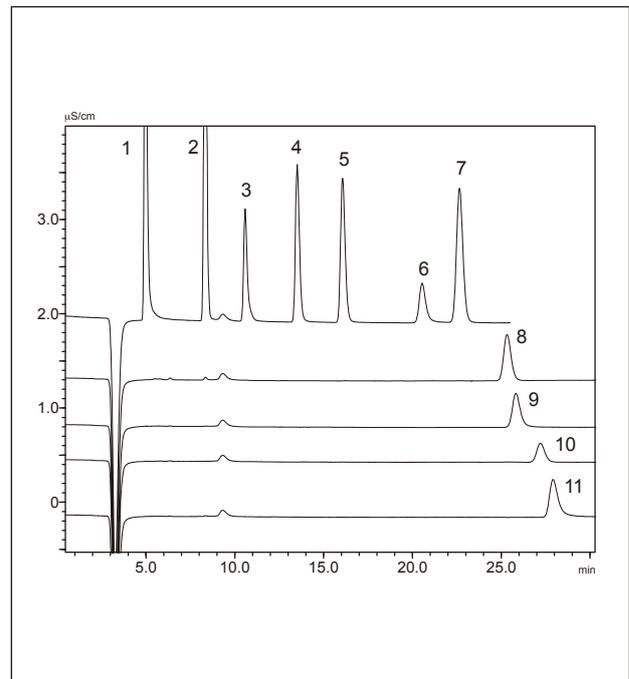


図 2.17 ジカルボン酸

### ■ Shim-pack SCR-102H

有機酸分析システム（ポストカラムpH緩衝化法）によりモノカルボン酸、ジカルボン酸、トリカルボン酸を分析した例です。このシステムでは、有機酸をイオン排除モードで分離しているため、イオン交換モードとは溶出順序が異なります。一般的にpKaの低い有機酸から溶出し、塩化物イオンや硝酸イオンなどの強酸性の陰イオンは保持されません。

有機酸をカラムで分離後、カラムからの溶出液に、ポストカラム法により反応液を添加し、検出器への流入液のpHを有機酸のpKaより高めることで、イオン化を促進し、電気伝導度検出のレスポンスを向上させています。

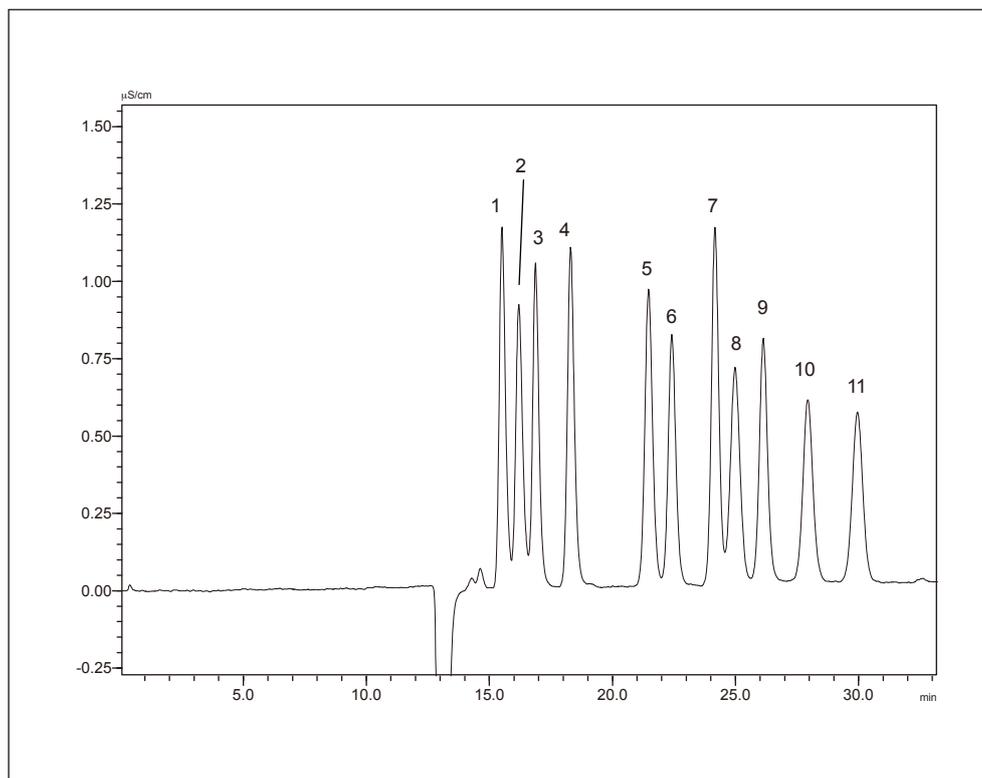


図 2.18 有機酸

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

#### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

#### ■ ピーク成分

1. $\alpha$ ケトグルタル酸	: 36.5 mg/L
2. くえん酸	: 32 mg/L
3. ピルビン酸	: 44 mg/L
4. りんご酸	: 33.5 mg/L
5. こはく酸	: 29.5 mg/L
6. 乳酸	: 45 mg/L
7. ぎ酸	: 23 mg/L
8. フマル酸	: 29 mg/L
9. 酢酸	: 30 mg/L
10. レブリン酸	: 58 mg/L
11. ピログルタミン酸	: 64.5 mg/L

※溶離液に過塩素酸を使用することで、吸光度検出器(210 nm)で検出が可能です。

## 2.1.4 硫黄化合物(チオ硫酸, チオシアン酸, スルファミン酸)

### ■ Shim-pack IC-A3

有機酸系溶離液を用いたチオ硫酸イオンとチオシアン酸イオン分析例です。チオシアン酸イオンはイオン交換の他に、疎水性相互作用が加わるため保持が強くなっています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. PO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
2. F	: 1 mg/L
3. Cl	: 1 mg/L
4. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
5. Br	: 1 mg/L
6. NO <sub>3</sub>	: 1 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
8. チオ硫酸	: 10 mg/L
9. チオシアン酸	: 10 mg/L

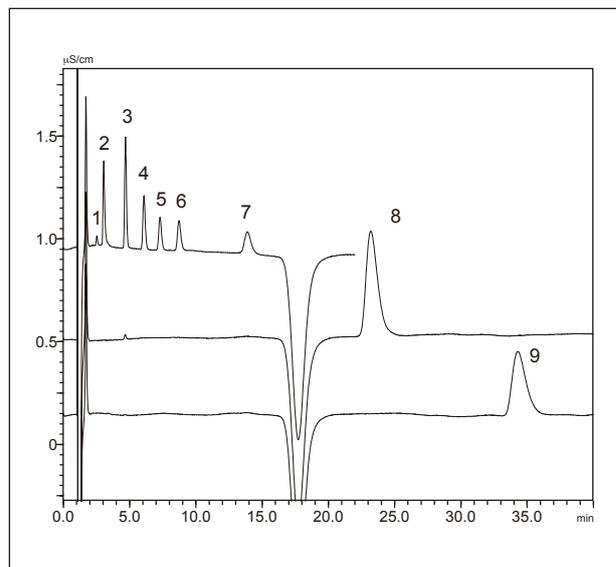


図 2.19 チオ硫酸, チオシアン酸

### ■ Shim-pack IC-SA2

弱アルカリ性の炭酸系溶離液を用いたスルファミン酸の分析例です。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. F	: 1 mg/L
2. Cl	: 1 mg/L
3. NO <sub>2</sub>	: 1 mg/L
4. Br	: 1 mg/L
5. NO <sub>3</sub>	: 1 mg/L
6. PO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 1 mg/L
8. スルファミン酸	: 1 mg/L

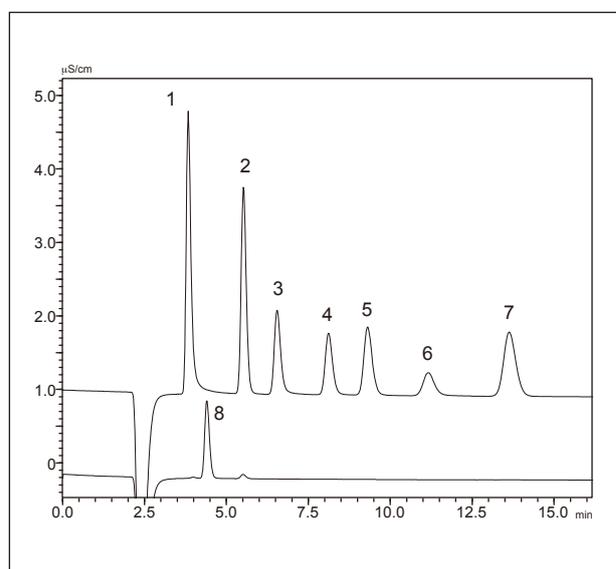


図 2.20 スルファミン酸

### 2.1.5 硫黄化合物(亜硫酸)

#### ■ Shim-pack IC-A3 (ポストカラム誘導体化法)

亜硫酸イオンは、容易に酸化されて硫酸イオンに変化するため正確な定量が困難とされる成分です。ここでは、亜硫酸イオンを、あらかじめホルムアルデヒドと反応させて、化学的に安定なヒドロキシメタンスルホン酸に誘導体化させた後に、陰イオン交換カラムで分離し検出した例を紹介します。

検出は、オルトフタルアルデヒドおよび第一アミンの存在下でポストカラム反応させて蛍光検出する方法で、精度・感度ともに優れたデータを得ることが可能です。

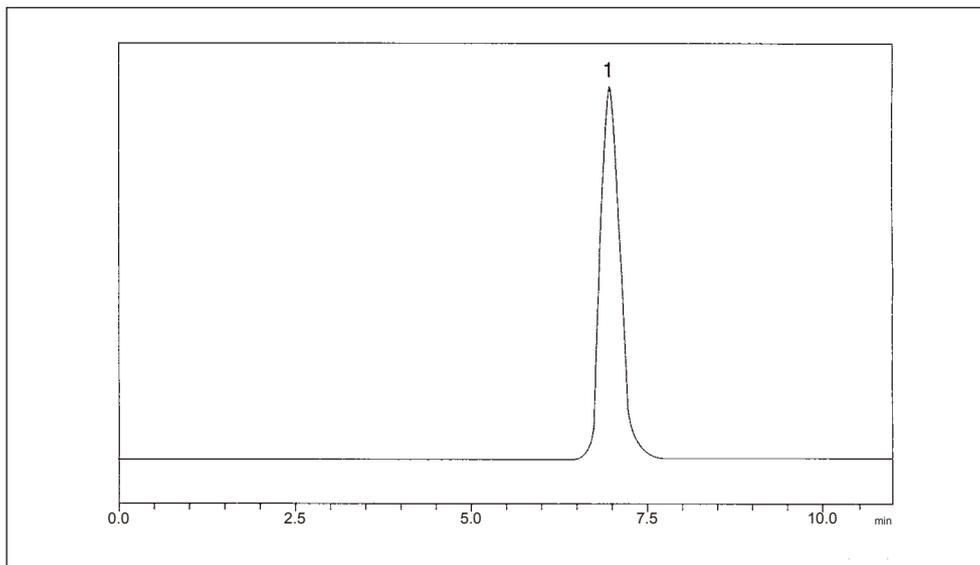


図 2.21 亜硫酸イオン (誘導体化)

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 10 mmol/L くえん酸(アンモニウム)緩衝液 (pH 3.2)  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$  L  
 温度 : 50  $^{\circ}$ C

#### ■ ポストカラム反応

反応液 : (A) 10 mmol/L *o*-フタルアルデヒドメタノール溶液  
 (B) 200 mmol/L ほう酸ナトリウム緩衝液 (pH9.1)  
 (A) / (B) = 1/4 (v/v)  
 流量 : 0.5 mL/min  
 温度 : 配管部品J  
 反応部 : 50  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 蛍光検出器 Ex=320 nm Em=390 nm

#### ■ 試料前処理

10 mmol/L ホルムアルデヒドを含む 10 mmol/L くえん酸(アンモニウム)緩衝液 (pH4.4) と混合

#### ■ ピーク成分

1. 亜硫酸イオン : 1 mg/L

## ■ Shim-pack IC-SA2 (電気伝導度検出)

亜硫酸イオンを陰イオン交換モードで分離した後に、電気伝導度検出した例を紹介します。  
溶離液にアセトンを追加することにより、亜硫酸の溶出位置を調節しています。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : (A) 4 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          1 mmol/L 炭酸ナトリウム  
          (B) アセトン  
          (A) / (B) = 95/5 (v/v)  
流量 : 1.5 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. 亜硫酸 : 約 8 mg/L
2.  $\text{SO}_4$  : 約 2 mg/L

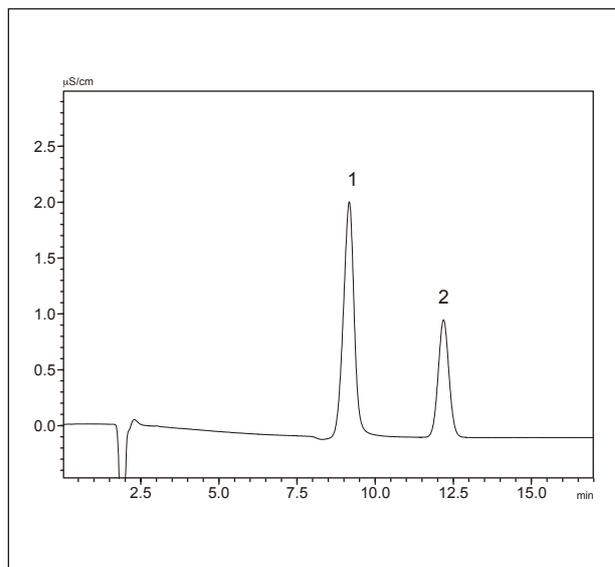


図 2.22 亜硫酸イオン (直接 CDD 検出)

## ■ Shim-pack IC-SA2 (吸光度検出)

亜硫酸イオンは硫酸イオンと異なり、短波長のUV領域に吸収を持ちます。  
この特性を利用して吸光度検出器で分析した例です。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : (A) 4 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          1 mmol/L 炭酸ナトリウム  
          (B) アセトン  
          (A) / (B) = 95/5 (v/v)  
流量 : 1.5 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 吸光度検出器(210 nm)

### ■ ピーク成分

1. 亜硫酸 : 約 8 mg/L

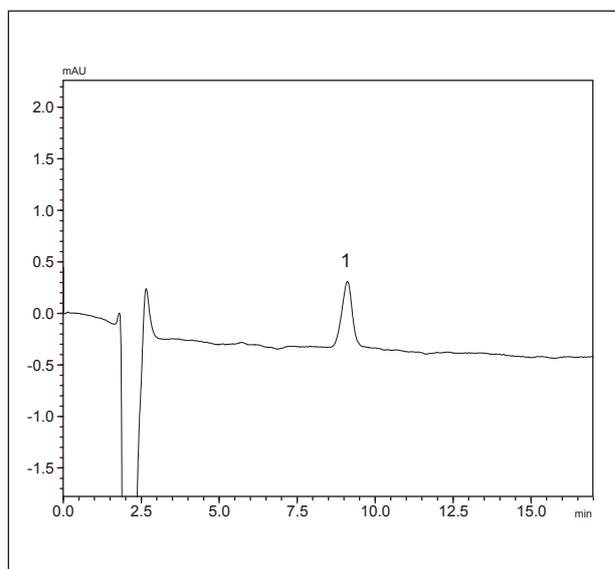


図 2.23 亜硫酸イオン (直接 UV 検出)

## 2.1.6 セレンを含むイオン

弱酸性の有機酸系溶離液を用いたセレンの形態別分析例です。亜セレン酸 (4価:  $\text{SeO}_3$ ) とセレン酸 (6価:  $\text{SeO}_4$ ) を陰イオン交換モードで分離し、電気伝導度検出しています。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu\text{L}$   
 温度 : 40  $^{\circ}\text{C}$   
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$  : 1 mg/L  
 2. F : 1 mg/L  
 3. Cl : 1 mg/L  
 4.  $\text{NO}_2$  : 1 mg/L  
 5. Br : 1 mg/L  
 6.  $\text{NO}_3$  : 1 mg/L  
 7.  $\text{SO}_4$  : 1 mg/L  
 8. 亜セレン酸 : 10 mg/L  
 9. セレン酸 : 10 mg/L

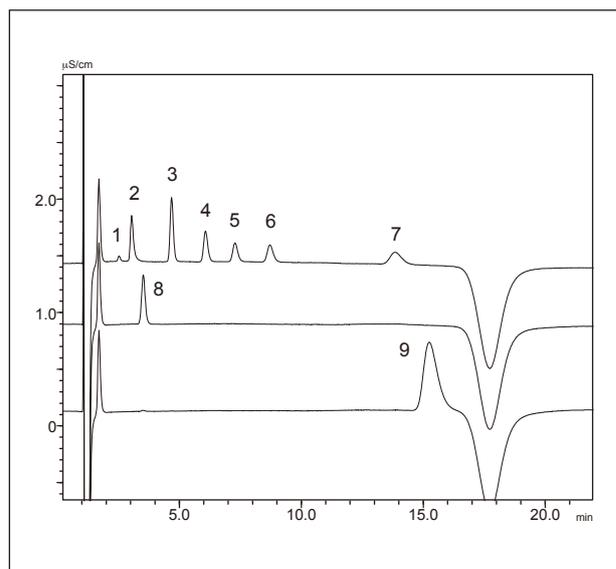


図 2.24 セレン酸, 亜セレン酸

弱アルカリ性の炭酸系溶離液を用いたセレンの形態別分析例です。サプレッサ方式の溶離液条件では、UV 検出も可能で、電気伝導度検出と同等の感度で分析できます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu\text{L}$   
 温度 : 30  $^{\circ}\text{C}$   
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. F : 1 mg/L  
 2. Cl : 1 mg/L  
 3.  $\text{NO}_2$  : 1 mg/L  
 4. Br : 1 mg/L  
 5.  $\text{NO}_3$  : 1 mg/L  
 6.  $\text{PO}_4$  : 1 mg/L  
 7.  $\text{SO}_4$  : 1 mg/L  
 8. 亜セレン酸 : 10 mg/L  
 9. セレン酸 : 10 mg/L

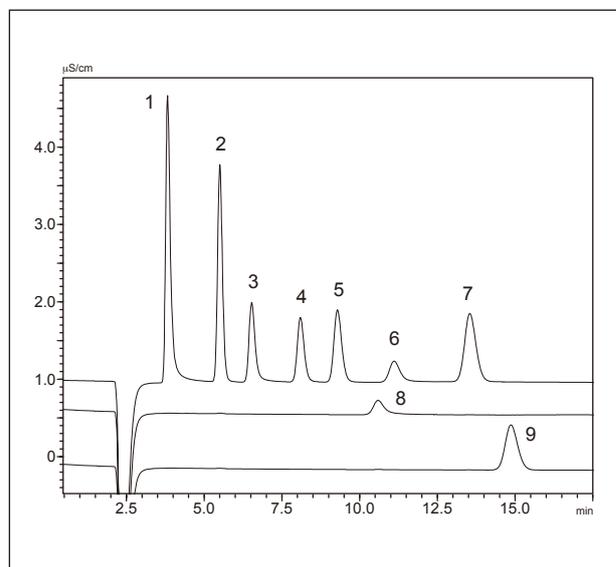


図 2.25 セレン酸, 亜セレン酸

## 2.1.7 保持の強いイオン種

### ■ クロム酸・チオシアン酸・過塩素酸

クロム酸 (6価)イオンなどの比較的保持の強い成分を弱アルカリ性の炭酸系溶離液を溶離液に用いて分析した例です。溶出力を上げるために溶離液中の炭酸ナトリウムの濃度を高くしています。過塩素酸とチオシアン酸なども同じ条件で分析できます。また、一般的な無機陰イオンの分離も良く、これらのイオン種との一斉分析も可能です。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. F	: 0.5 mg/L
2. Cl	: 1 mg/L
3. NO <sub>2</sub>	: 1.5 mg/L
4. Br	: 1 mg/L
5. NO <sub>3</sub>	: 3 mg/L
6. PO <sub>4</sub>	: 3 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 4 mg/L
8. クロム酸	: 10 mg/L
9. チオシアン酸	: 10 mg/L
10. 過塩素酸	: 10 mg/L

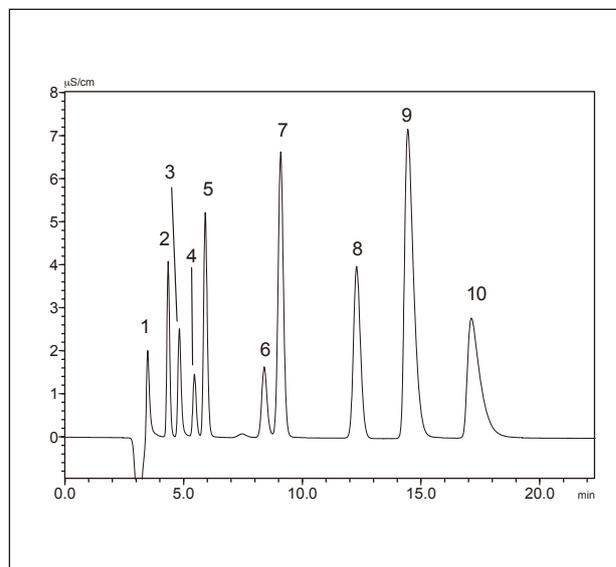


図 2.26 クロム酸, チオシアン酸, 過塩素酸

※炭酸システムピークが7.5分付近に溶出します。

くえん酸はトリカルボン酸であるため、アルカリ性の溶離液条件では保持が強くなります。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 6.0 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ ピーク成分

1. F	: 0.5 mg/L
2. Cl	: 1 mg/L
3. NO <sub>2</sub>	: 1.5 mg/L
4. Br	: 1 mg/L
5. NO <sub>3</sub>	: 3 mg/L
6. PO <sub>4</sub>	: 3 mg/L
7. SO <sub>4</sub>	: 4 mg/L
8. くえん酸	: 10 mg/L

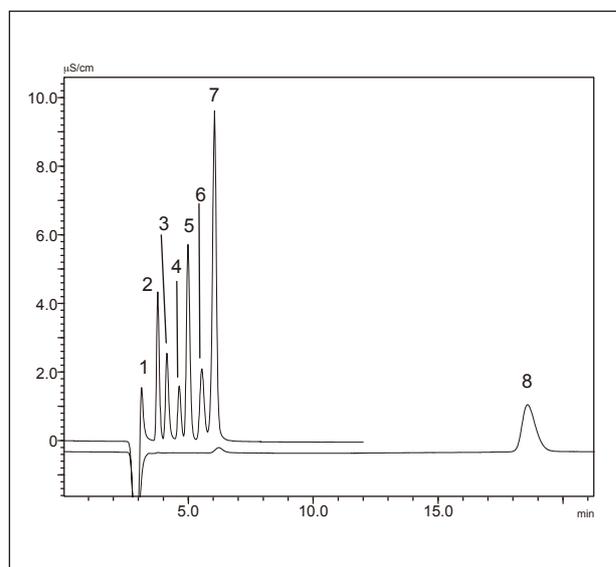


図 2.27 くえん酸

※炭酸システムピークが硫酸イオン付近に溶出します。

## 2.2 陽イオン

## 2.2.1 一般無機陽イオン

## ■ Shim-pack IC-C4

## ① 標準分析条件

Shim-pack IC-C4はイオン交換基としてカルボキシル基を導入した陽イオン分析用の汎用カラムで、溶離液組成のアレンジが容易なノンサプレッサ方式の検出に適したカラムです。ナトリウムとアンモニウムイオンを分離良く分析できます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. Li : 0.5 mg/L
2. Na : 2 mg/L
3.  $\text{NH}_4$  : 2 mg/L
4. K : 5 mg/L
5. Mg : 5 mg/L
6. Ca : 5 mg/L

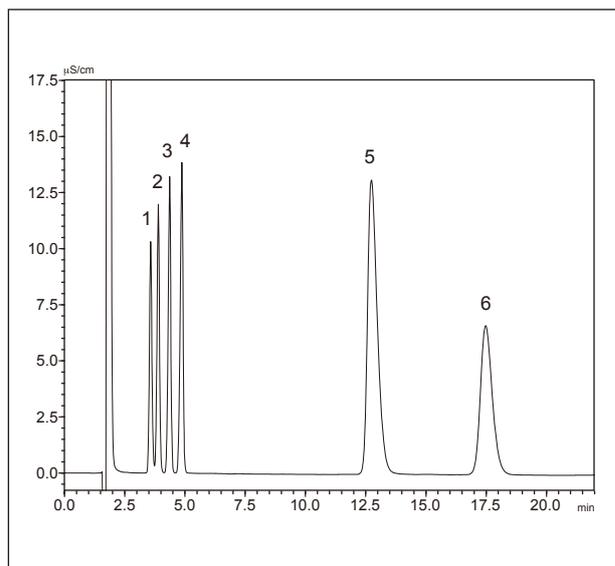


図 2.28 無機陽イオン

図2.28のアンモニウムイオン付近を拡大したクロマトグラムです。

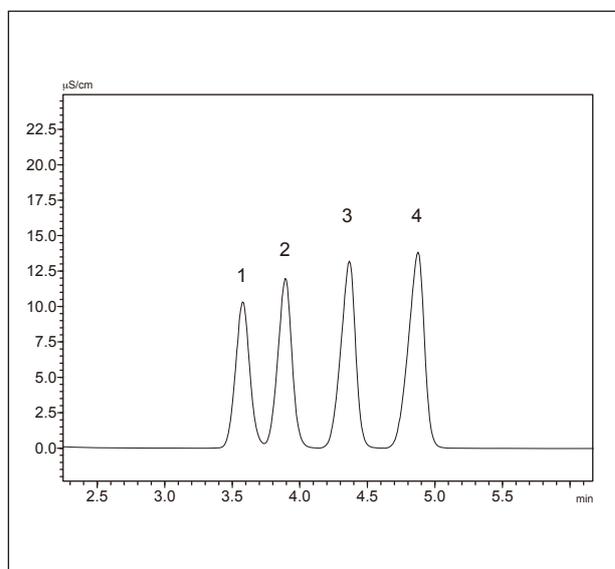


図 2.29 無機陽イオン

## ② ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの高分離条件

アンモニウムイオンと包接作用を持つ18-クラウン-6を溶離液に添加することにより、ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの分離を改善することができます。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 3.0 mmol/L しょう酸  
          5.0 mmol/L 18-クラウン-6  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. Li : 0.5 mg/L  
2. Na : 2 mg/L  
3. NH<sub>4</sub> : 2 mg/L  
4. Mg : 5 mg/L  
5. K : 5 mg/L  
6. Ca : 5 mg/L

※ 18-クラウン-6の添加について

- 1) 通常1～5 mmol/L程度の範囲でNH<sub>4</sub>、Kの溶出位置を調節します。
- 2) 水道水分析の場合、1～1.5 mmol/L程度で十分な分離改善が得られます。
- 3) 添加量を多くするとKの溶出位置が大きく変化します。

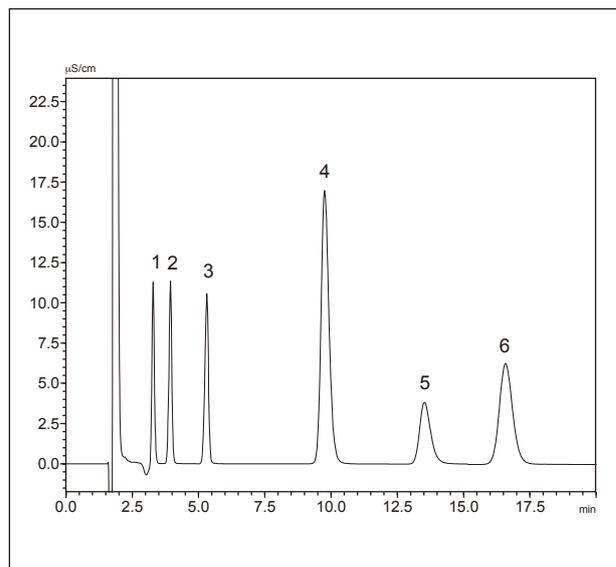


図 2.30 無機陽イオン

ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの濃度比が1000倍の試料を分析した例です。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 3.0 mmol/L しょう酸  
          5.0 mmol/L 18-クラウン-6  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. Na : 20 mg/L  
2. NH<sub>4</sub> : 0.02 mg/L

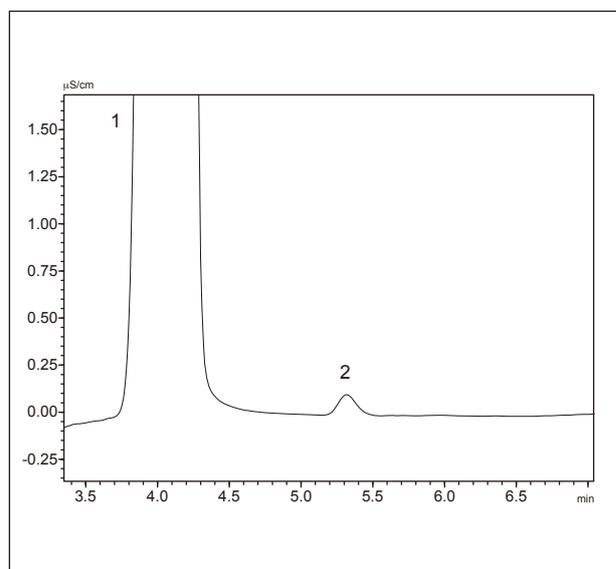


図 2.31 ナトリウムとアンモニウムイオン

## ③ 遷移金属イオンと無機陽イオンの一斉分析

ニッケルや亜鉛イオンなどの遷移金属イオンは、ジカルボン酸と錯体を形成するものがあります。錯体が安定に存在する溶離液条件の場合には、見かけ上の価数が変化するため、遷移金属イオン単体の場合の溶出位置とは異なる位置に溶出します。この作用を用いて、分離を制御することができます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : A) 2.5 mmol/L しゅう酸  
           B) 2.5 mmol/L メタンスルホン酸  
           A) / B) = 6/4(v/v)  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. Li : 0.5 mg/L
2. Na : 2 mg/L
3. NH<sub>4</sub> : 2 mg/L
4. K : 5 mg/L
5. Mg : 5 mg/L
6. Ca : 5 mg/L
7. Ni : 10 mg/L
8. Zn : 10 mg/L
9. Fe(II) : 10 mg/L

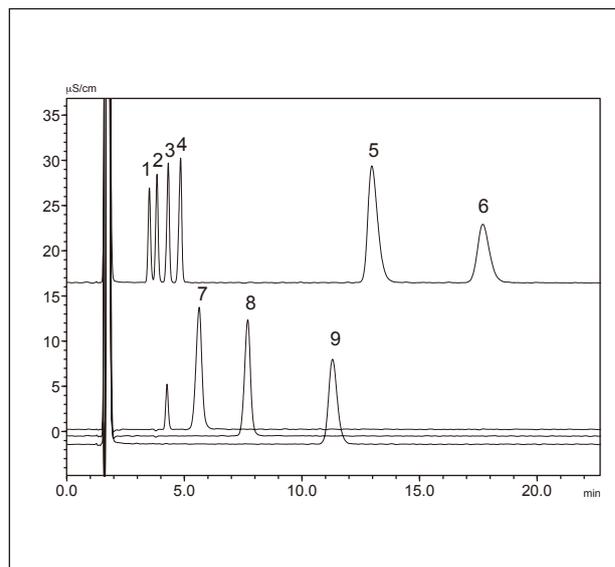


図 2.32 遷移金属イオン

## ■ Shim-pack IC-SC1

Shim-pack IC-SC1はスルホン酸基をイオン交換基として導入した強陽イオン交換カラムです。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SC1  
 溶離液 : 3 mmol/L 硫酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ ピーク成分

1. Li : 0.5 mg/L
2. Na : 2 mg/L
3. NH<sub>4</sub> : 2 mg/L
4. K : 5 mg/L
5. Mg : 5 mg/L
6. Ca : 5 mg/L

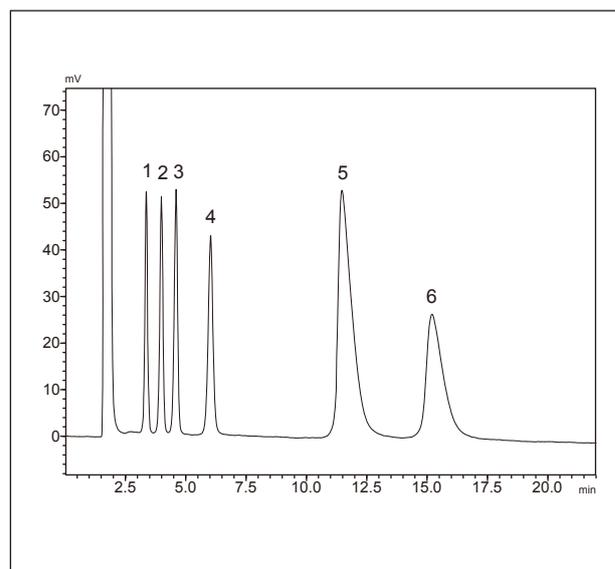


図 2.33 無機陽イオン

## 2.2.2 アルミニウムイオン

オンカラム誘導体化法を用いたアルミニウムイオンの分析例です。

8-ヒドロキシキノリン (8-キノリノール)はアルミニウムイオンとモル比3:1で発蛍光性のキレートを形成します。このキレート形成の反応速度は十分に速く、また8-ヒドロキシキノリン自体は自然蛍光を発しないため、あらかじめ溶離液に添加し、試料注入後、カラム到達までの流路内で誘導体化反応を行わせ、分離、検出するオンカラム誘導体化法による検出が可能です。キレート生成反応が装置内で行われるため、前処理による試料の汚染や誤差、人為的なミスを抑えることができます。

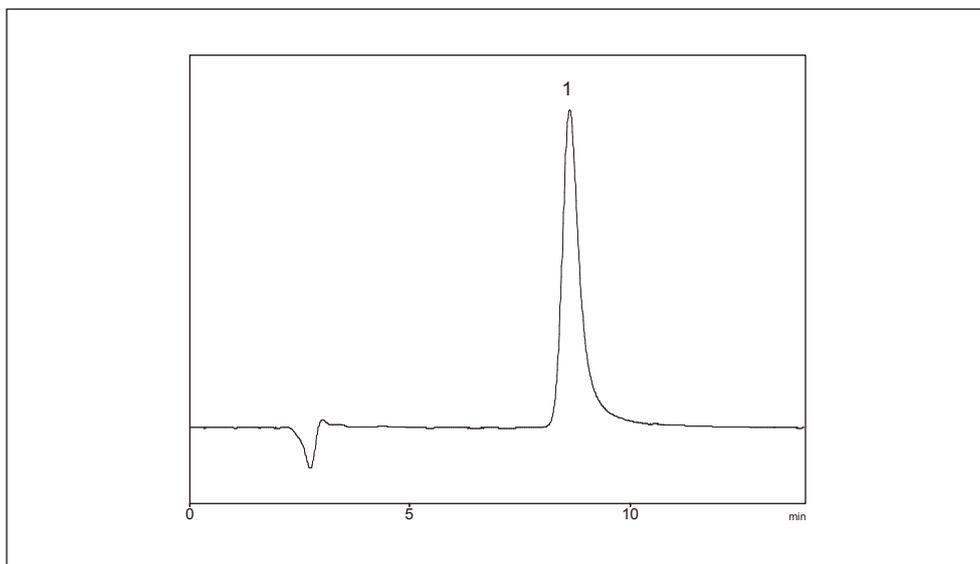


図 2.34 アルミニウムイオン

### ■ 分析条件

カラム : Shodex Asahipak ODP-50  
溶離液 : A) 12 mmol/L 8-ヒドロキシキノリンを含むアセトニトリル溶液  
          B) 100 mmol/L (過塩素酸) イミダゾール緩衝液(参考pH7.1)  
          A/B=4/6 (v/v)  
流 量 : 0.6 mL/min  
注入量 : 20  $\mu$  L  
温 度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 蛍光検出器 (Ex : 380 nm, Em : 520 nm )

### ■ ピーク成分

1. Al : 0.05 mg/L

### 2.3 シアン化物イオン，塩化シアン

シアンは水質基準が設定されており（厚生労働省令第101号），その基準値はシアン化物イオンと塩化シアンの合計値で0.01mg/Lとされています。検査法も告示（厚生労働省告示第261号）されています。シアン化物イオンと塩化シアンをイオン排除カラムによりシアン化物イオン，塩化シアンを分離後，4-ピリジンカルボン酸-ピラズロン法によるポストカラム誘導体化法を用い，可視638 nmで検出することになっています。ここでは，この検査方法に準拠したシアン分析システムによる分析例を紹介します。

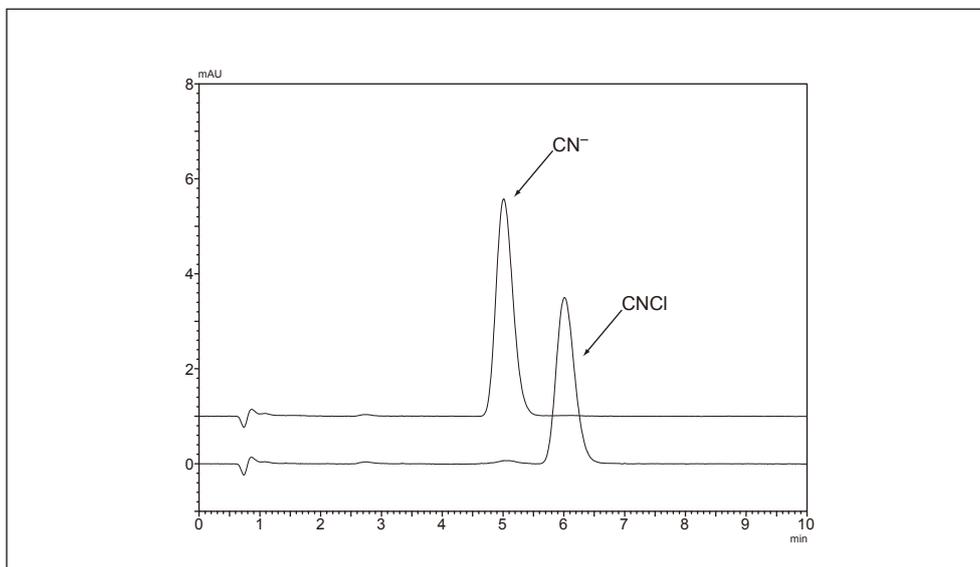


図 2.35 シアン，塩化シアン

#### ■ 分析条件

カラム：Shim-pack Amino-Na  
 溶離液：10 mmol/L 酒石酸ナトリウム緩衝液  
 流量：0.6 mL/min  
 温度：40 °C  
 注入量：100  $\mu$ L

#### ■ ポストカラム反応

第一反応液：1.80 mmol/L クロラミン T を含む 100 mmol/L リン酸緩衝液  
 流量：0.5 mL/min.  
 反応温度：40 °C (カラムオープン)

第二反応液：14.4 mmol/L 1-フェニル-3-メチル-5-ピラズロンと  
 48.3 mmol/L 4-ピリジンカルボン酸ナトリウムを含む混合溶液  
 流量：0.5 mL/min.  
 反応温度：100 °C (化学反応槽)

反応部：シアン配管キット  
 検出器：UV-VIS 検出器 (638 nm)

#### ■ ピーク成分

1.  $\text{CN}^-$  : 0.010 mg/L
2.  $\text{CNCl}$  : 0.010 mg/L

## 2.4 臭素酸イオン

臭素酸イオンは水質基準が設定されており（厚生労働省令第101号）、その基準値は0.01 mg/Lとされています。検査法も告示（厚生労働省告示第261号）されています。臭素酸イオンをイオン交換カラムで分離した後、三臭素イオン法によるポストカラム誘導体化法を用い紫外268 nmで検出します。

ここでは、この検査方法に準拠した臭素酸分析システムによる分析例を紹介します。

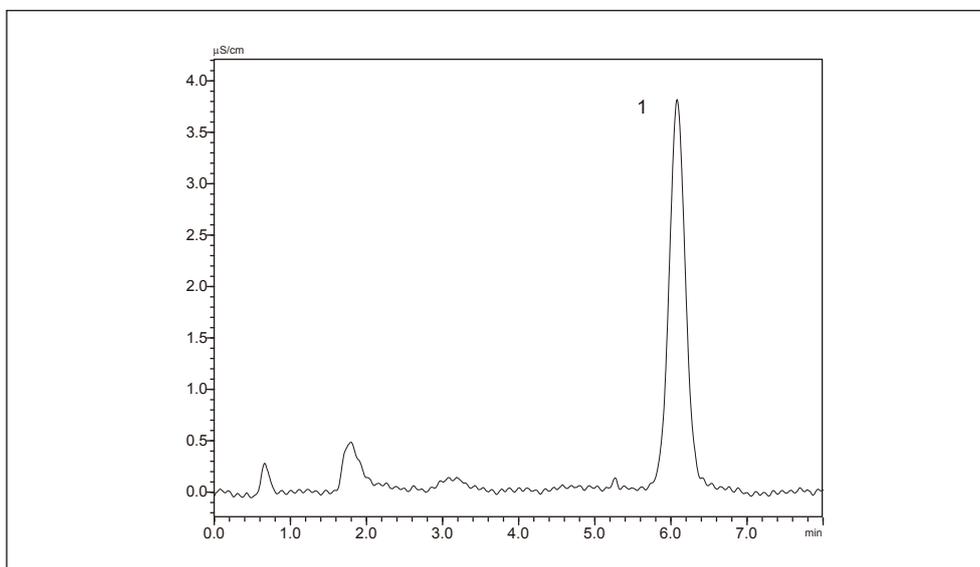


図 2.36 臭素酸

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-Bromate  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸ナトリウム / 0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流 量 : 1.0 mL/min.  
温 度 : 40 °C  
注入量 : 200 μ L

### ■ ポストカラム反応

第一反応液 : 1.5 mol/L 臭化カリウムを含む1 mol/L 硫酸溶液  
流 量 : 0.4 mL/min.  
反応温度 : 40 °C(カラムオープン)

第二反応液 : 1.2 mmol/L 亜硝酸ナトリウム  
流 量 : 0.2 mL/min.  
反応温度 : 40 °C(カラムオープン)

反 応 部 : 臭素酸配管キット  
検 出 器 : 吸光度検出器 (268 nm)

### ■ ピーク成分

1. BrO<sub>3</sub> : 0.010 mg/L

## 2.5 大容量注入による微量イオン分析

イオン濃度が低い場合、注入量を500  $\mu$ L ~ 1mL程度まで多くすることにより、微量成分の分析を行うことが可能となります。ここでは1000  $\mu$ L注入による陰イオンの分析例を紹介します。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 1000  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

### ■ ピーク成分

1. F : 0.010 mg/L
2. Cl : 0.010 mg/L
3. NO<sub>2</sub> : 0.010 mg/L
4. Br : 0.010 mg/L
5. NO<sub>3</sub> : 0.010 mg/L
6. PO<sub>4</sub> : 0.010 mg/L
7. SO<sub>4</sub> : 0.010 mg/L

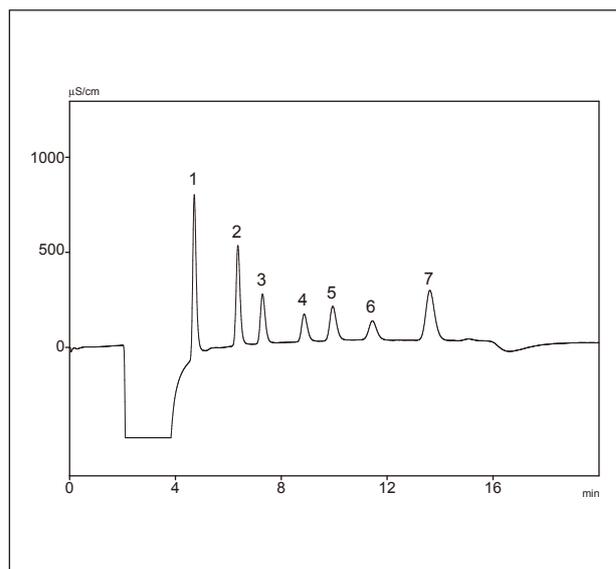


図 2.37 無機陰イオン

# 3. 応用分析例

## 3.1 環境科学

### 3.1.1 河川水の分析

生活排水汚染物質の流入による河川や湖沼の富栄養化が進み、魚介類のへい死問題まで発展しています。りん酸イオン、亜硝酸イオンや硝酸イオンなどの無機イオンは原因物質の一つであり、その濃度が汚染状態の指標ともなります。

#### ■ Shim-pack IC-SA3

吸光度検出器は、塩化物イオンを含む試料の中で、極く低濃度の亜硝酸イオンを塩化物イオンの影響なく分析できることが分かります。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)  
UV-VIS検出器(210nm)

#### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
4. Br
5. ClO<sub>3</sub>
6. NO<sub>3</sub>
7. SO<sub>4</sub>

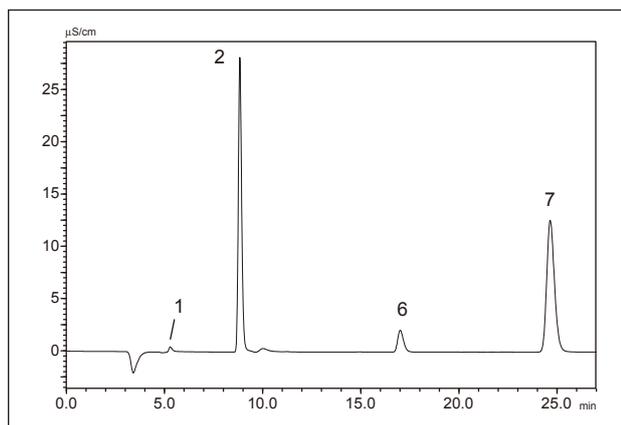


図 3.1 河川水 A

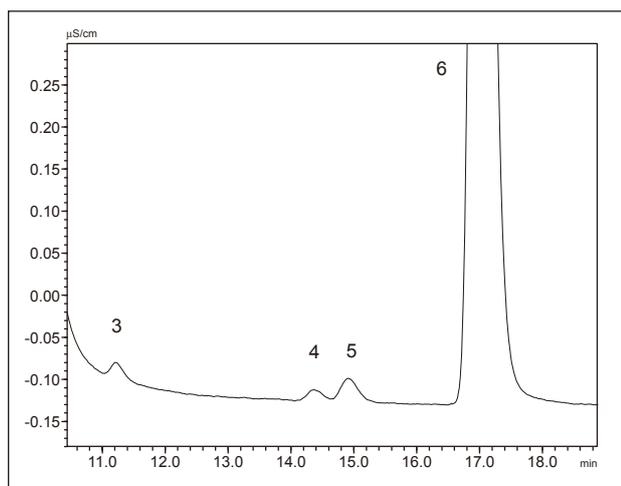


図 3.2 河川水 A (拡大)

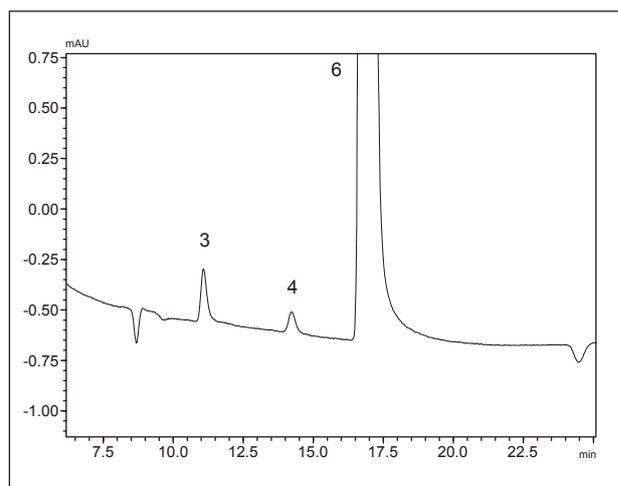


図 3.3 河川水 A (UV-VIS 検出器 210 nm)

## ■ Shim-pack IC-A3

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
4. NO<sub>3</sub>
5. SO<sub>4</sub>

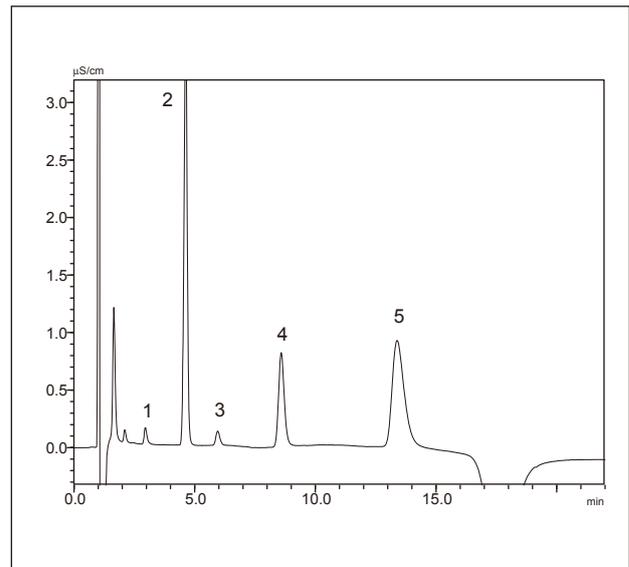


図 3.4 河川水 B

## ■ Shim-pack IC-C4

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

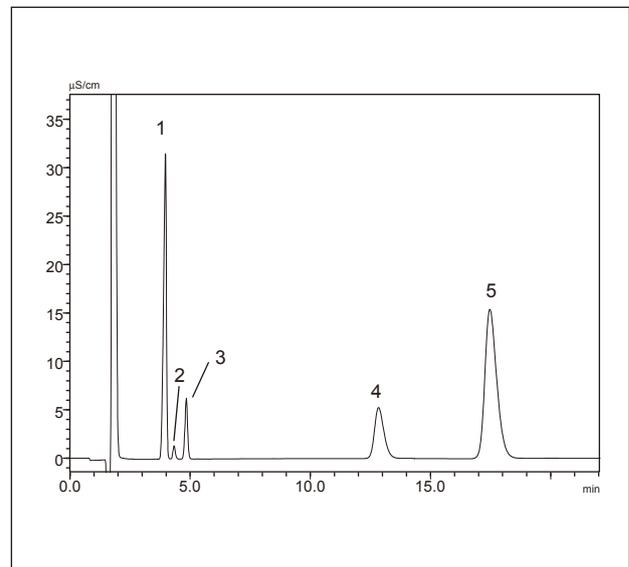


図 3.5 河川水 C

### 3.1.2 湖沼水の分析

湖沼は閉鎖性の水域であるため水質汚濁物質が蓄積し易い性質を持っています。また、一度蓄積されると元に戻り難いため、河川や海域に比べて環境基準の達成状況が悪い結果となっています。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
4. Br
5. NO<sub>3</sub>
6. PO<sub>4</sub>
7. SO<sub>4</sub>

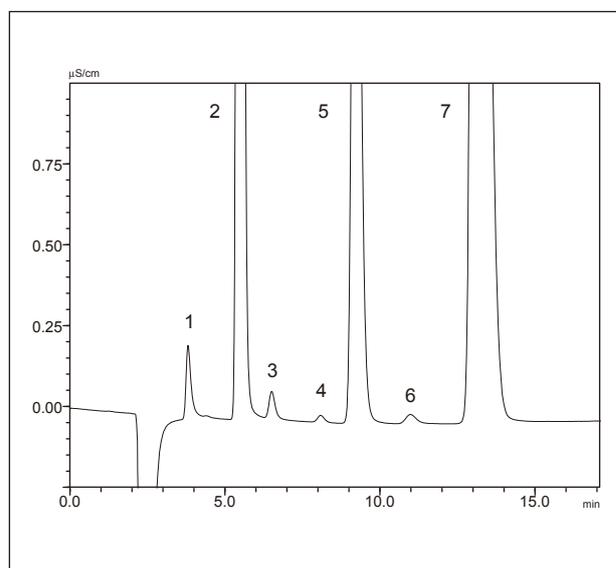


図 3.6 湖沼水 A

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

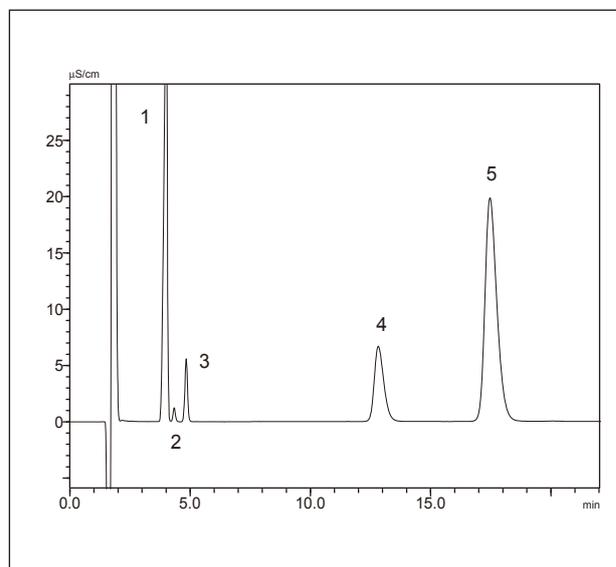


図 3.7 湖沼水 B

### 3.1.3 水道水の分析(陰イオン・陽イオン)

イオンクロマトグラフィーによる水道水分析においては、種々のイオン種に水質基準が設定されています。また、亜硝酸態窒素は水質管理目標設定項目にも設定されており、その目標値は0.05 mg/Lとされています。

#### ■ Shim-pack IC-SA3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3.  $\text{ClO}_3$
4.  $\text{NO}_3\text{-N}$
5.  $\text{SO}_4$

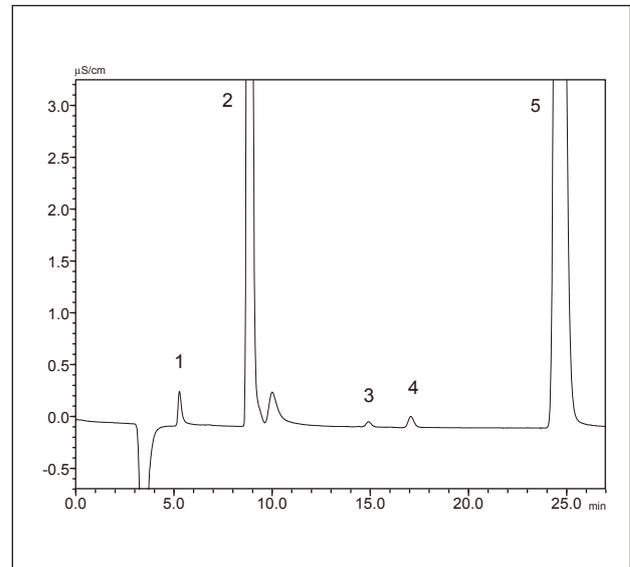


図 3.8 水道水 A

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 吸光度検出器(210 nm)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

4.  $\text{NO}_3\text{-N}$

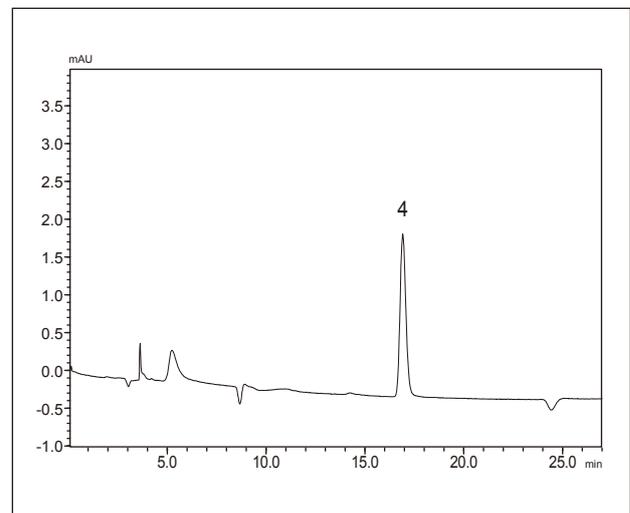


図 3.9 水道水 A

## Shim-pack IC-SA2

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>-N: 0.005 mg/L (標準添加)
4. NO<sub>3</sub>-N
5. SO<sub>4</sub>

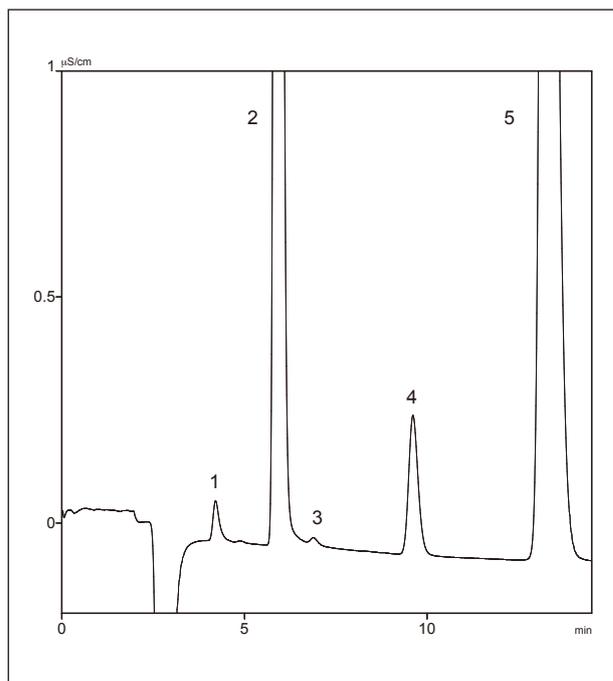


図 3.10 水道水 B

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 吸光度検出器(210 nm)

### 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. NO<sub>2</sub>-N: 0.005 mg/L (標準添加)
2. NO<sub>3</sub>-N

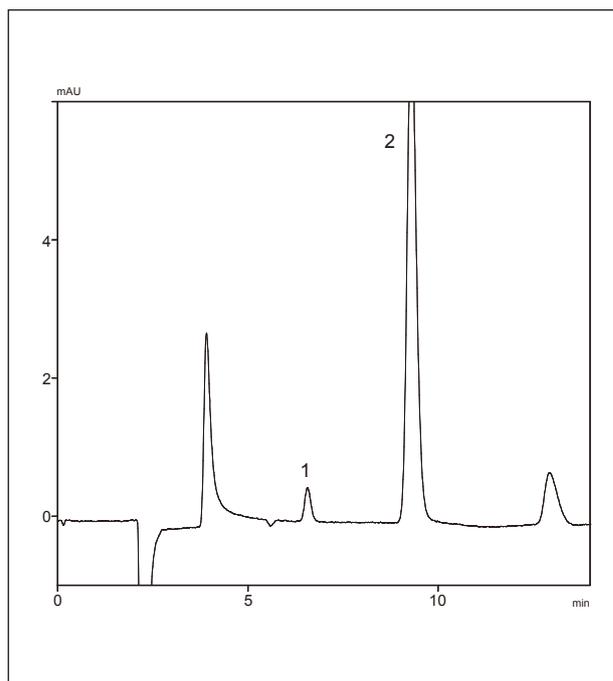


図 3.11 水道水 B

※上記の分析条件では塩素酸イオンと臭化物イオンが分離できません。

## Shim-pack IC-A3

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. F
3. Cl
4. NO<sub>2</sub>
5. NO<sub>3</sub>
6. SO<sub>4</sub>

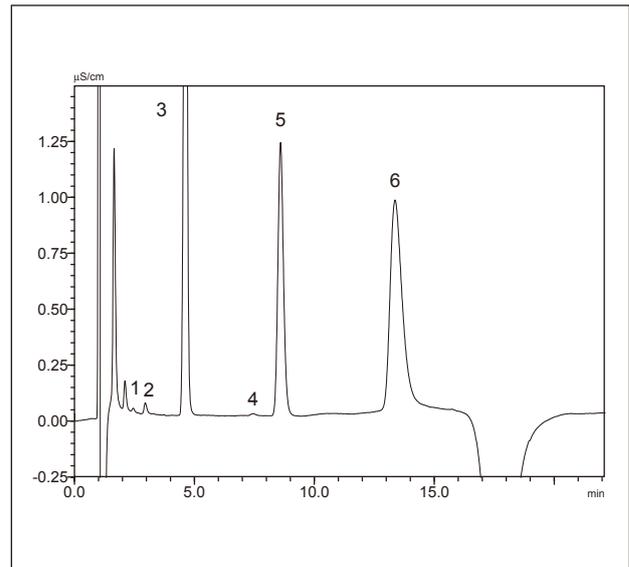


図 3.12 水道水 C

## Shim-pack IC-C4

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. Na
2. K
3. Mg
4. Ca

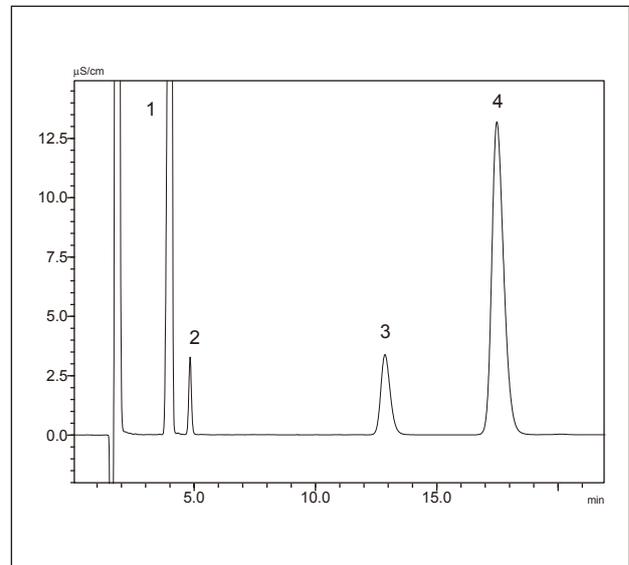


図 3.13 水道水 D

## ■ Shim-pack IC-Bromate

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-Bromate  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流 量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 200  $\mu$ L  
温 度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液1 : 1.5 mol/L KBrを含む  
          1 mol/L 硫酸水溶液  
流 量 : 0.4 mL/min  
温 度 : 40  $^{\circ}$ C(カラムオープン使用)  
反応液2 : 1.2 mmol/L NaNO<sub>2</sub>  
流 量 : 0.2 mL/min  
温 度 : 40  $^{\circ}$ C(カラムオープン使用)

反応部 : 臭素酸分析専用配管(水質分析用)  
検出器 : 吸光度検出器(268 nm)

### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. BrO<sub>3</sub>

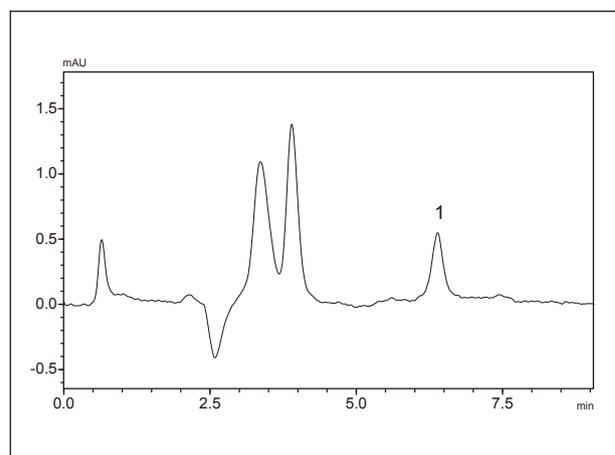


図 3.14 井戸水 E

## 3.1.4 井戸水の分析

## ■ Shim-pack IC-SA2

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

## ■ 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. Br
4. NO<sub>3</sub>
5. PO<sub>4</sub>
6. SO<sub>4</sub>

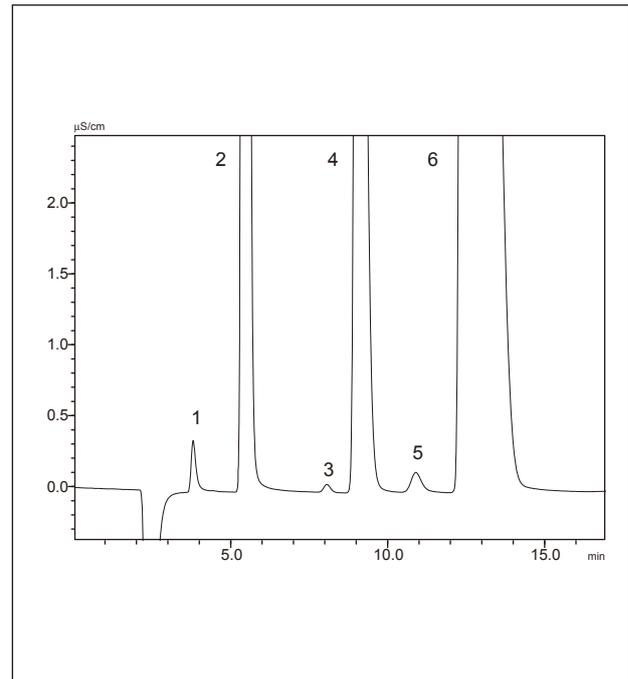


図 3.15 井戸水 A

## ■ Shim-pack IC-C4

井戸水中の陽イオンを分析した例です。採取した場所によりますが、この検水では亜鉛やストロンチウムイオンが検出されています。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. Na
2. K
3. Zn
4. Mg
5. Ca
6. Sr

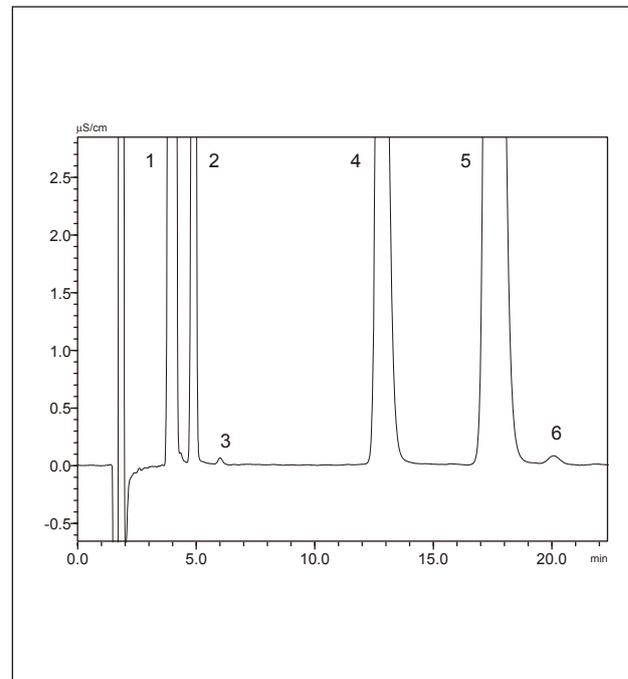


図 3.16 井戸水 B

### 3.1.5 プール水の分析

遊泳プール水中の陰イオンを分析した例です。プールの水は衛生上の問題から、塩素消毒（次亜塩素酸ナトリウム）やオゾン処理、二酸化塩素消毒などが行われています。

#### ■ Shim-pack IC-SA3

ここでは、塩素消毒を用いたプール水を分析しています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (サブレッサ方式)

#### ■ 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. F
2.  $\text{BrO}_3^-$
3. Cl
4.  $\text{ClO}_3^-$
5.  $\text{NO}_3^-$
6.  $\text{PO}_4^{3-}$
7.  $\text{SO}_4^{2-}$

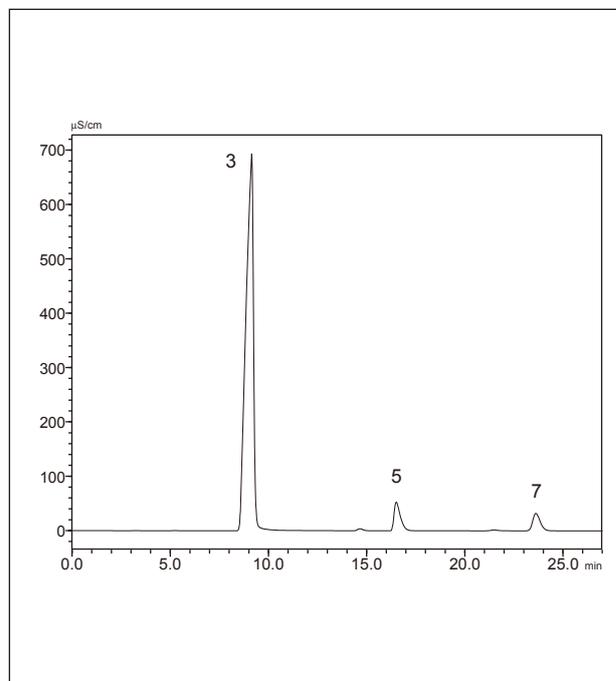


図 3.17 プール水 A

図3.18 は図3.17を拡大したクロマトグラムです。臭素酸や塩素酸イオンなどが検出されています。

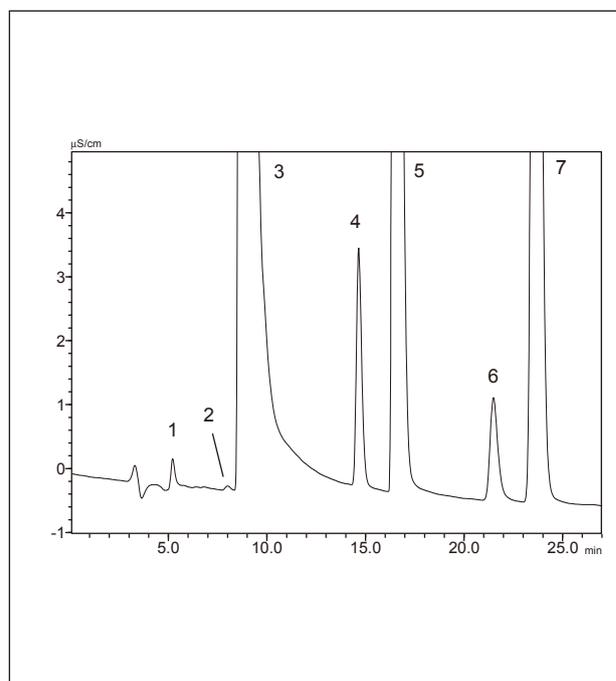


図 3.17 プール水 A

### 3.1.6 温泉水の分析

温泉水の成分分析に関しては環境省より「鉱泉分析法指針<sup>\*</sup>」が通達されています。「鉱泉分析法指針」では、無機陰イオンの一斉分析法としてイオンクロマトグラフ法が記載されています。

※平成14年3月「鉱泉分析法指針(改訂)」

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. Br
4. SO<sub>4</sub>

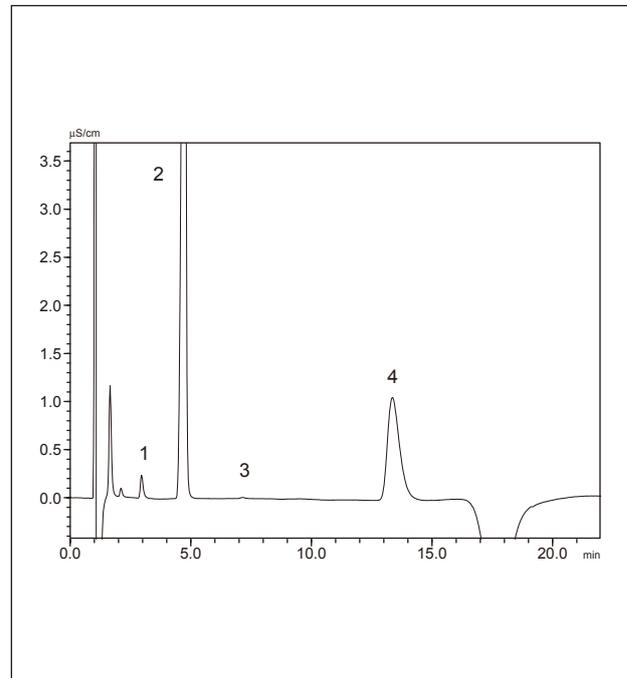


図 3.19 温泉水 A

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. Br
4. SO<sub>4</sub>

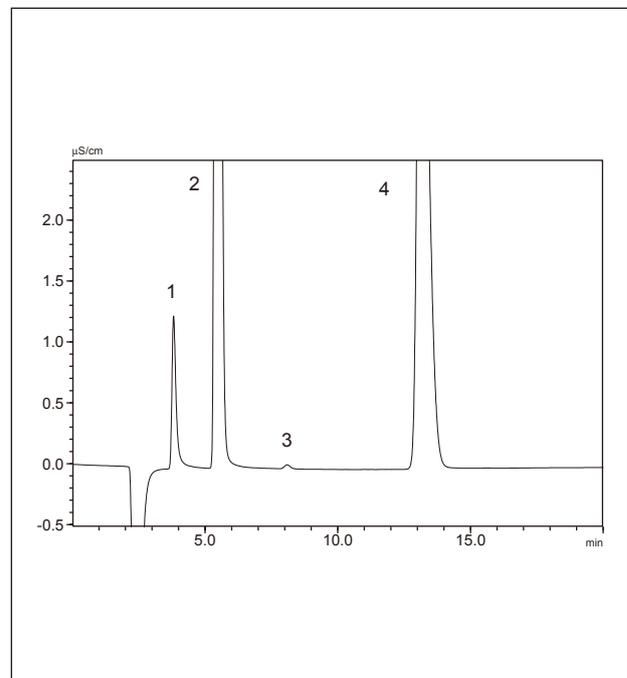


図 3.20 温泉水 B

## ■ Shim-pack IC-C4

### ■ 分析条件

カラム: Shim-pack IC-C4  
溶離液: 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量: 1.0 mL/min  
注入量: 50  $\mu$ L  
温度: 40  $^{\circ}$ C  
検出器: 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Li
2. Na
3.  $\text{NH}_4$
4. K
5. Mg
6. Ca
7. Sr

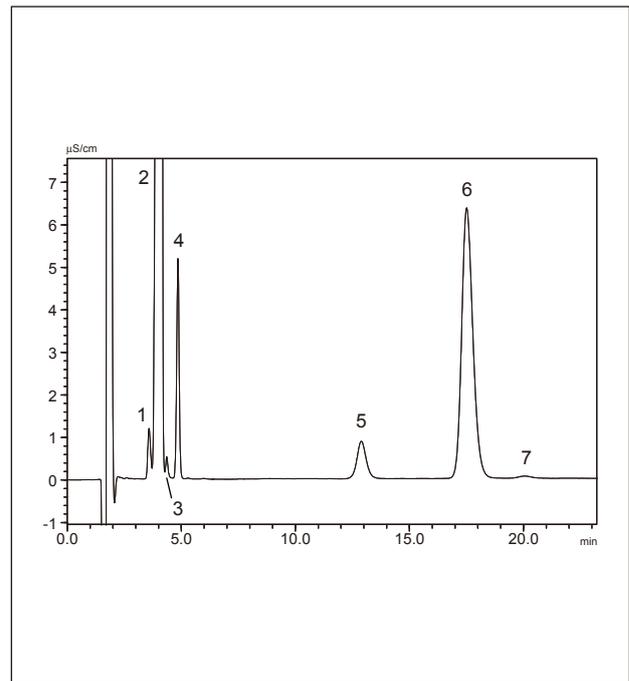


図 3.21 温泉水 C

※「鉱泉分析法指針」では、温泉水の陽イオン分析法としてイオンクロマトグラフ法の記載はありません。

### 3.1.7 雨水の分析

近年、降水の酸性化が進み、生態系への影響がクローズアップされています。これは、SO<sub>x</sub>、NO<sub>x</sub>が原因と考えられており、雨水中では、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、HNO<sub>3</sub>などに変化します。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50 μL  
 温度 : 30 °C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過(0.2 μm)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
5. NO<sub>3</sub>
6. PO<sub>4</sub>
7. SO<sub>4</sub>

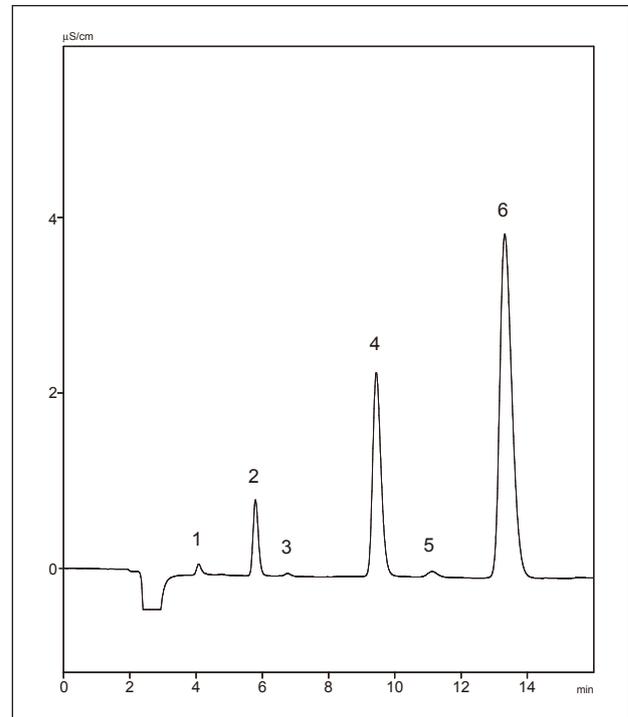


図 3.22 雨水 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50 μL  
 温度 : 40 °C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過(0.2 μm)

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. SO<sub>4</sub>

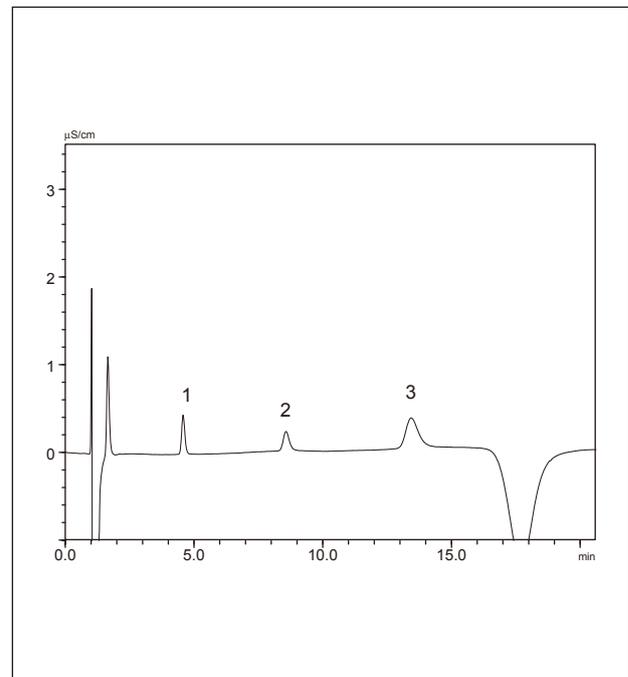


図 3.23 雨水 B

## ■ Shim-pack IC-C4

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Na
2. K
3. Mg
4. Ca

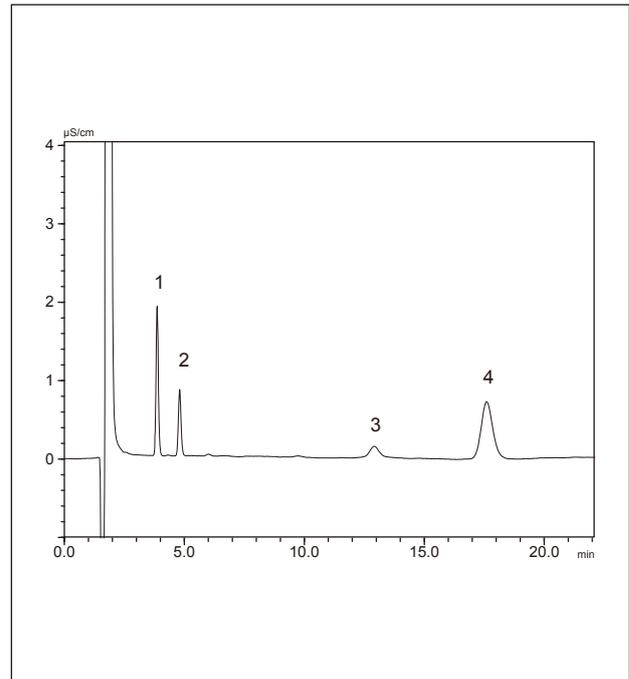


図 3.24 雨水 C

## ■ Shim-pack IC-A3

大気中のSO<sub>2</sub>が雨に溶解すると亜硫酸イオンが生成します。亜硫酸イオンは不安定な物質で、酸化されて硫酸イオンになります。ここでは、雨を採取した直後に、亜硫酸イオンを安定なヒドロキシメタンスルホン酸に誘導体化して分析した例を紹介します。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 10 mmol/L くえん酸(アンモニウム)  
緩衝液(pH3.2)  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 50  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : A) 10 mmol/L  $\alpha$ -フタルアルデヒド  
メタノール溶液  
: B) 200 mmol/L ほう酸ナトリウム  
緩衝液(pH9.1)  
A/B = 1/4 (v/v)  
流量 : 0.5 mL/min  
反応部 : 配管部品J  
温度 : 50  $^{\circ}$ C  
検出器 : 蛍光検出器 Ex=320 nm  
Em=390 nm

### ■ 前処理

10 mmol/L ホルムアルデヒドを含む  
10 mmol/L くえん酸(アンモニウム)  
緩衝液(pH4.4) と混合

### ■ ピーク成分

1. 亜硫酸イオン

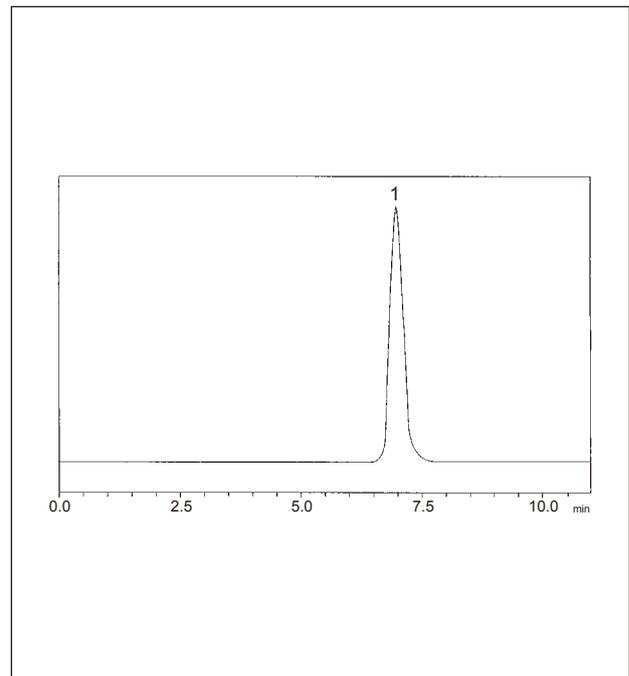


図 3.25 雨水 D

## 3.1.8 海水の分析

## ■ Shim-pack IC-SA3

海水には多量の塩化ナトリウム (NaCl) が含まれており, その他のイオンを分析する際には, 必要に応じて希釈する必要があります。陰イオン分析では, 特に塩化物イオンの近くに溶出する, 亜硝酸イオンの分析に影響します。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

## ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
4. Br
5. NO<sub>3</sub>
6. SO<sub>4</sub>

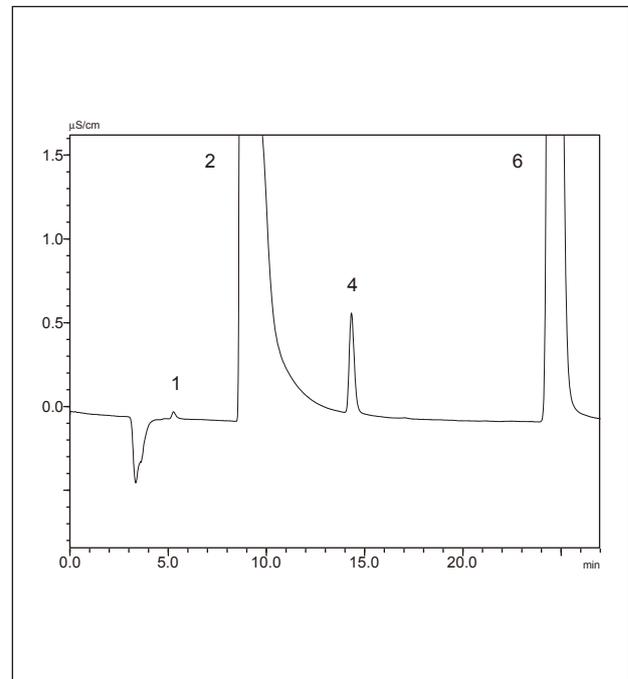


図 3.26 海水 A

海水中の亜硝酸イオンや硝酸イオンの検出に吸光度検出器を用いることで, 塩化物イオンの影響を受けずに, 高感度に分析することができます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 吸光度検出器(210 nm)

## ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

3. NO<sub>2</sub>
4. Br
5. NO<sub>3</sub>

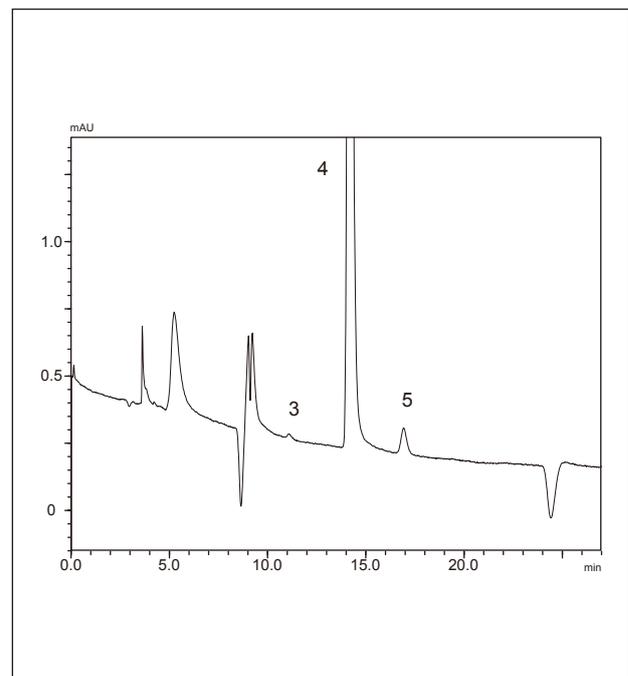


図 3.27 海水 A

## ■ Shim-pack IC-C4

海中の陽イオン分析では、ナトリウムイオンが高濃度に含まれているため、ナトリウムイオンと溶出に近いアンモニウムイオンの定量に影響します。ここでは、溶離液に18-クラウン-6を添加し、アンモニウムイオンの溶出を特異的に遅らせ、ナトリウムイオンとの分離を改善した分析例を紹介します。カリウムイオンも同様に溶出が遅れます。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 3 mmol/L しゅう酸  
          5 mmol/L 18クラウン6  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

超純水で50倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. Mg
4. K
5. Ca

※18-クラウン-6の添加量により、 $\text{NH}_4$ 、Kの溶出位置を調節します。

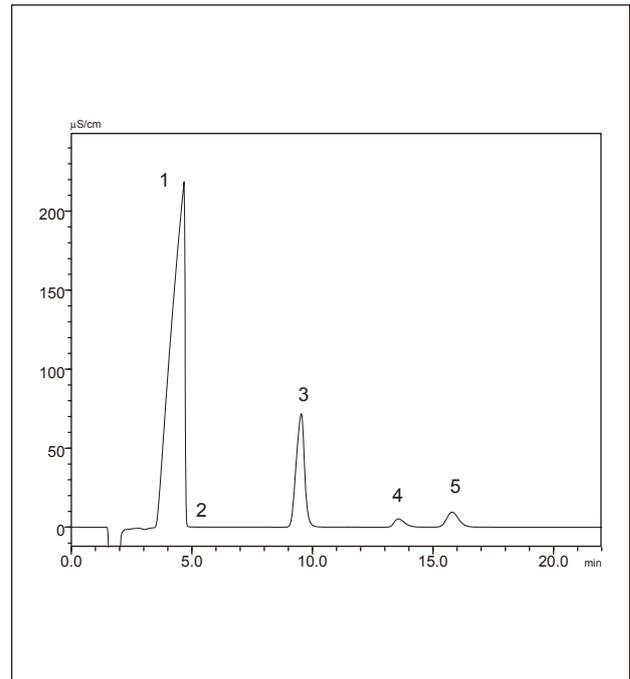


図 3.28 海水 B

ナトリウムイオンの近傍を拡大したクロマトグラムです。ナトリウムイオンとアンモニウムイオンの濃度比が20000倍程度の場合でも、低濃度のアンモニウムを分離することが可能です。

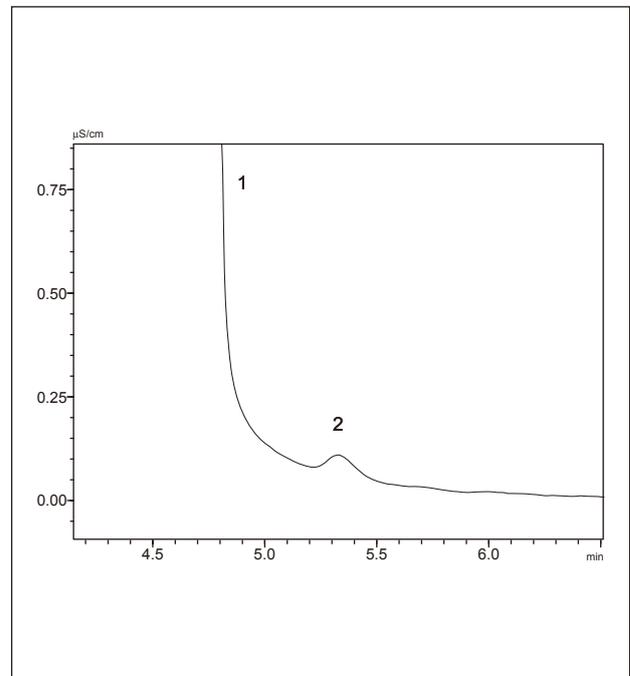


図 3.29 海水 B

### 3.1.9 排水の分析

#### ■ Shim-pack IC-SA2

排水中のふっ素化合物，硝酸態窒素，亜硝酸態窒素，アンモニア態窒素などには，水質汚濁防止法により排水基準が設けられています。これらの分析法ではイオンクロマトグラフも分析法の一つとして採用されています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>2</sub>
4. NO<sub>3</sub>
5. PO<sub>4</sub>
6. SO<sub>4</sub>

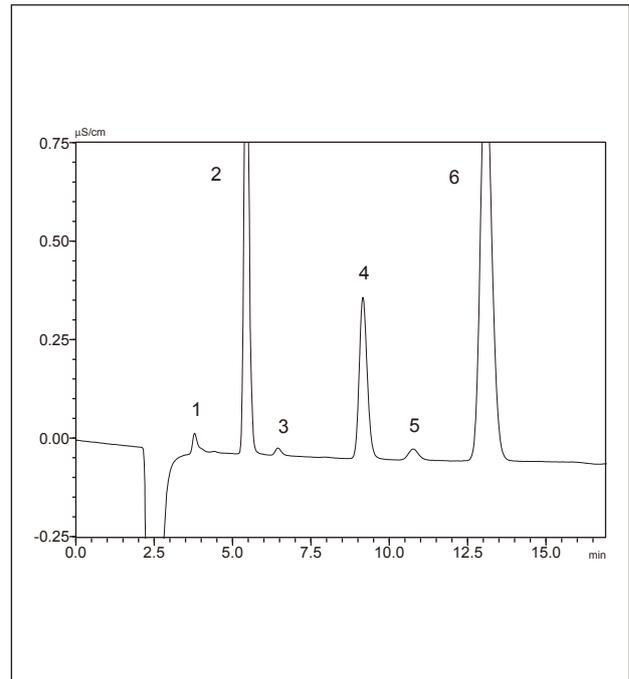


図 3.30 排水 A

#### ■ Shim-pack IC-C4

排水中の陽イオンの分析例を紹介します。排水中のナトリウムイオン濃度が高い場合には，溶離液に18-クラウン-6を添加することにより，アンモニウムイオンの保持を特異的に遅らせることができます。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

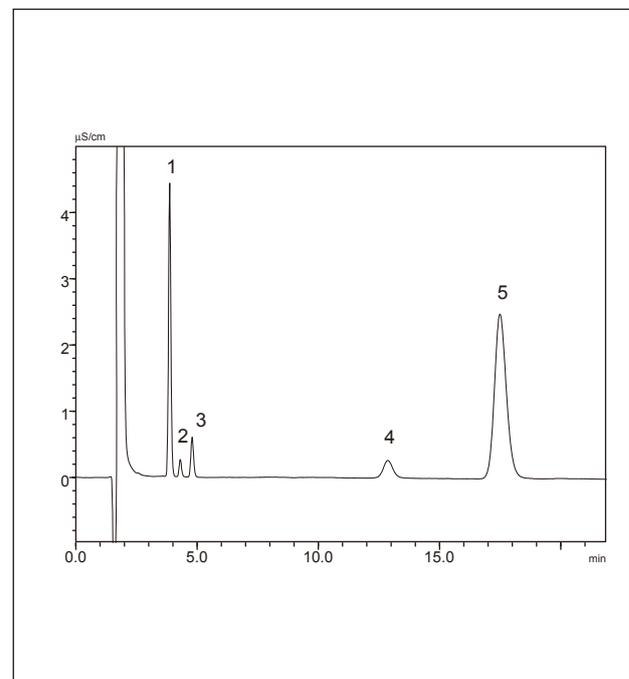


図 3.31 排水 B

### 3.1.10 排ガス中の酸性物質の分析

排ガス中に存在する酸性ガスの分析例です。JISではSO<sub>x</sub>, NO<sub>x</sub>, HCl, NH<sub>3</sub>の4成分が規定されています。(JIS K0103, K0104, K0107, K0099)

#### ■ Shim-pack IC-A3

排ガス中のHClを水に吸収させて得られた液を分析した例です。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50 μL  
温度 : 40 °C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. SO<sub>4</sub>

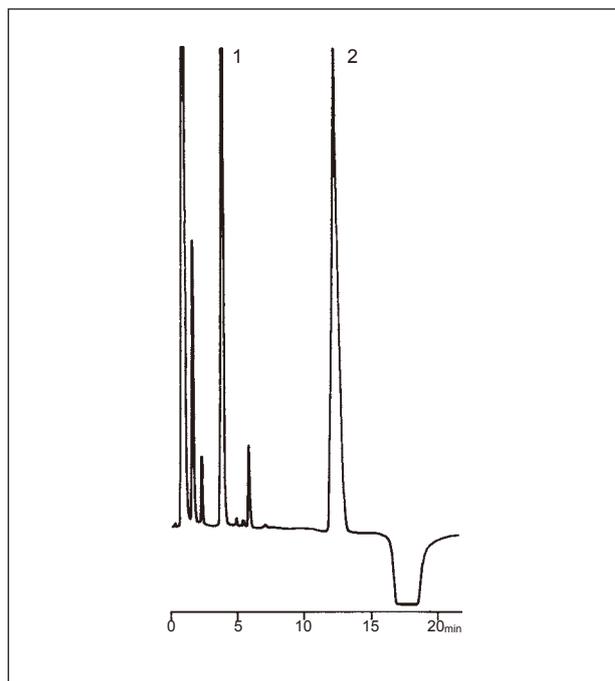


図 3.32 排ガス A

#### ■ Shim-pack IC-A3

排ガス中のNO<sub>x</sub>を過酸化水素・硫酸混合液に吸収し、NO<sub>3</sub>としたものを分析した例です。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50 μL  
温度 : 40 °C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

過酸化水素・硫酸混合水溶液に捕集

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. SO<sub>4</sub>

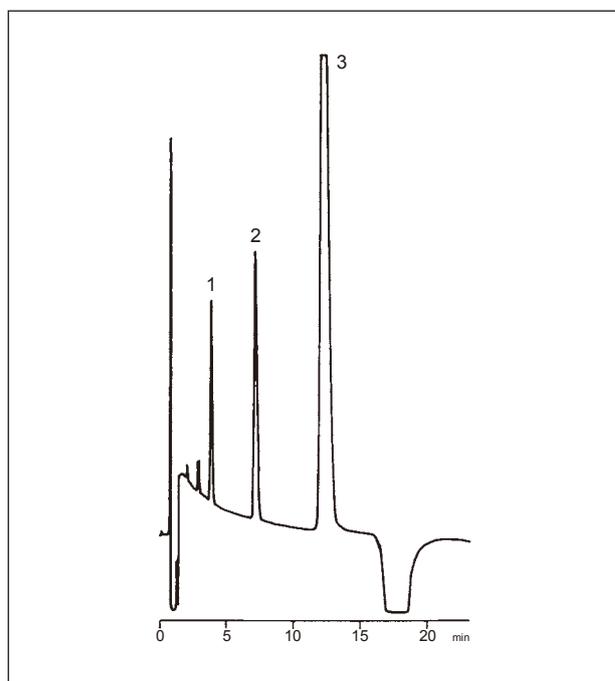


図 3.33 排ガス B

排ガス中のSO<sub>x</sub>を過酸化水素溶液に吸収しSO<sub>4</sub>としたものを分析した例です。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50 μL  
温度 : 40 °C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

過酸化水素に捕集

#### ■ ピーク成分

1. Cl
2. SO<sub>4</sub>

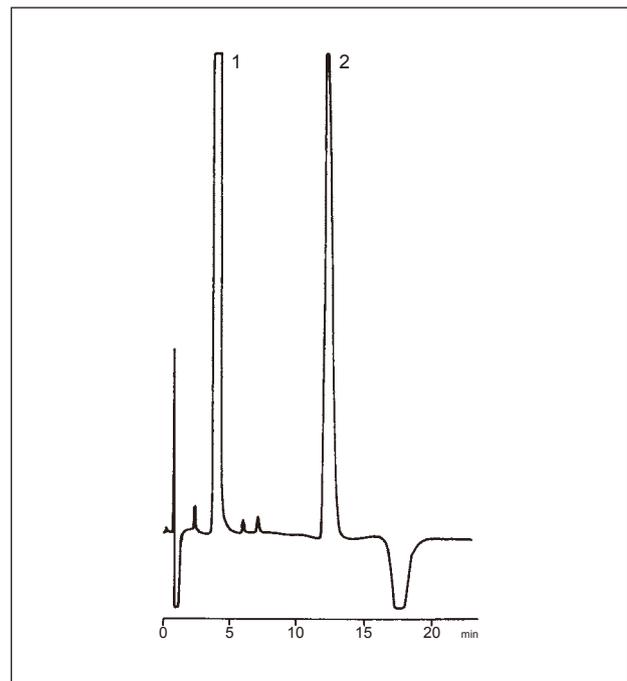


図 3.34 排ガス C

## 3.2 化学工業

### 3.2.1 無電解ニッケルめっき液の分析

無電解めっきは、めっき液に添加する還元剤と金属イオンとの酸化還元反応を利用しためっき技術です。めっき液中の還元剤の濃度管理がめっきの品質を左右します。また、均一に被覆するためや光沢を出すために、めっき液には様々な添加剤が用いられています。添加剤には多くの場合、有機酸が使用されています。

#### ■ Shim-pack IC-SA3

ここでは、還元剤として次亜りん酸を使用し、添加剤としてりんご酸を使用しているめっき液を分析した例を紹介します。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.4 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 35  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10000倍希釈後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. 次亜りん酸
2. 亜りん酸
3.  $\text{SO}_4$
4. りんご酸

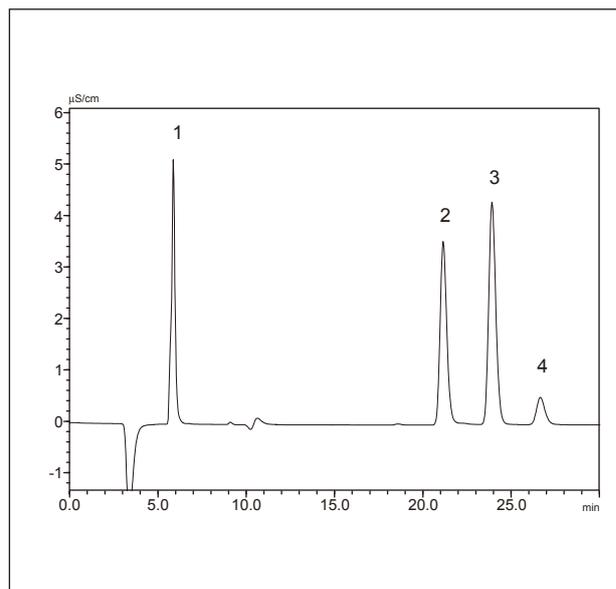


図 3.35 無電解ニッケルめっき液 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10000倍希釈後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. 酢酸
2. 亜りん酸
3. 次亜りん酸
4. りんご酸
5.  $\text{SO}_4$

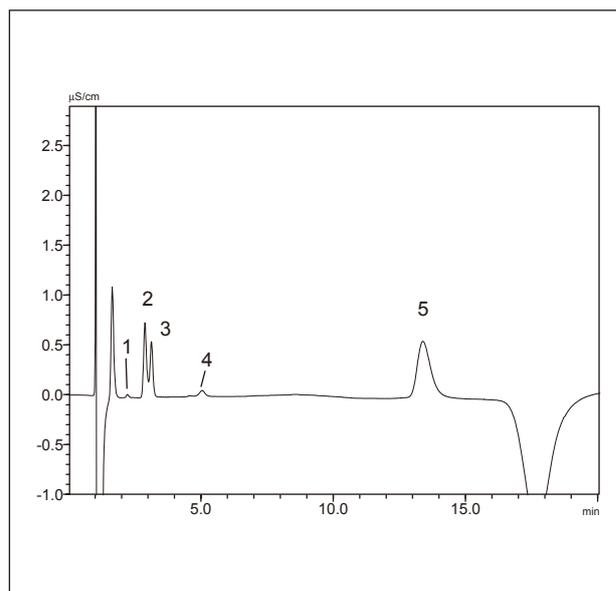


図 3.36 無電解ニッケルめっき液 B

### ■ Shim-pack SCR-102H

有機酸は被覆する金属イオンをめっき液中で安定に存在させるためや、光沢性をあげるために添加されています。試料中には高濃度のナトリウムイオンが共存するため、H型の固相抽出カートリッジで処理してから分析しました。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

#### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品 J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

#### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m), その後, H型固相抽出カートリッジで処理。

#### ■ ピーク成分

1. りんご酸
2. 乳酸
3. ぎ酸
4. 酢酸

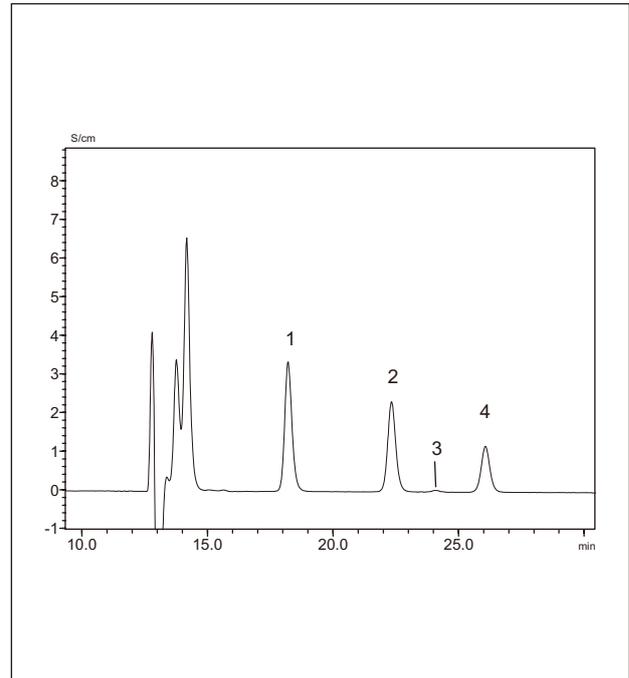


図 3.37 無電解ニッケルめっき液 C

### ■ Shim-pack IC-C4

ニッケルめっき液中のアンモニウムイオンを分析した例です。高濃度のナトリウムイオンが存在するため、溶離液に18-クラウン-6を添加してアンモニウムイオンの溶出を遅らせて分離しています。超高濃度ナトリウム存在下であっても、アンモニウムイオンを定量性良く分析ができます。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 3 mmol/L しゅう酸  
 5 mmol/L 18-クラウン-6  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で500倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>

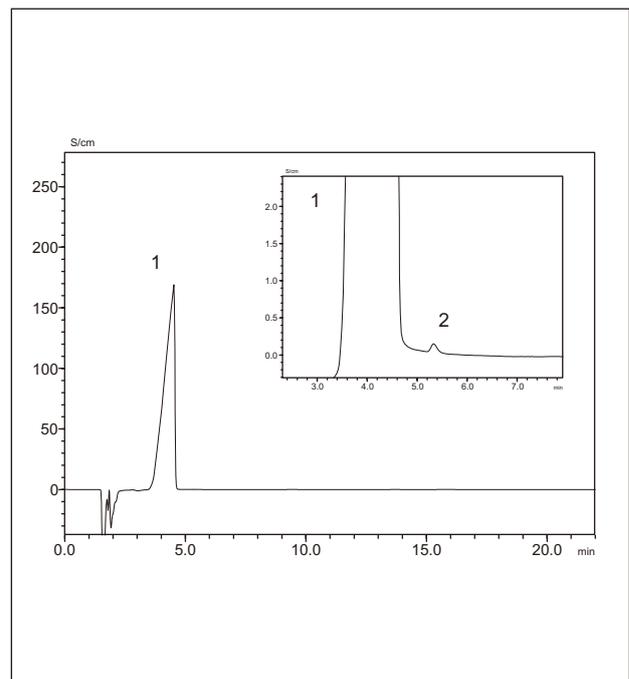


図 3.38 無電解ニッケルめっき液 D

## 3.3 食品化学

### 3.3.1 ミネラルウォーターの分析

軟水, 硬水, 海洋深層水を分析しました。無機イオンはミネラルウォーターの風味を決める重要な成分です。水中のカルシウムイオンとマグネシウムイオンの濃度を炭酸カルシウム濃度に換算したものを硬度 (アメリカ硬度) と言います。WHO (世界保健機構) は硬度0 ~ 60未満を軟水, 60 ~ 120未満を中程度の軟水, 120 ~ 180未満を硬水, 180以上を非常な硬水と分類しています。

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na      3. Mg  
2. K      4. Ca

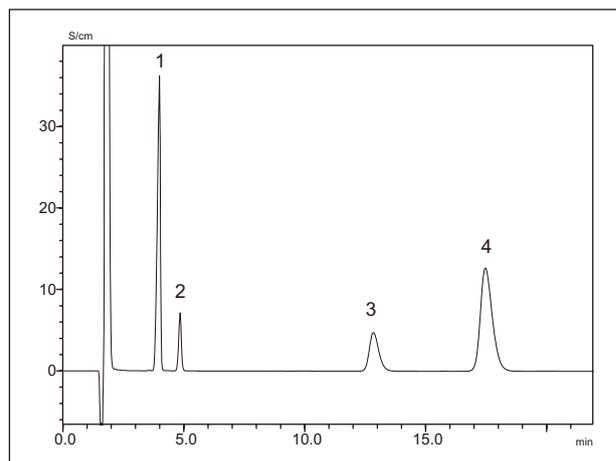


図 3.39 国産ミネラルウォーター (軟水)

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na      3. Mg  
2. K      4. Ca

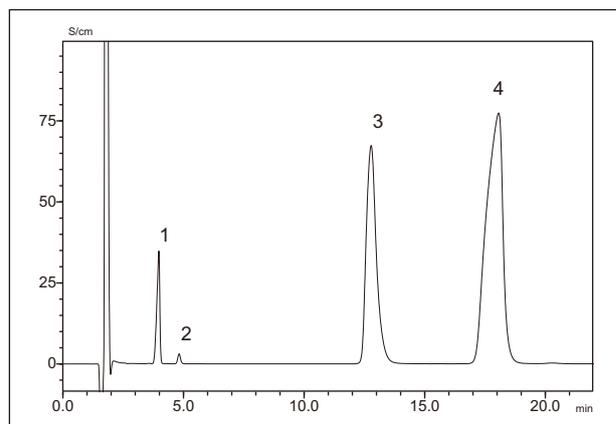


図 3.40 輸入ミネラルウォーター (硬水)

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na      3. Mg  
2. K      4. Ca

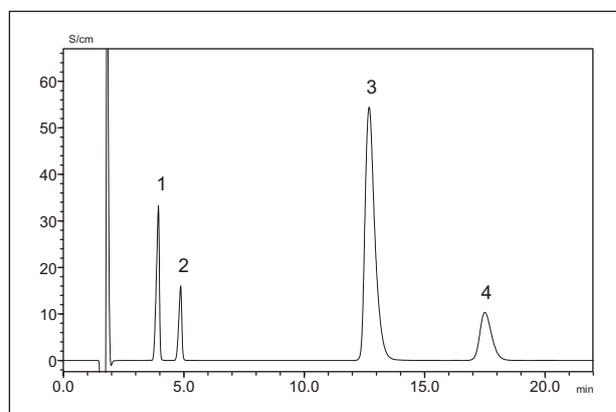


図 3.41 国産海洋深層水 (10倍希釈)

## Shim-pack IC-SA2

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
 0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (サブレッサ方式)

### 前処理

ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>3</sub>
4. PO<sub>4</sub>
5. SO<sub>4</sub>

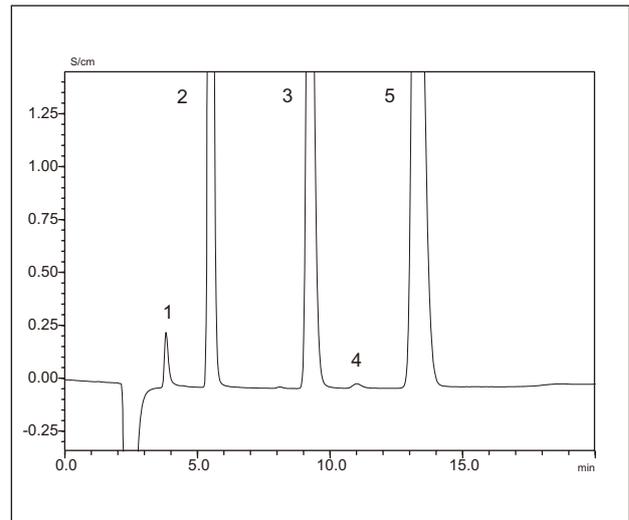


図 3.42 国産ミネラルウォーター (軟水)

### 分析条件

同上

### 前処理

同上

### ピーク成分

1. F
2. Cl
3. NO<sub>3</sub>
4. SO<sub>4</sub>

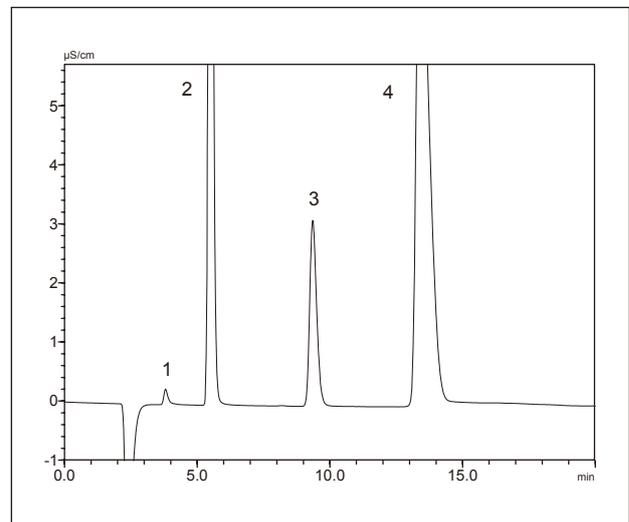


図 3.43 輸入ミネラルウォーター (硬水)

### 分析条件

同上

### 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. F
2. Cl
3. Br
4. NO<sub>3</sub>
5. SO<sub>4</sub>

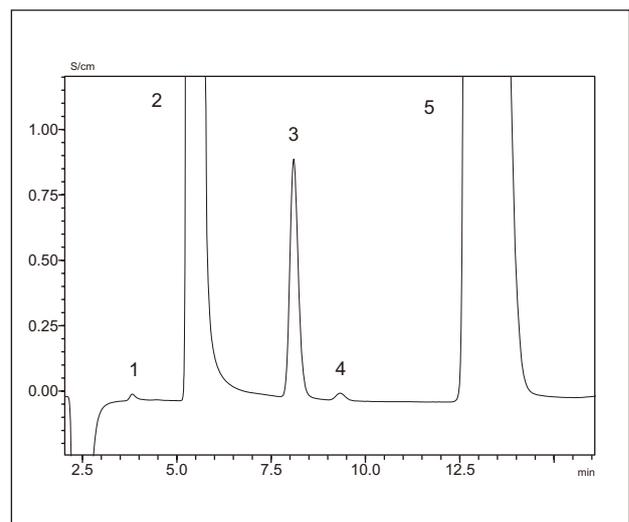


図 3.44 国産海洋深層水 (10倍希釈)

### 3.3.2 スポーツドリンクの分析

スポーツドリンクは、健康飲料水として広く飲用されています。発汗により失われた水分や電解質やミネラル分を補給することが目的であるため、無機イオンはスポーツドリンクの重要な成分です。また、筋肉に蓄積された乳酸の分解を助けるためにくえん酸などが添加されています。

#### ■ Shim-pack IC-A3

酸性溶離液を用いるノンサプレッサ方式では、くえん酸の解離が抑えられているため溶出が早く、他の成分と一斉分析ができます。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl
3. りんご酸
4. くえん酸

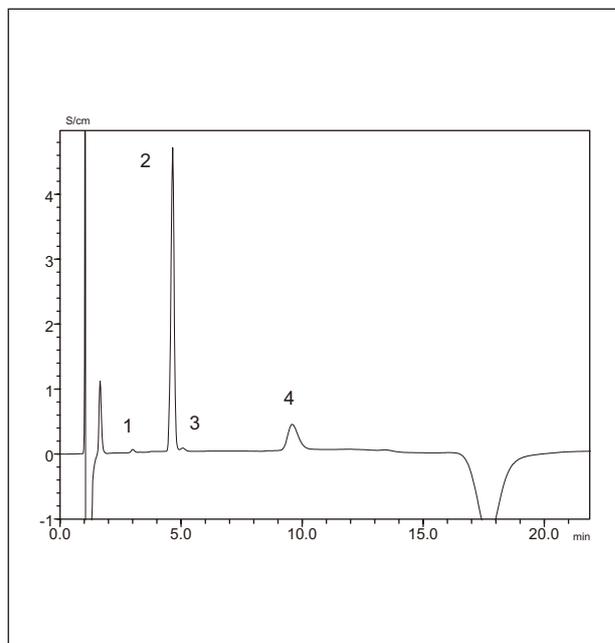


図 3.45 スポーツドリンク A

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na
2. K
3. Mg
4. Ca

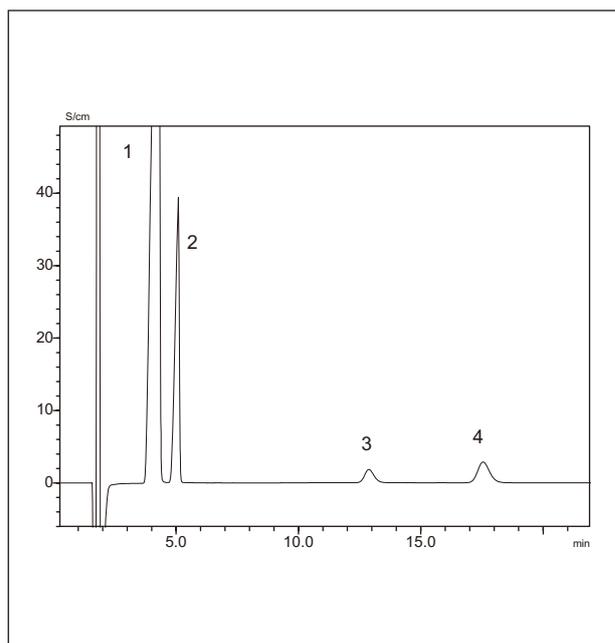


図 3.46 スポーツドリンク B

## 3.3.3 ビールの分析

## ■ Shim-pack IC-SA3

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
 溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (サブプレッサ方式)

## ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl
3. NO<sub>3</sub>
4. PO<sub>4</sub>
5. SO<sub>4</sub>
6. りんご酸
7. こはく酸

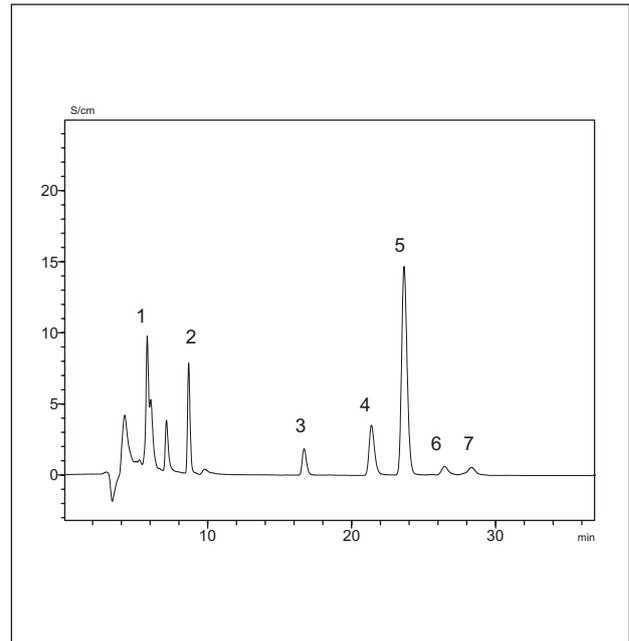


図 3.47 ビール A

## ■ Shim-pack IC-A3

無機陰イオンの他に多くの有機酸が溶出しています。酸性溶離液を用いることで、有機酸成分のイオン化が抑えられ価数が減少することで、カラムへの保持が弱くなり短時間で分析できます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサブプレッサ方式)

## ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. 酢酸
2. PO<sub>4</sub>
3. 乳酸
4. ピルビン酸
5. Cl
6. NO<sub>3</sub>
7. くえん酸
8. SO<sub>4</sub>

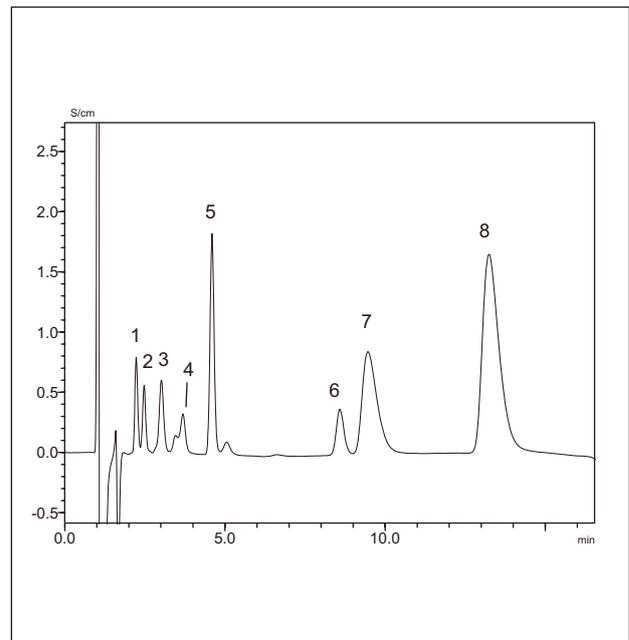


図 3.48 ビール B

## ■ Shim-pack SCR-102H

ビール中の有機酸を、イオン排除カラムで分離し、ポストカラム反応後電気伝導度検出した例を紹介します。ビール中の有機酸は発酵過程において酵母により生成され、ビールの味に大きな影響を与えます。ここでも、ビール中の多くの有機酸成分が検出されています。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品 J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

超純水で5倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. くえん酸
3. ピルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. 乳酸
7. 酢酸
8. ピログルタミン酸

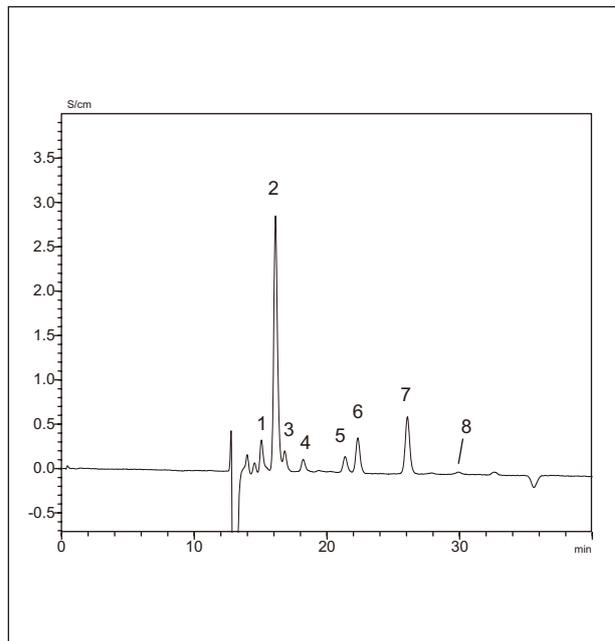


図 3.49 ビール C

## ■ Shim-pack IC-C4

ビールに使われる水のミネラル量によっても、ビールの味が変わると言われています。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサブレッサ方式)

### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

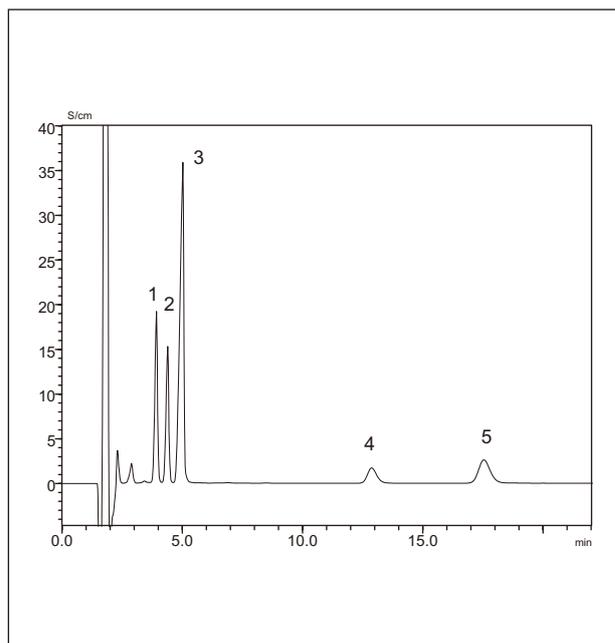


図 3.50 ビール D

## 3.3.4 ワインの分析

## ■ Shim-pack IC-A3

白ワイン、赤ワイン中の陰イオンを分析した例を紹介します。

無機陰イオンの他に、多くの有機酸などが検出されています。酸性溶離液を用いるノンプレッサ方式で分析することにより、これらの有機酸を含めた陰イオンを短時間で分析ができます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンプレッサ方式)

## ■ 前処理

超純水で50倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. 酢酸
2.  $\text{PO}_4$
3. 乳酸
4. こはく酸
5. ピルビン酸
6. Cl
7. りんご酸
8.  $\text{NO}_3$
9. くえん酸
10. 酒石酸
11.  $\text{SO}_4$

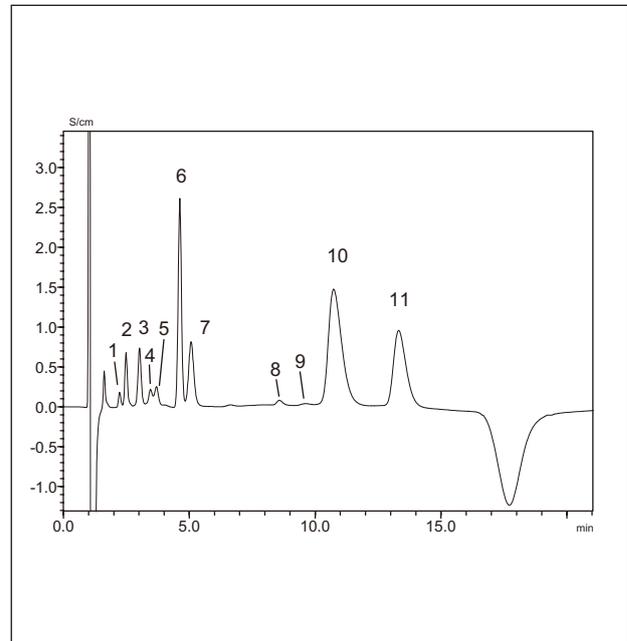


図 3.51 白ワイン A

## ■ 分析条件

同上

## ■ 前処理

同上

## ■ ピーク成分

1. 酢酸
2.  $\text{PO}_4$
3. 乳酸
4. こはく酸
5. Cl
6. りんご酸
7.  $\text{NO}_3$
8. くえん酸
9. 酒石酸
10.  $\text{SO}_4$

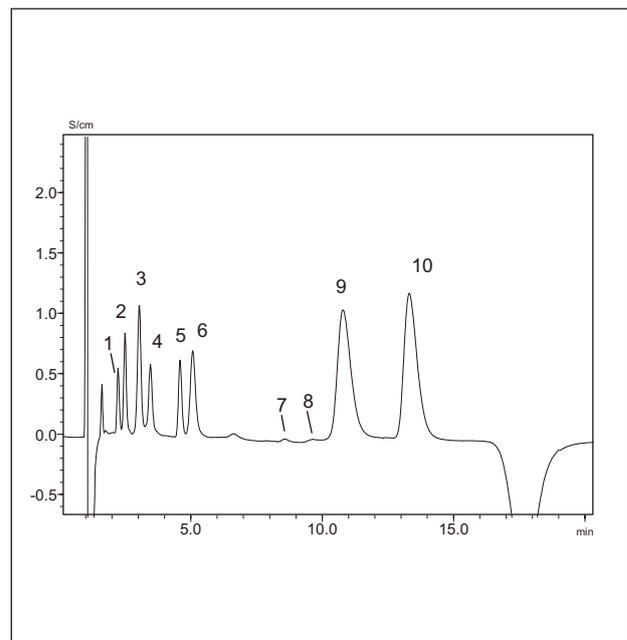


図 3.52 赤ワイン A

## ■ Shim-pack SCR-102H

原料であるぶどう由来の酒石酸やりんご酸、発酵過程により生成した乳酸、こはく酸や酢酸など多くの有機酸成分が分析できます。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品 J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. 酒石酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. 乳酸
7. ぎ酸
8. 酢酸

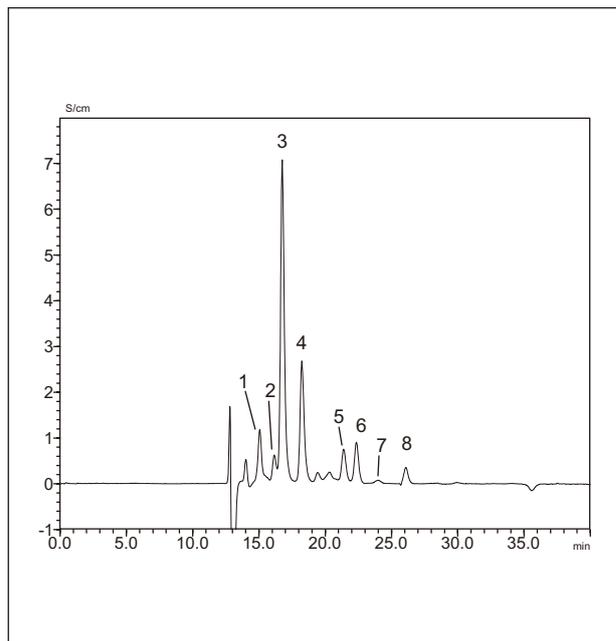


図 3.53 白ワイン B

### ■ 分析条件

同上

### ■ ポストカラム反応

同上

### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. 酒石酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. 乳酸
7. ぎ酸
8. 酢酸

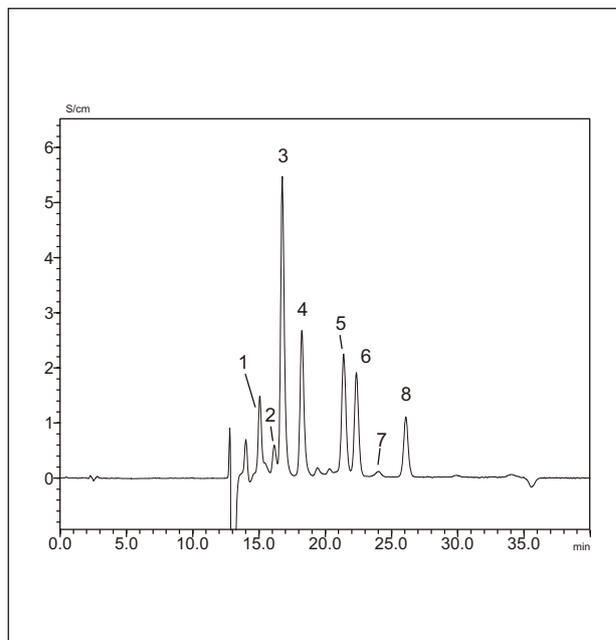


図 3.54 赤ワイン B

### ■ Shim-pack IC-C4

無機陽イオンは原料のぶどう由来で、産地により組成が大きく変わります。一般的にカリウムイオンは特に多く含まれています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサブレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で20倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. アルギニン
6. Ca

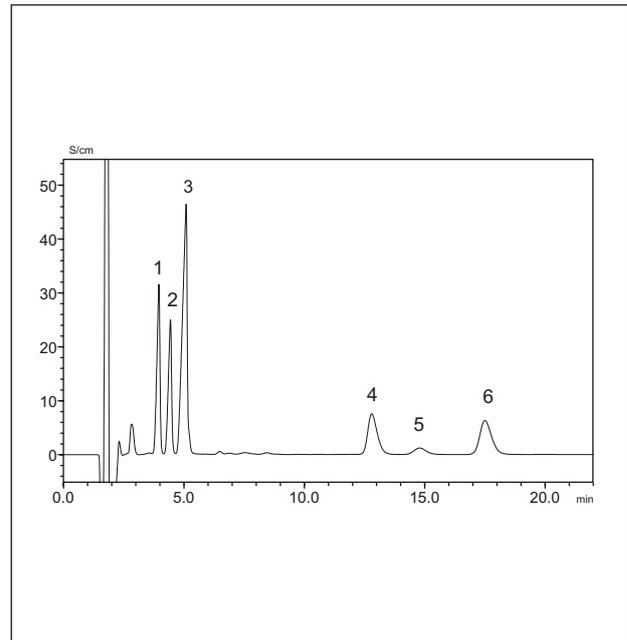


図 3.55 白ワイン C

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器 (ノンサブレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で50倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

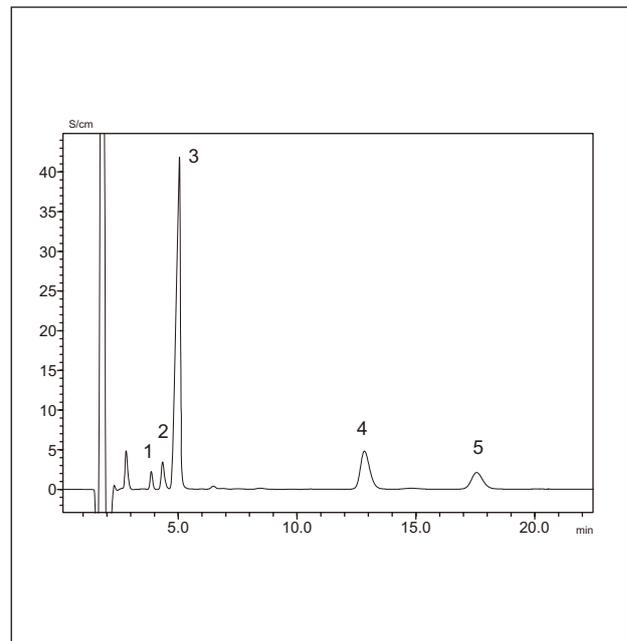


図 3.56 赤ワイン C

### 3.3.5 日本酒の分析

#### ■ Shim-pack IC-SA3

日本酒中には乳酸, こはく酸, りんご酸, くえん酸や酢酸などの多くの有機酸成分が含まれています。その合計(総酸量)を測定して「酸度」という値で表されており, 日本酒の甘辛や濃淡を表すパラメータの一つとして使用されています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$  L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$  m)

#### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl
3. NO<sub>3</sub>
4. PO<sub>4</sub>
5. SO<sub>4</sub>
6. りんご酸
7. こはく酸

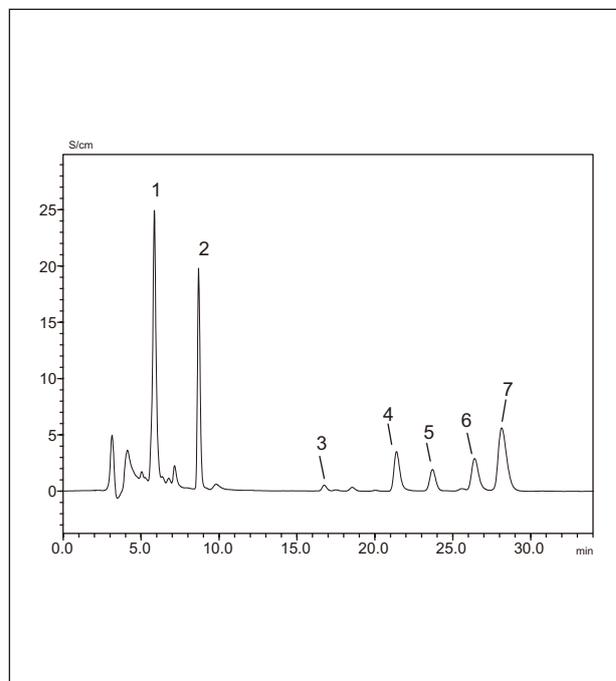


図 3.57 日本酒 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

もろみ中の酵母による発酵で生成された, 乳酸やこはく酸などの有機酸が日本酒の味, 香りや質を決定づけます。酸性の溶離液を用いることにより, これらの有機酸を含めた陰イオンを短時間で分析ができます。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$  L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$  m)

#### ■ ピーク成分

1. 酢酸
2. PO<sub>4</sub>
3. 乳酸
4. こはく酸
5. Cl
6. りんご酸
7. NO<sub>3</sub>
8. SO<sub>4</sub>

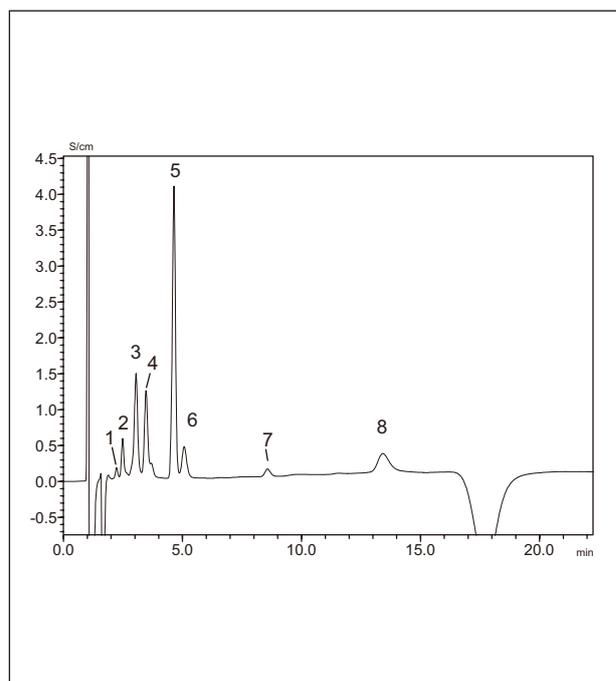


図 3.58 日本酒 B

## Shim-pack SCR-102H

### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

超純水で5倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ピルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. 乳酸
7. 酢酸
8. ピログルタミン酸

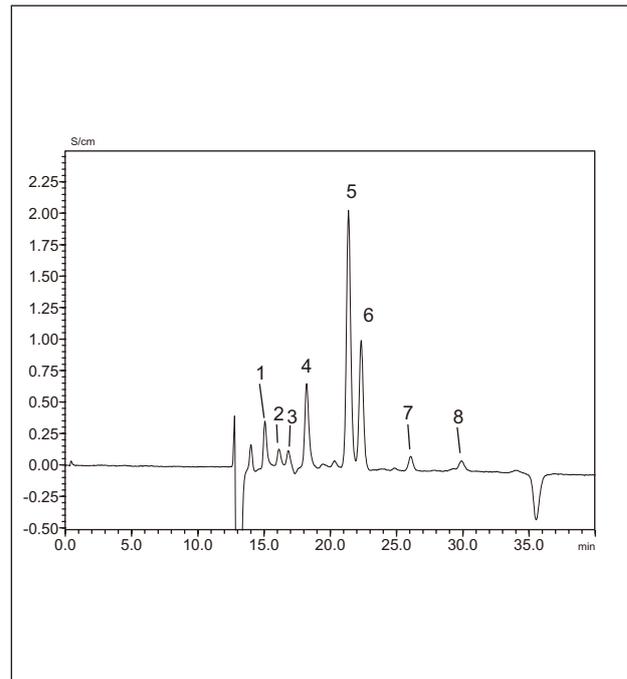


図 3.59 日本酒 C

## Shim-pack IC-C4

日本酒にはアミノ酸が多く含まれており、無機陽イオンの他に、多くのアミノ酸が検出されます。ここでは、日本酒中の含有量が比較的多いアミノ酸を同時に定量しました。

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. アラニン
2. バリン
3. Na
4. NH<sub>4</sub>
5. K
6. Mg
7. アルギニン
8. Ca

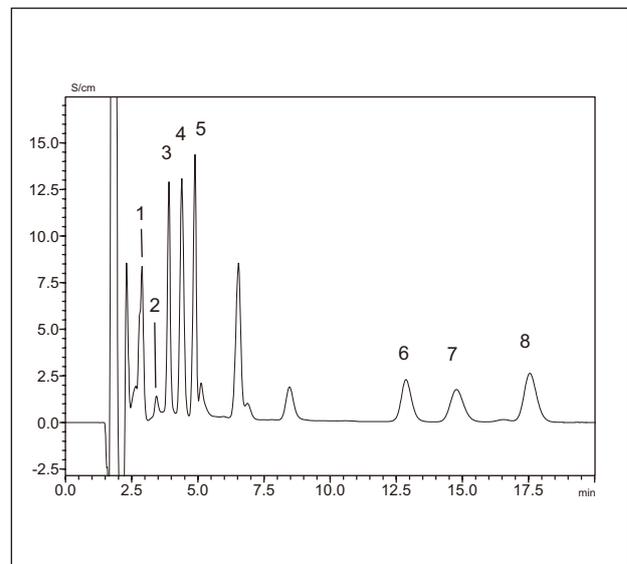


図 3.60 日本酒 D

### 3.3.6 コーヒーの分析

コーヒー中の陰イオンの分析例を紹介します。コーヒーには多くの有機酸成分が含まれています。コーヒーの生豆の状態から含まれているものにりんご酸、くえん酸などがあります。ぎ酸や酢酸は、コーヒー豆を焙煎する際に生成します。これらの有機酸成分はコーヒーの酸味に大きな影響を与えます。

#### ■ Shim-pack IC-SA3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. 酢酸
2. ぎ酸
3. Cl
4. NO<sub>3</sub>
5. PO<sub>4</sub>
6. SO<sub>4</sub>
7. りんご酸

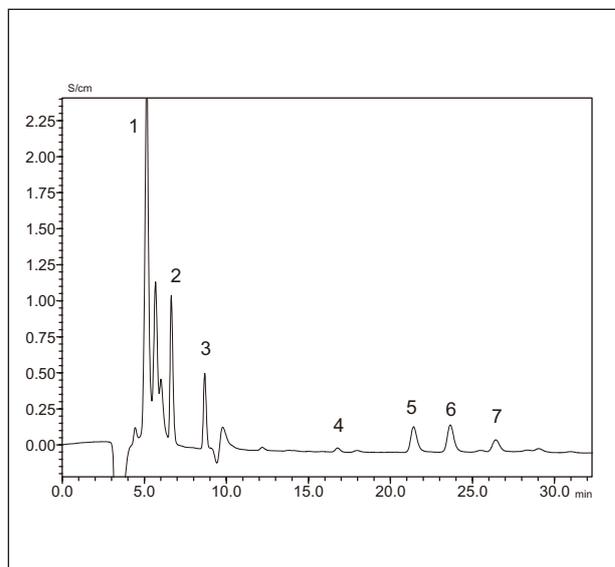


図 3.61 コーヒー飲料 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. 酢酸
2. PO<sub>4</sub>
3. ぎ酸
4. Cl
5. NO<sub>3</sub>
6. SO<sub>4</sub>

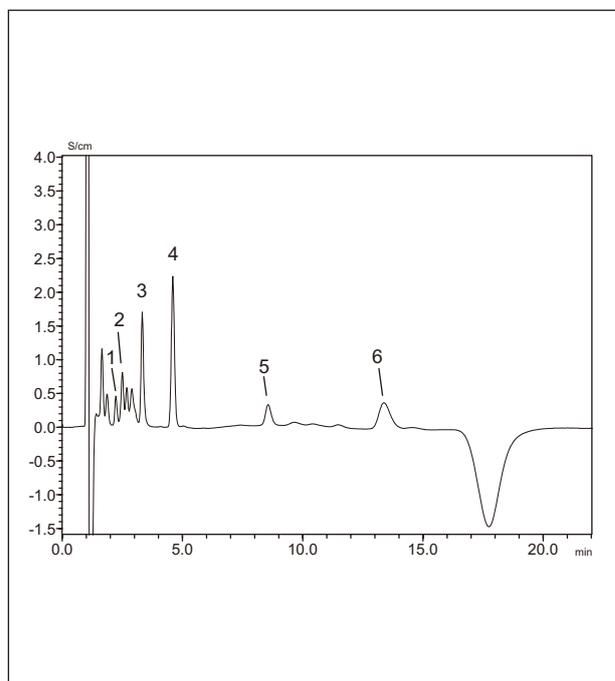


図 3.62 コーヒー B

## Shim-pack SCR-102H

### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

超純水で5倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ピルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. 乳酸
7. 酢酸
8. ピログルタミン酸

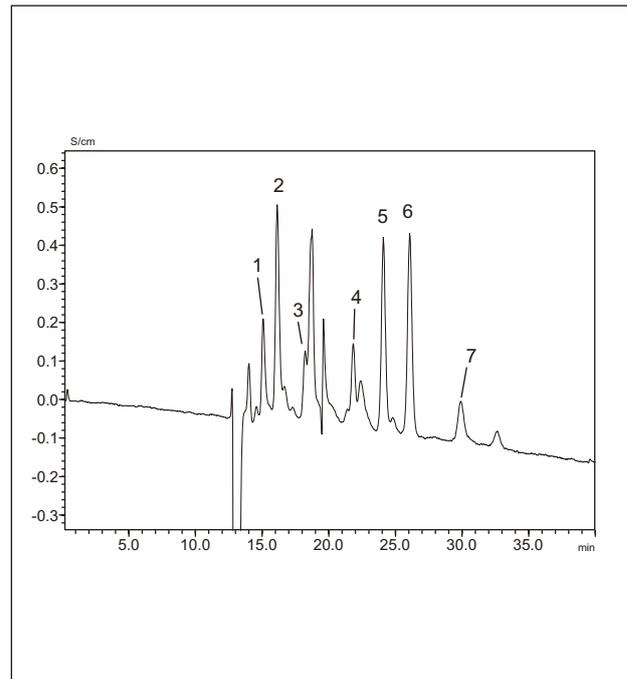


図 3.63 コーヒー C

## Shim-pack IC-C4

コーヒーにはカリウムイオンが多く含まれているのが分かります。カルシウムやマグネシウムイオンの濃度はコーヒーをいれる際に使用する水により大きく影響を受けます。ここでは、試料として市販のブラックコーヒーを用いました。

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

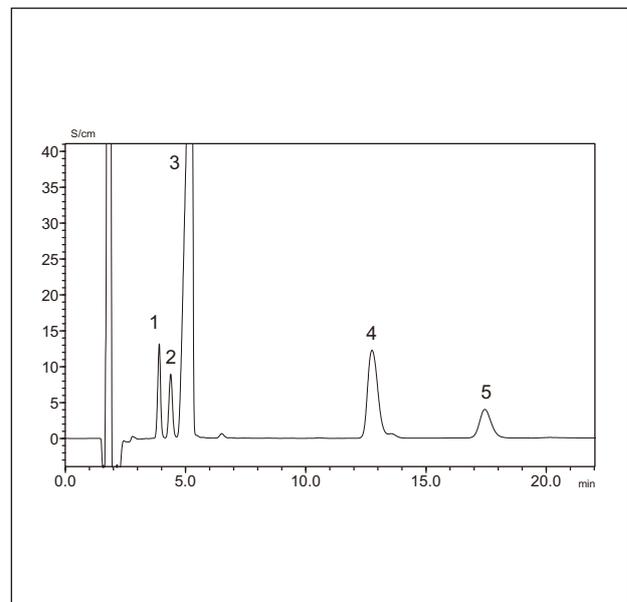


図 3.64 コーヒー D

### 3.3.7 お茶の分析

#### ■ Shim-pack IC-A3

お茶には有機酸が多く含まれており、お茶の味に影響を与えています。このお茶には特にしゅう酸が高濃度で含まれています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3. しゅう酸
4. SO<sub>4</sub>

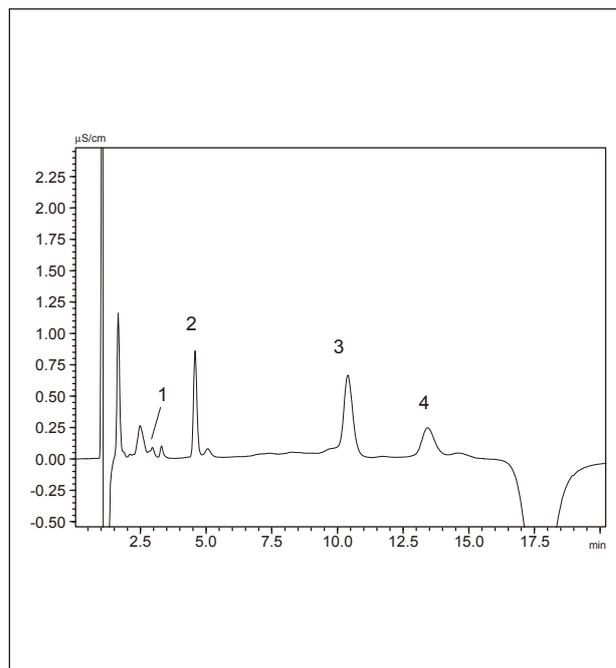


図 3.65 茶飲料 A

#### ■ Shim-pack SCR-102H

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

#### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

#### ■ 前処理

ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ビルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. ぎ酸
7. 酢酸
8. ピログルタミン酸

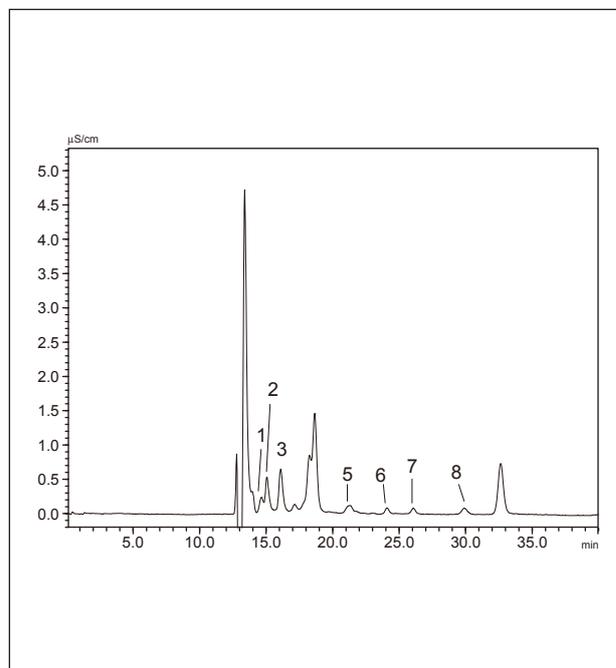


図 3.66 茶飲料 B

## ■ Shim-pack IC-C4

茶葉には、テアニンをはじめとする多くのアミノ酸やカリウムイオンが含まれています。お茶飲料のナトリウムイオンはお茶を煮出す際に使用される水に由来しています。

お茶の味を良くするために、グルタミン酸ナトリウムなどの旨み成分の添加や、発色を良くするために、重炭酸アンモニウムなどによりアルカリ処理されることがあります。グルタミン酸、ナトリウムイオンやアンモニウムイオンが、添加茶や発色茶の化学的な判別指標として使用されています。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. グルタミン酸
2. テアニン
3. Na
4.  $\text{NH}_4$
5. K
6. フェニルアラニン
7. Mg
8. アルギニン
9. Ca

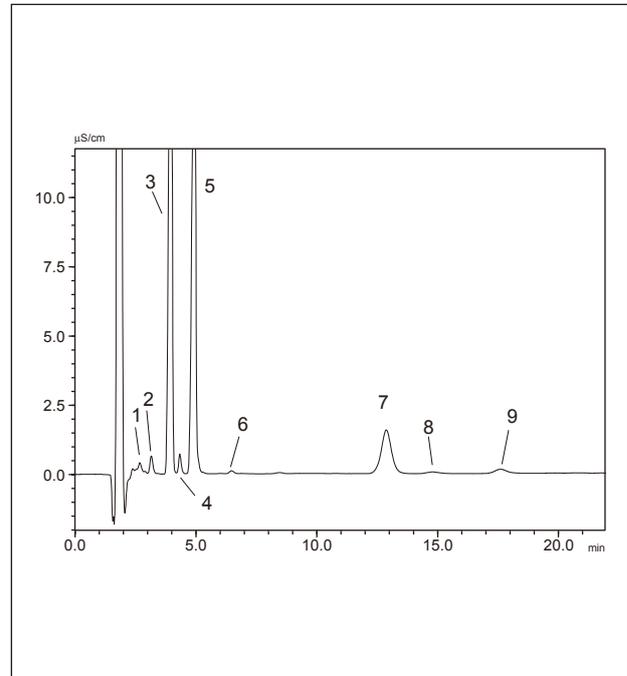


図 3.67 お茶飲料 C

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

0.1 gの茶葉を100 mLの超純水で抽出。さらに超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. グルタミン酸
2. テアニン
3. Na
4.  $\text{NH}_4$
5. K
6. フェニルアラニン
7. Mg
8. アルギニン
9. Ca

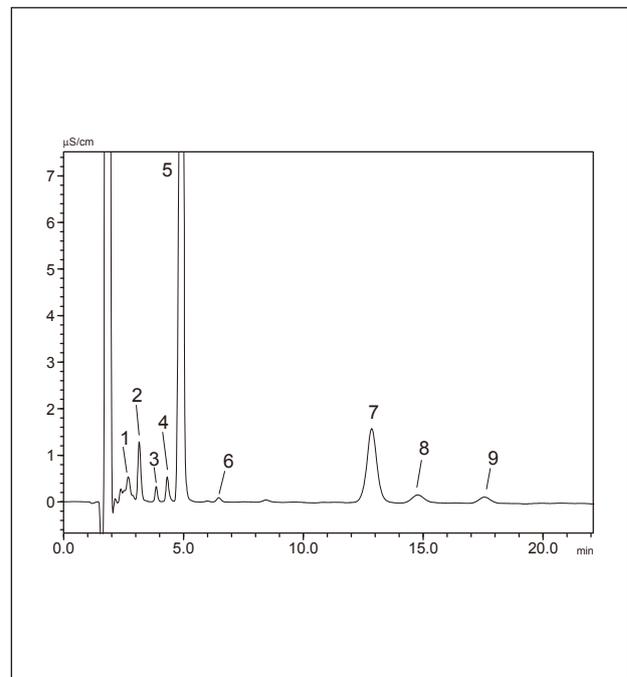


図 3.68 茶葉抽出液 D

### 3.3.8 しょう油の分析

#### ■ Shim-pack IC-A3

塩化物イオンの他にもろみ中の酵母による発酵過程で生成された乳酸などの有機酸も検出できます。濃口醤油を酸性溶離液のノンサプレッサ方式で分析しています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で1000倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. 酢酸
2.  $\text{PO}_4$
3. 乳酸
4. Cl

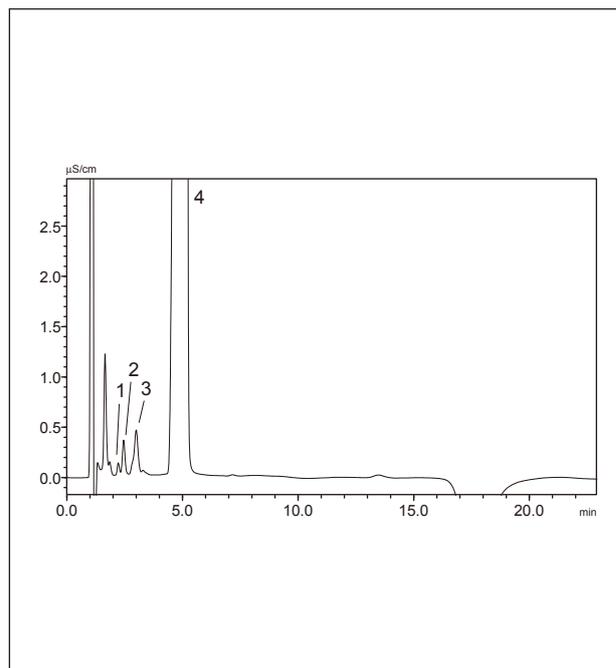


図 3.69 濃口しょうゆ A

#### ■ Shim-pack IC-SA2

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で1000倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. ぎ酸
3. Cl
4.  $\text{PO}_4$

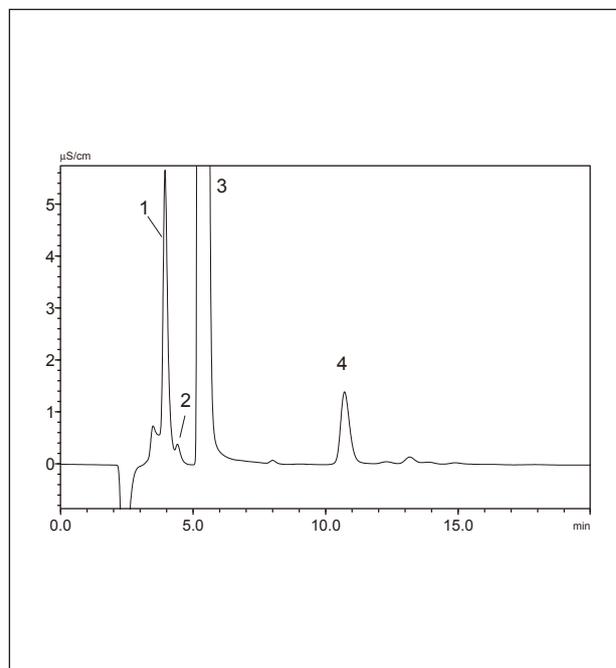


図 3.70 薄口しょうゆ B

### Shim-pack SCR-102H

出汁入りしょうゆ中の有機酸を有機酸分析システムを用いて分析した例を紹介します。発酵過程で生成された乳酸などだけではなく、出汁成分由来の有機酸も多く検出されています。

#### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

#### ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

#### 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. りんご酸
4. こはく酸
5. 乳酸
6. き酸
7. 酢酸
8. レブリン酸
9. ピログルタミン酸

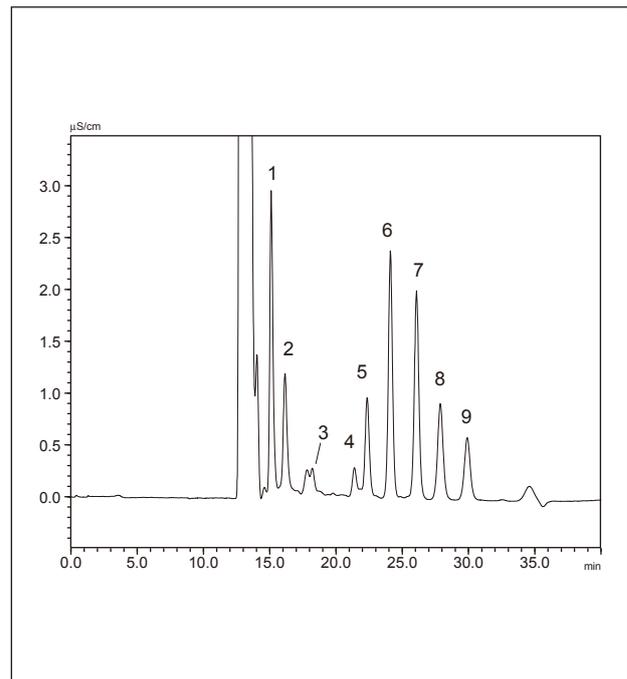


図 3.71 出汁入りしょうゆ A

### Shim-pack IC-C4

出汁入りしょうゆ中の陽イオンを分析した例です。出汁の成分を添加しているため、グルタミン酸も含まれています。

#### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### 前処理

超純水で1000倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ピーク成分

1. グルタミン酸
2. Na
3. K
4. Mg
5. Ca

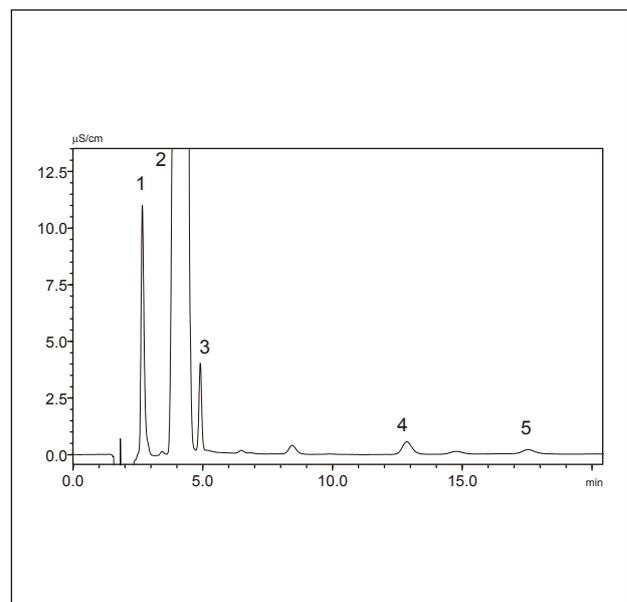


図 3.72 出汁入りしょうゆ B

### 3.3.9 味噌の分析例

#### ■ Shim-pack IC-SA2

味噌を超純水で抽出した液を分析しています。味噌の発酵により生成したと考えられる乳酸などの有機酸も検出されています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ 前処理

味噌0.1 gを1000 mLの超純水で溶解後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl
3. PO<sub>4</sub>
4. SO<sub>4</sub>

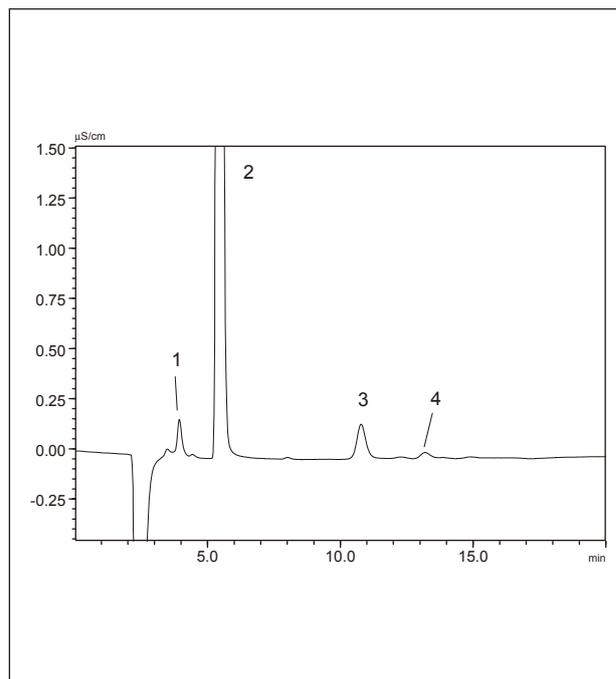


図 3.73 味噌 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

味噌0.1 gを1000 mLの超純水で溶解後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. Cl

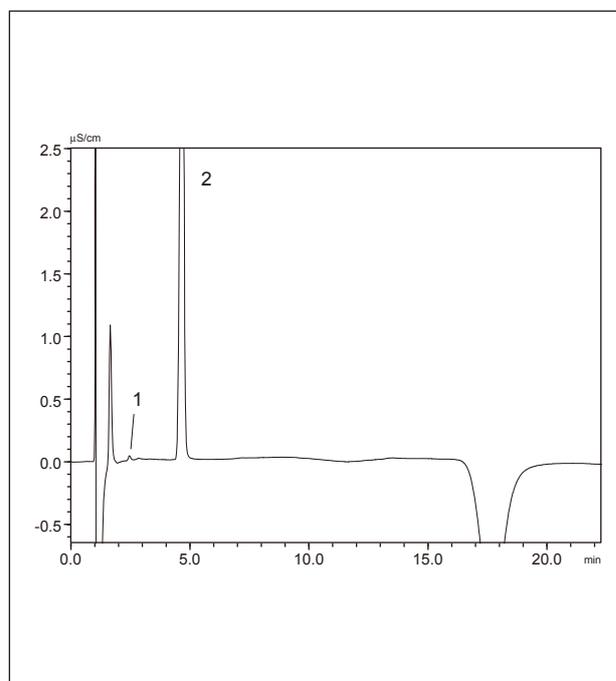


図 3.74 味噌 B

## Shim-pack IC-C4

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

味噌 0.1 g を 1000 mL の超純水で溶解後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. グルタミン酸
2. Na
3.  $\text{NH}_4$
4. K
5. Mg
6. アルギニン
7. Ca

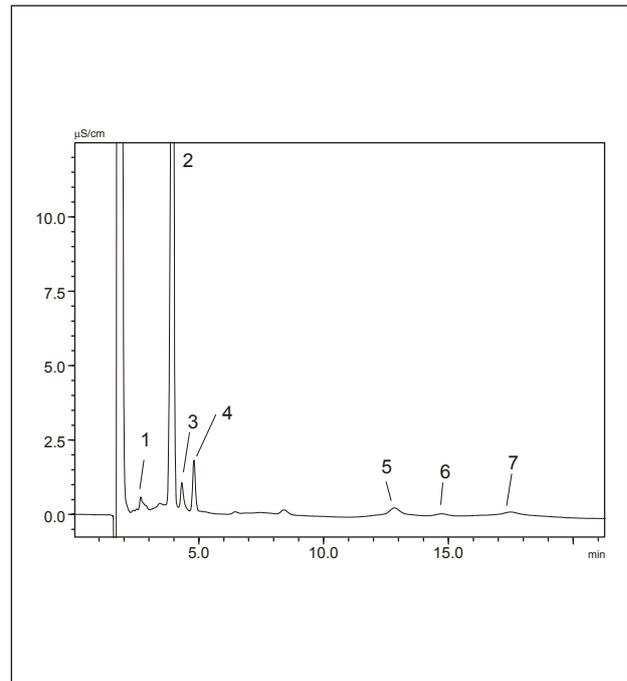


図 3.75 味噌 C

## Shim-pack SCR-102H

### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品 J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

味噌 1 g を 100 mL の超純水で溶解後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. くえん酸
3. りんご酸
4. こはく酸
5. 乳酸
6. ぎ酸
7. フマル酸
8. 酢酸
9. レブリン酸
10. ピログルタミン酸

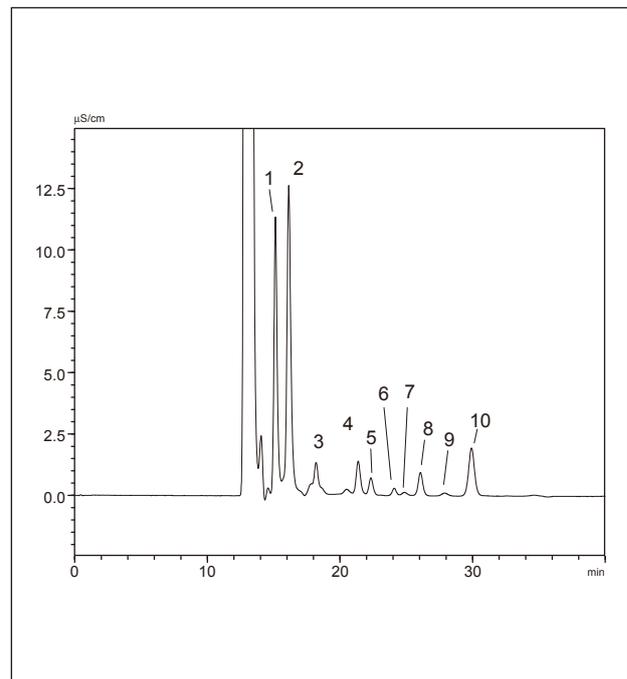


図 3.76 味噌 D

### 3.3.10 野菜の分析例(はくさい)

#### ■ Shim-pack IC-SA3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

擦りおろした後, 約10 gを秤量し, 超純水500 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. PO<sub>4</sub>
4. SO<sub>4</sub>
5. りんご酸

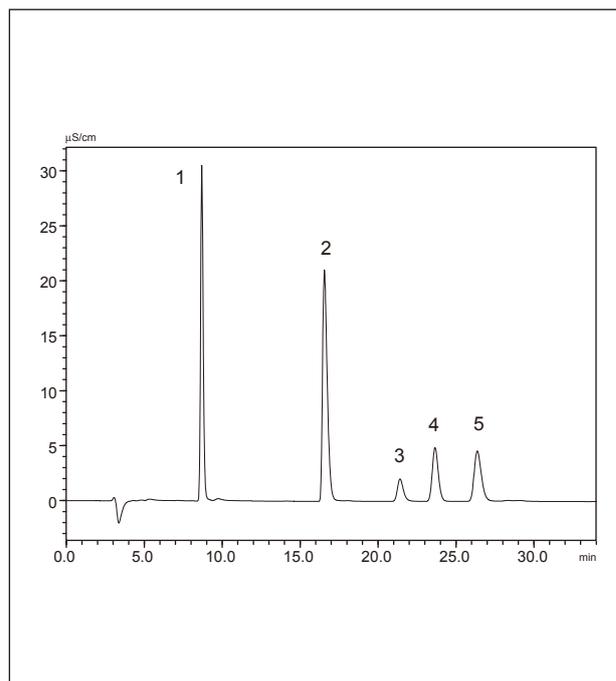


図 3.77 はくさい A

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

擦りおろした後, 約15 gを秤量し, 超純水500 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. Cl
3. りんご酸
4. NO<sub>3</sub>
5. フマル酸
6. SO<sub>4</sub>

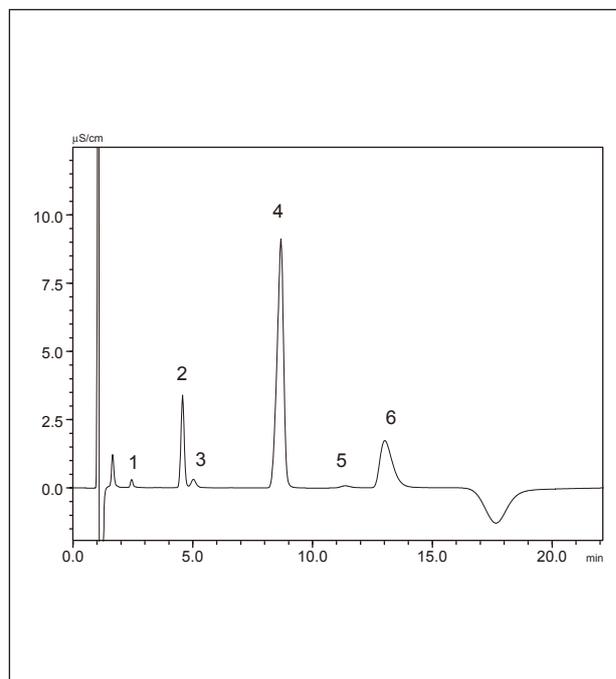


図 3.78 はくさい B

## Shim-pack SCR-102H

### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
 溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 20 mmol/L Bis-Tris  
 0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

擦りおろした後、約15 gを秤量し、超純水50 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ビルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. フマル酸

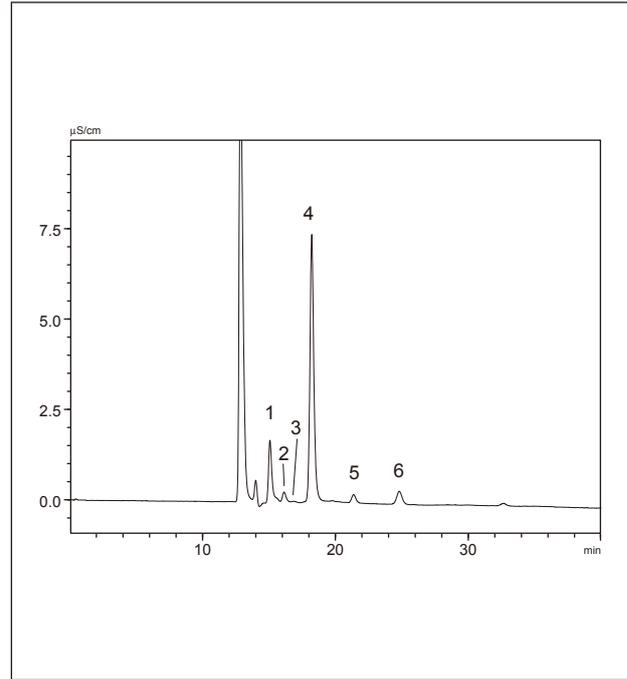


図 3.79 はくさい C

## Shim-pack IC-C4

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

擦りおろした後、約15 gを秤量し、超純水500 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. フェニルアラニン
5. Mg
6. Ca

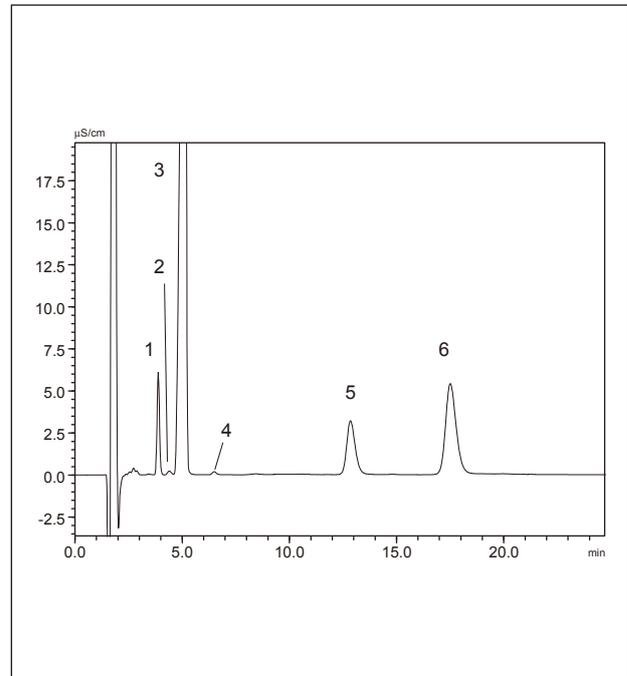


図 3.80 はくさい D

### 3.3.11 野菜の分析例(にんじん)

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

擦りおろした後、約5 gを秤量し、超純水500 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. Cl
3. りんご酸
4. NO<sub>3</sub>
5. フマル酸
6. SO<sub>4</sub>

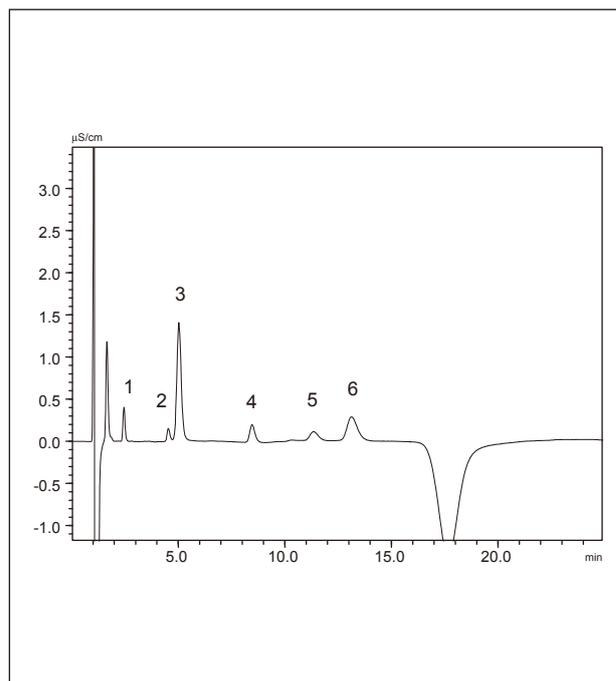


図 3.81 にんじん A

#### ■ Shim-pack SCR-102H

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

##### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
          20 mmol/L Bis-Tris  
          0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

##### ■ 前処理

擦りおろした後、約5 gを秤量し、超純水50 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ビルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. フマル酸

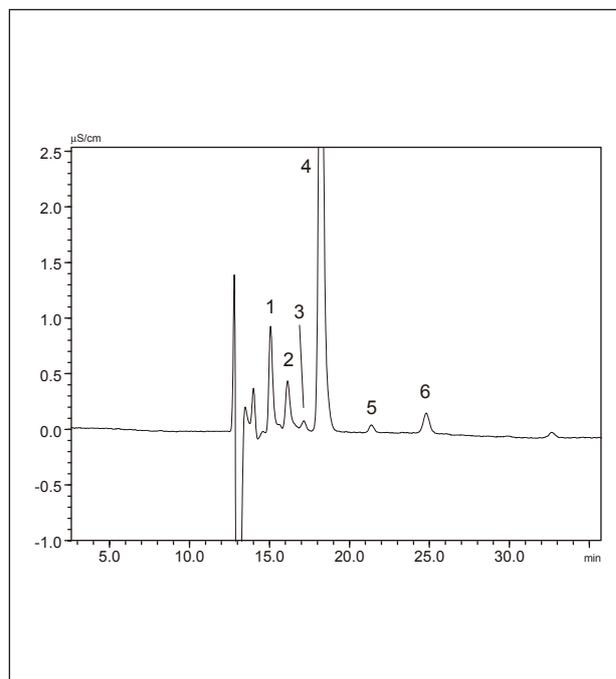


図 3.82 にんじん B

## ■ Shim-pack IC-C4

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

擦りおろした後, 約5 gを秤量し, 超純水500 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. グルタミン酸
2. バリン
3. Na
4.  $\text{NH}_4$
5. K
6. フェニルアラニン
7. Mg
8. アルギニン
9. Ca

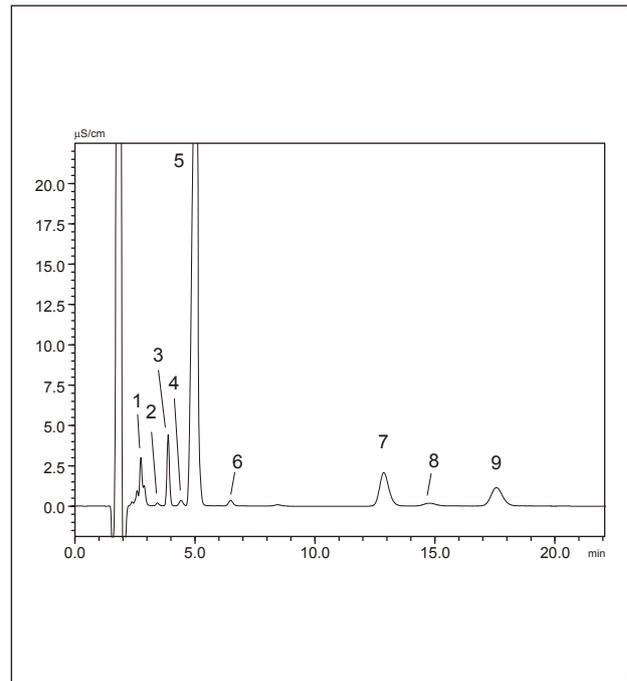


図 3.83 にんじん C

### 3.3.12 野菜の分析例(ほうれん草)

「ほうれん草」と「はくさい」ともに、硝酸イオンが多く含まれています。一般的に根菜類は、窒素肥料や土壤有機物由来の硝酸が多く吸収されます。EUでは、硝酸が体内で亜硝酸に還元されることにより健康被害を起こす可能性があるため、レタス及びほうれん草に含まれる硝酸塩に基準値を設けています。

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
3.2 mmol/L Bis-tris  
50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

擦りおろした後、約2 gを秤量し、超純水500 mLで溶解抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. Cl
3. りんご酸
4. NO<sub>3</sub>
5. しゅう酸
6. SO<sub>4</sub>

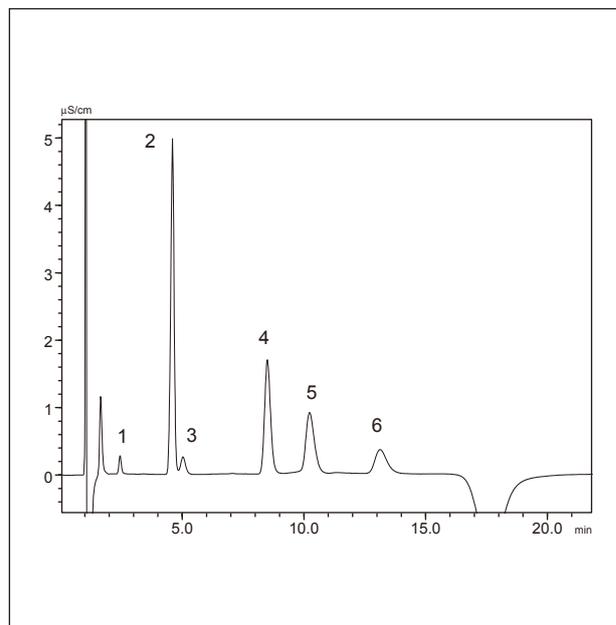


図 3.84 ほうれん草 A

#### ■ Shim-pack SCR-102H

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

##### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

##### ■ 前処理

擦りおろした後、約5 gを秤量し、超純水50 mLで抽出後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. ビルビン酸
4. りんご酸
5. こはく酸
6. フマル酸

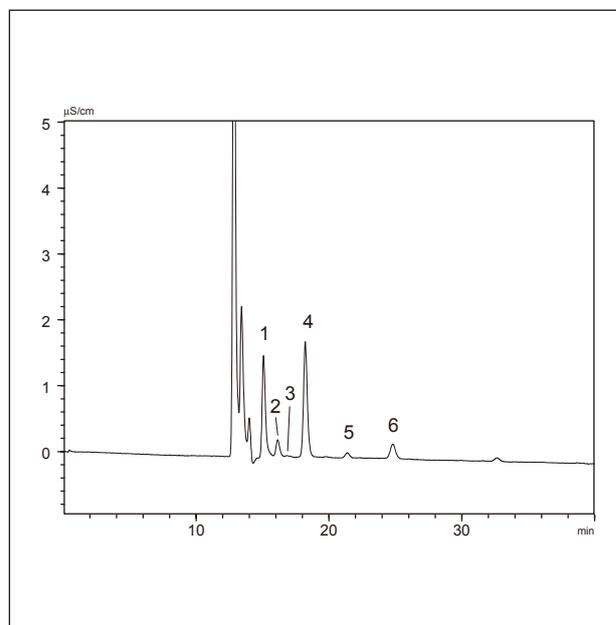


図 3.85 ほうれん草 B

## 3.3.13 ジュース類の分析例

## ■ Shim-pack IC-A3

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

遠心分離処理し、上澄みを超純水で50倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. 酢酸
2.  $\text{PO}_4$
3. F
4. ぎ酸
5. Cl
6.  $\text{NO}_3$
7.  $\text{SO}_4$

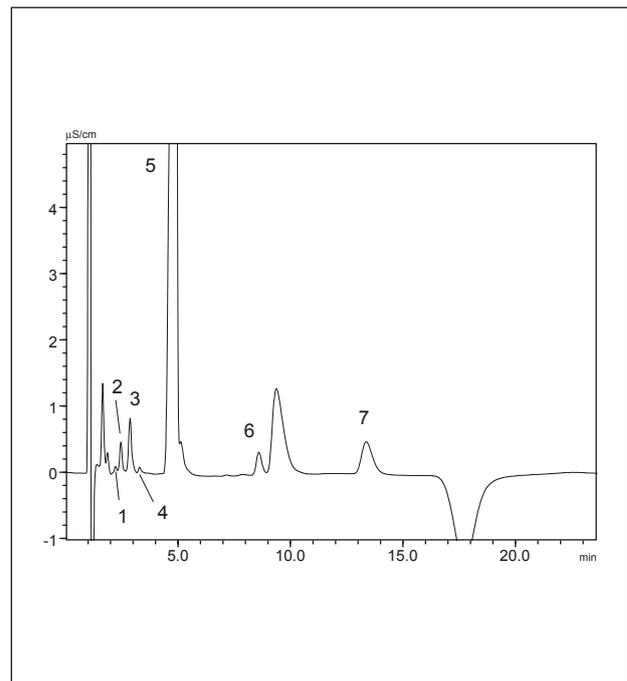


図 3.86 野菜ジュース A

## ■ Shim-pack IC-C4

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

遠心分離処理し、上澄みを超純水で25倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. アルギニン
6. Ca

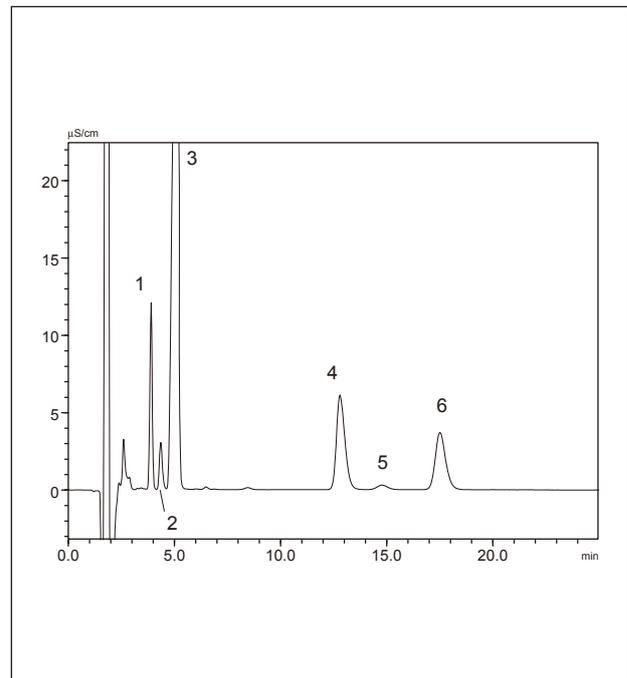


図 3.87 野菜ジュース B

## Shim-pack SCR-102H

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

遠心分離処理し、上澄みを超純水で10倍希釈後、ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. くえん酸
3. りんご酸
4. こはく酸
5. 乳酸
6. ぎ酸
7. 酢酸
8. ピログルタミン酸

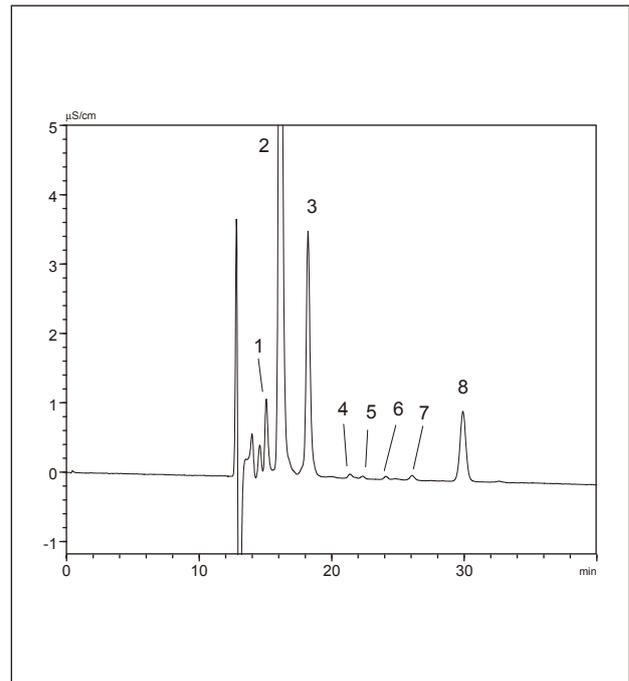


図 3.88 野菜ジュース C

りんごジュースは、その名の通り、りんご酸の含有量が多いことがわかります。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

遠心分離処理し、超純水で20倍希釈後ろ過 (0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. くえん酸
3. りんご酸
4. ぎ酸

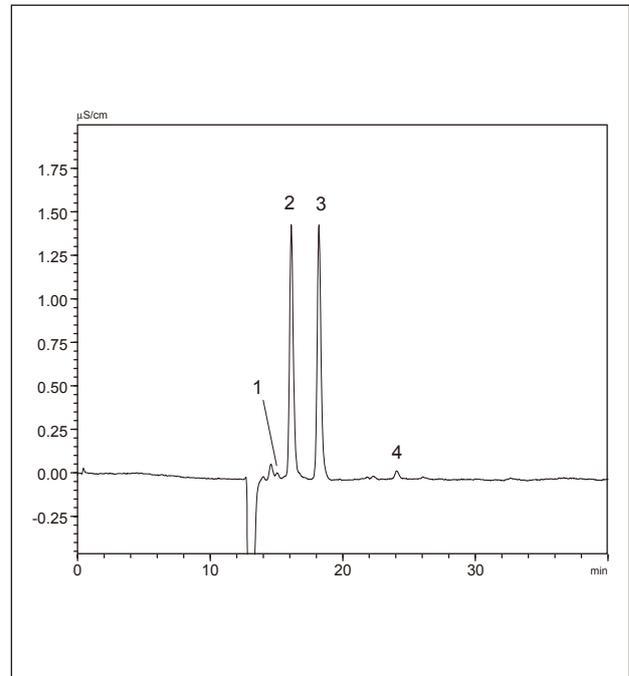


図 3.89 りんごジュース

### 3.3.14 牛乳の分析

牛乳はたんぱく質を多く含むため、前処理として限外ろ過による、除たんぱくが必要です。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク後、  
 超純水で100倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. PO<sub>4</sub>
4. SO<sub>4</sub>

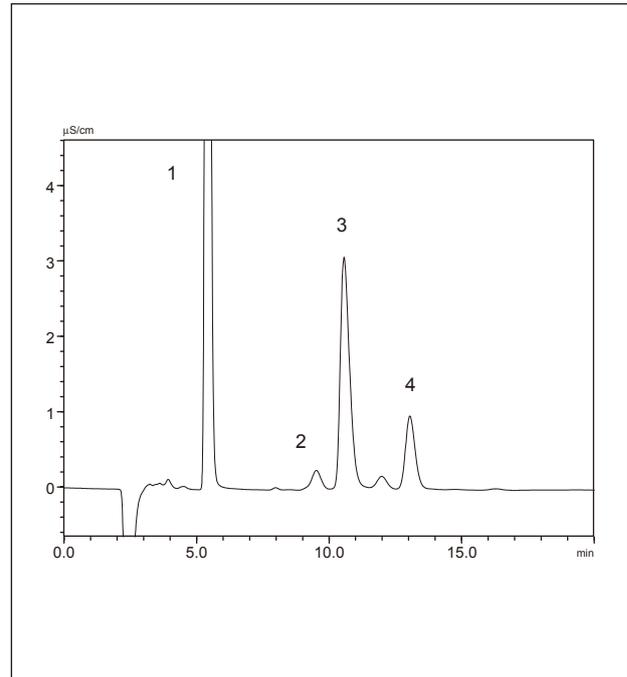


図 3.90 牛乳 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

酸性の溶離液を用いるノンサプレッサ方式では、くえん酸の解離が抑えられるために溶出が早く、短時間で分析ができます。また、牛乳はりん酸イオンを多く含んでいることが分かります。

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク後、  
 超純水で100倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. Cl
3. くえん酸
4. SO<sub>4</sub>

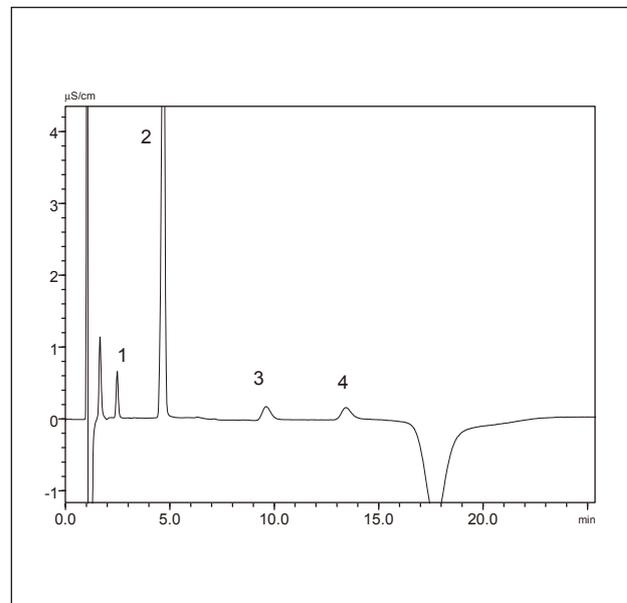


図 3.91 牛乳 B

## ■ Shim-pack SCR-102H

牛乳には多量のりん酸とくえん酸が含まれているのがわかります。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。

### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. くえん酸

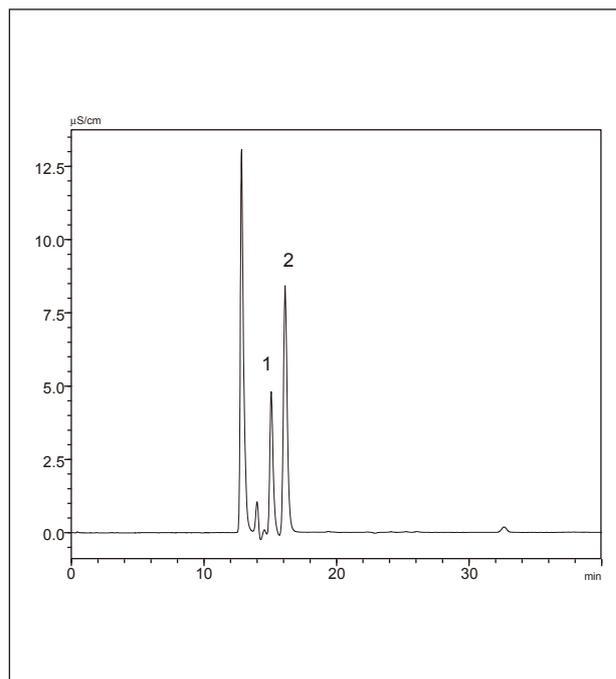


図 3.92 牛乳 C

## ■ Shim-pack IC-C4

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク後,  
超純水で100倍希釈

### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

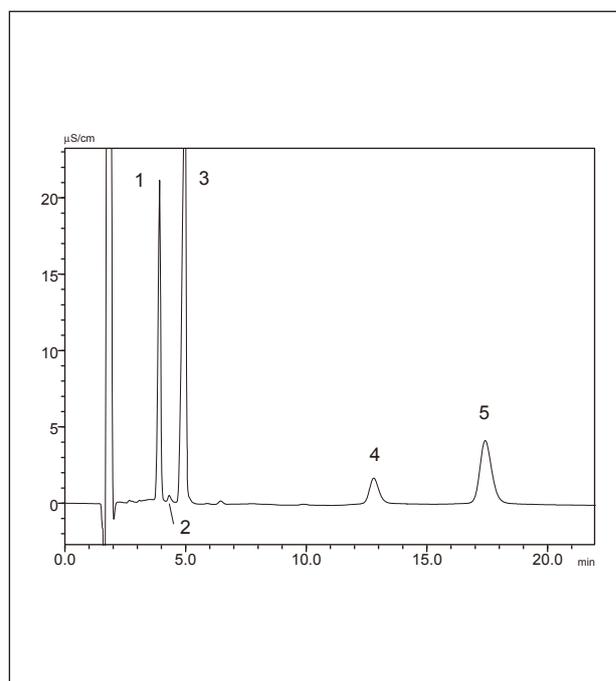


図 3.93 牛乳 D

### 3.3.15 食肉の分析例

食肉中の陰イオンを分析した例です。ここでは、挽肉の分析を行いました。

前処理として蒸留水を添加して、ホモジナイズし、遠心分離した後に限外ろ過膜で除タンパクしました。乳酸やりん酸が多く検出されています。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

挽肉約10 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後に、超純水で100倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl
3. PO<sub>4</sub>

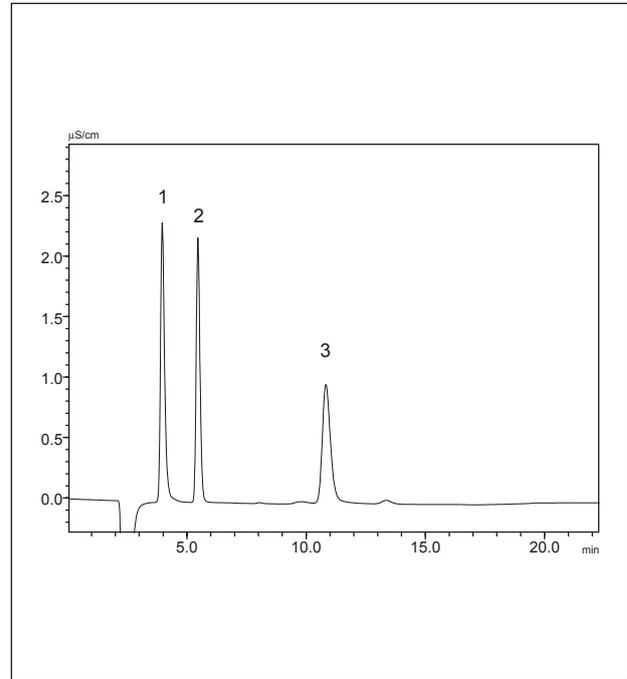


図 3.94 挽肉 A

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
           3.2 mmol/L Bis-tris  
           50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

挽肉約10 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後に、超純水で10倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. 乳酸
3. Cl

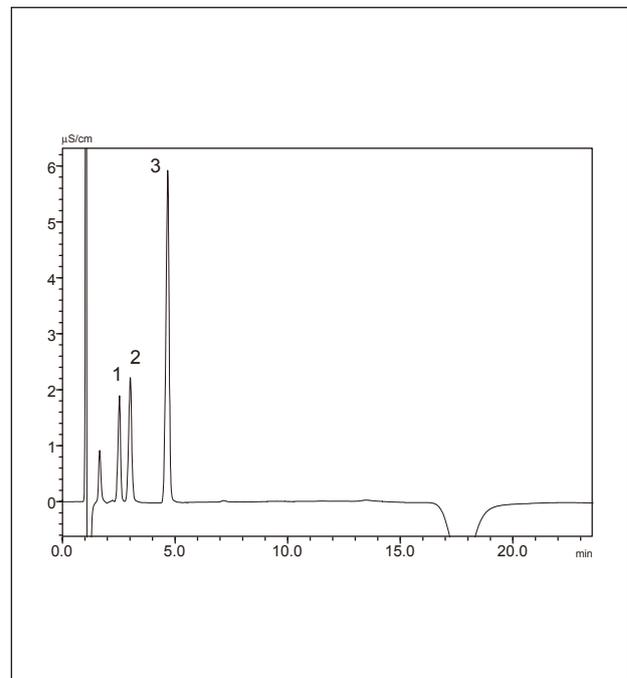


図 3.95 挽肉 B

## Shim-pack SCR-102H

### 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ポストカラム反応

反応液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
20 mmol/L Bis-Tris  
0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### 前処理

挽肉約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後に、超純水で5倍希釈

### ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. りんご酸
3. 乳酸

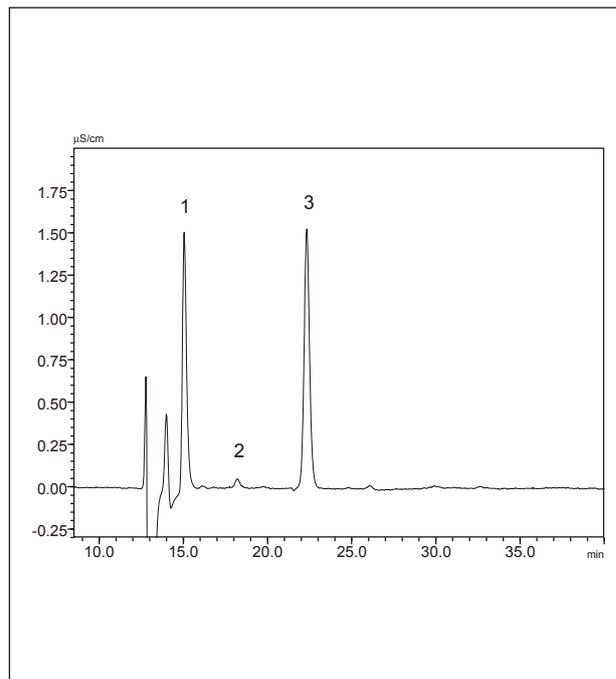


図 3.96 挽肉 C

## Shim-pack IC-C4

### 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### 前処理

挽肉約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後に、超純水で100倍希釈

### ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg

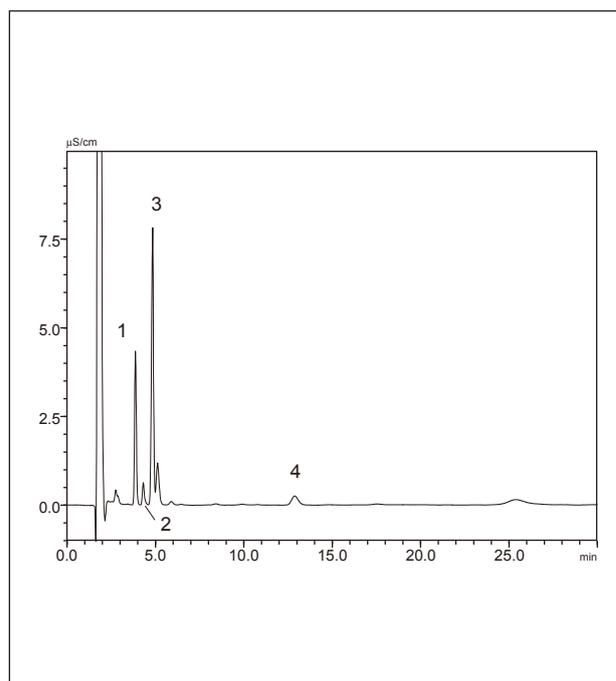


図 3.97 挽肉 D

## 3.3.16 ソーセージの分析例

## ■ Shim-pack IC-SA2

ソーセージなどの加工食肉には、発色剤として亜硝酸ナトリウムが使用されていることがあります。また、フマル酸はpH調整剤として、りん酸は保水性を高めるために添加されています。

電気伝導度検出器と吸光度検出器を併用することで、微量の亜硝酸イオンやフマル酸を精度良く分析することができます。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

## ■ 前処理

ソーセージ約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後、超純水で100倍希釈

## ■ ピーク成分

1. 乳酸
2.  $\text{PO}_4$
3. Cl
4.  $\text{NO}_2$
5.  $\text{NO}_3$
6.  $\text{SO}_4$
7. フマル酸

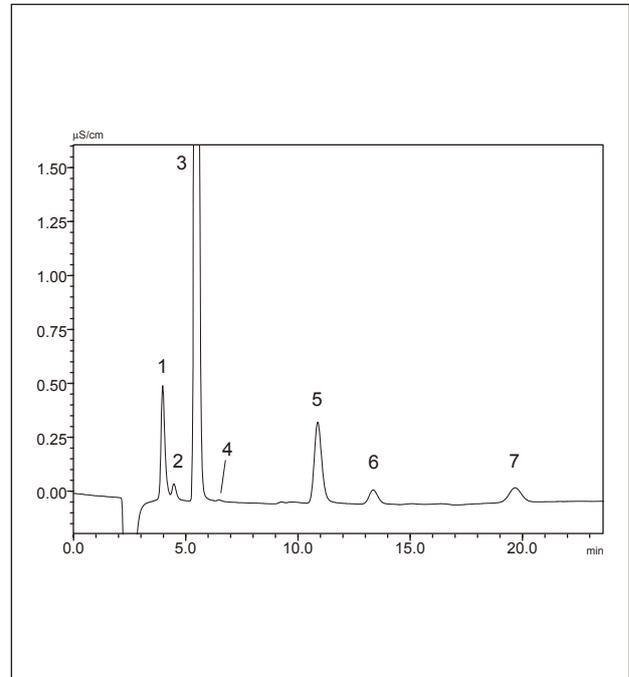


図 3.98 ソーセージ A

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : UV-VIS検出器 (210 nm)

## ■ 前処理

同上

## ■ ピーク成分

同上

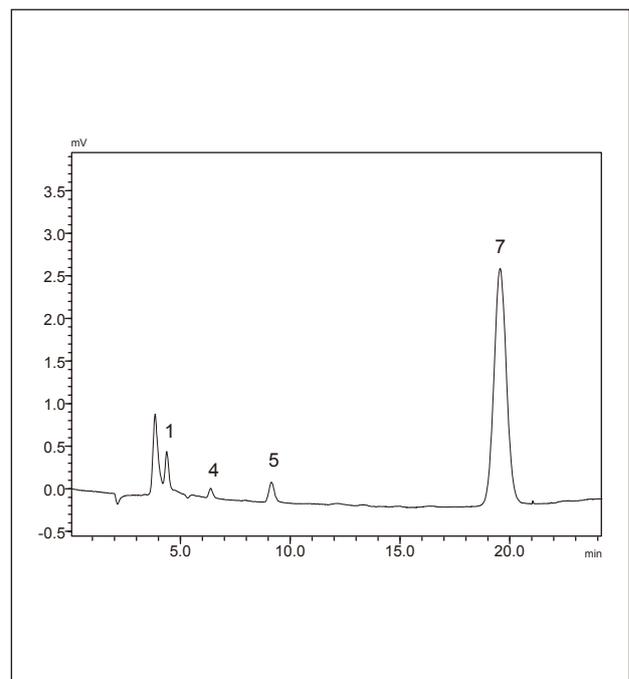


図 3.99 ソーセージ B

## ■ Shim-pack IC-A3

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

ソーセージ約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後に、超純水で10倍希釈

### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. 乳酸
3. ぎ酸
4. Cl
5. NO<sub>2</sub>
6. NO<sub>3</sub>
7. フマル酸
8. SO<sub>4</sub>

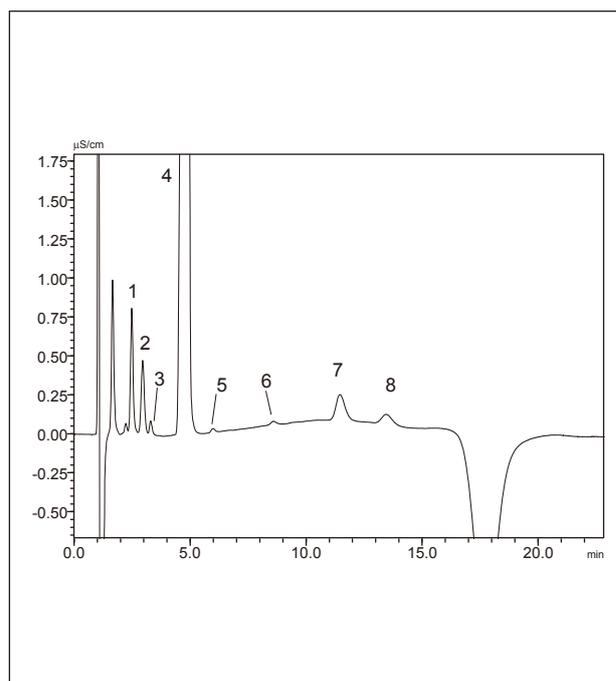


図 3.100 ソーセージ C

## ■ Shim-pack SCR-102H

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (2本)  
溶離液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 10  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C

### ■ ポストカラム反応

反応液 : 5 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
          20 mmol/L Bis-Tris  
          0.1 mmol/L EDTA-4H  
流量 : 0.8 mL/min  
温度 : 40  $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
反応部 : 配管部品J  
検出器 : 電気伝導度検出器

### ■ 前処理

ソーセージ約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。

### ■ ピーク成分

1. PO<sub>4</sub>
2. くえん酸
3. りんご酸
4. こはく酸
5. 乳酸
6. ぎ酸
7. フマル酸
8. 酢酸

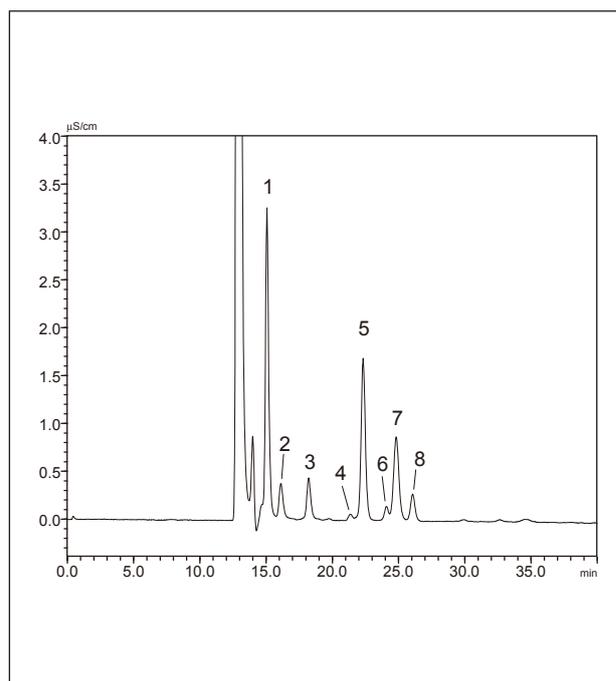


図 3.101 ソーセージ D

## ■ Shim-pack IC-C4

ソーセージなどの加工食肉には、旨みの調味料としてグルタミン酸ナトリウムやイノシン酸ナトリウムなどが添加されることがあります。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

ソーセージ約5 gに100 mLの超純水を加えてホモジナイズし、遠心分離後、限外ろ過膜(分画分子量10000)で除タンパク。その後、超純水で100倍希釈

### ■ ピーク成分

1. グルタミン酸
2. Na
3.  $\text{NH}_4$
4. K
5. Mg
6. Ca

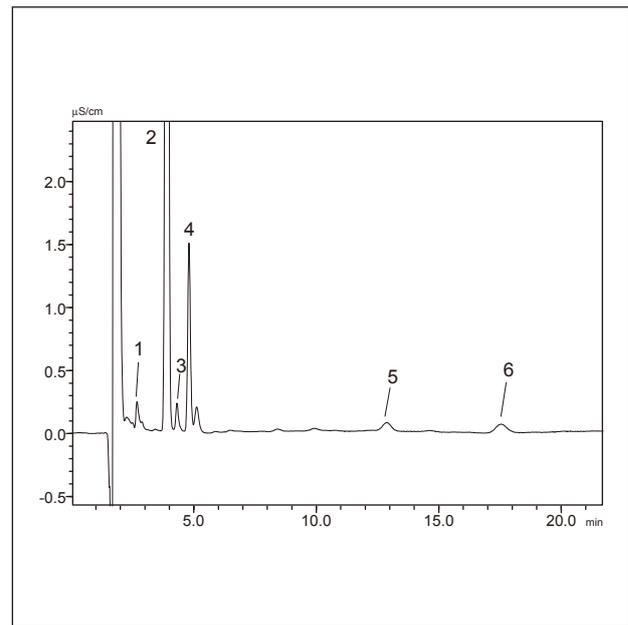


図 3.102 ソーセージ E

### 3.3.17 市販チューブわさびの分析

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

チューブわさび 1 g に 100 mL の超純水を加えホモジナイズ後、遠心分離。さらに上澄みをろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で100倍希釈する。

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. PO<sub>4</sub>
4. SO<sub>4</sub>

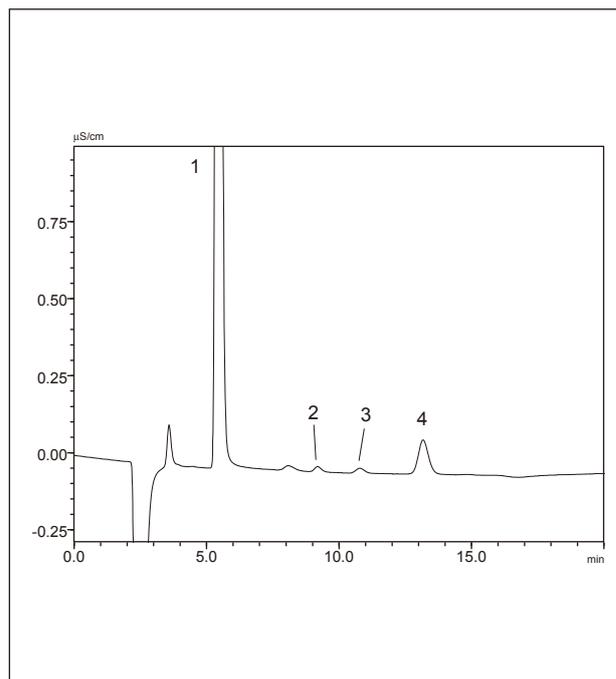


図 3.103 チューブわさび A

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

チューブわさび 1g に 100 mL の超純水を加え、ホモジナイズ後、遠心分離。さらに上澄みをろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で100倍希釈する

##### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

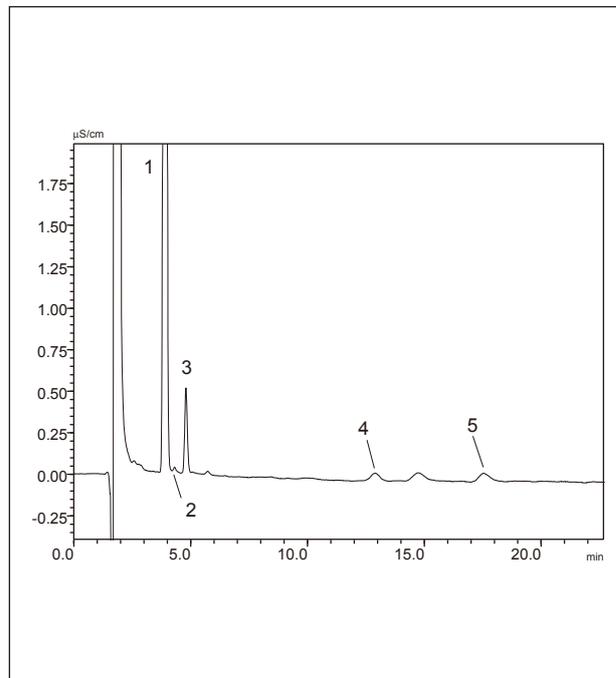


図 3.104 チューブわさび B

## 3.3.18 食パン抽出液の分析

## ■ Shim-pack IC-A3

フマル酸などの食品添加剤由来の成分も検出されています。

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
 溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
 3.2 mmol/L Bis-tris  
 50 mmol/L ほう酸  
 流量 : 1.2 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

パン約15 gに100 mLの超純水を加え、ホモジナイズ後、遠心分離する。さらに上澄みをろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で10倍希釈する。

## ■ ピーク成分

1. 酢酸
2.  $\text{PO}_4$
3. ぎ酸
4. Cl
5. フマル酸
6.  $\text{SO}_4$

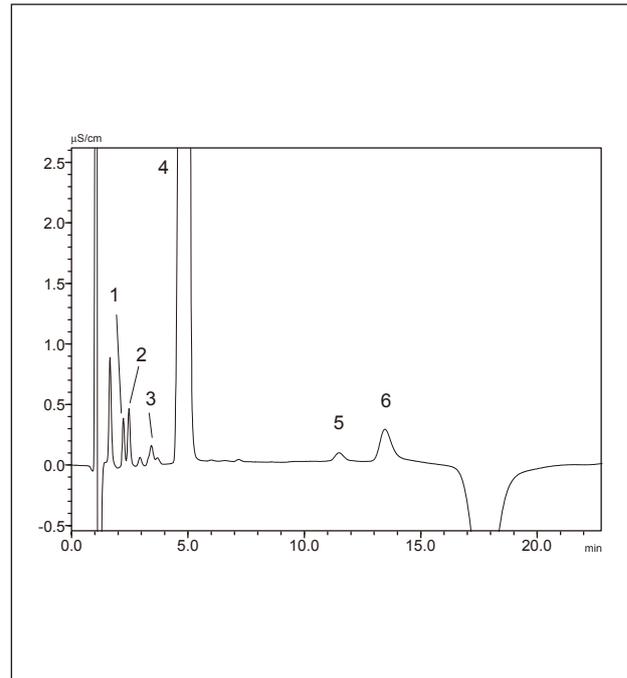


図 3.105 パン A

## ■ Shim-pack IC-C4

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

パン約15 gに100 mLの超純水を加え、ホモジナイズ後、遠心分離する。さらに上澄みをろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で10倍希釈する。

## ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

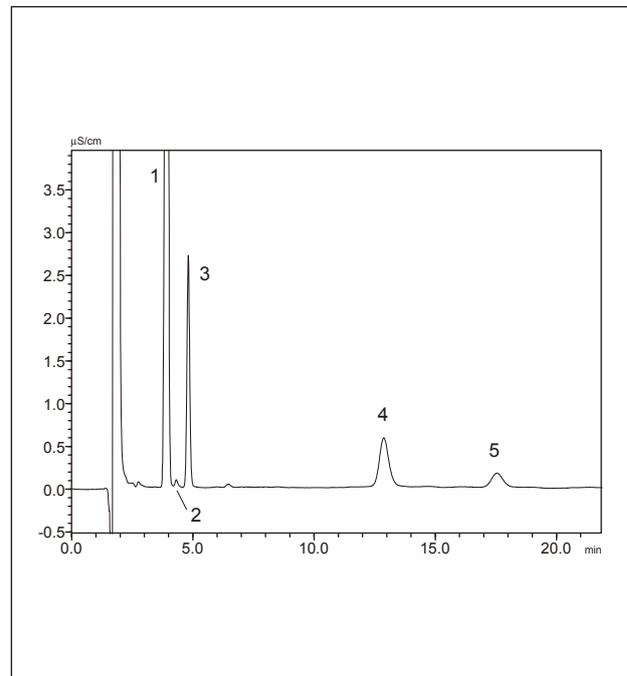


図 3.106 パン B

## ■ Shim-pack VP-ODS

ポストカラム誘導体化法により、パン中の臭素酸を分析した例です。誘導体化にはO-ジアニシジン法を利用します。

臭素酸カリウムは食品添加物としてパンのみに添加が認められています。パン膨らみ方や食感を向上させるためにパン生地に添加されている成分です。安全性の問題から「最終食品には残存しないこと」が条件付けられており、臭素酸カリウムが最終製品であるパン中に残存していないことを確認する必要があります。

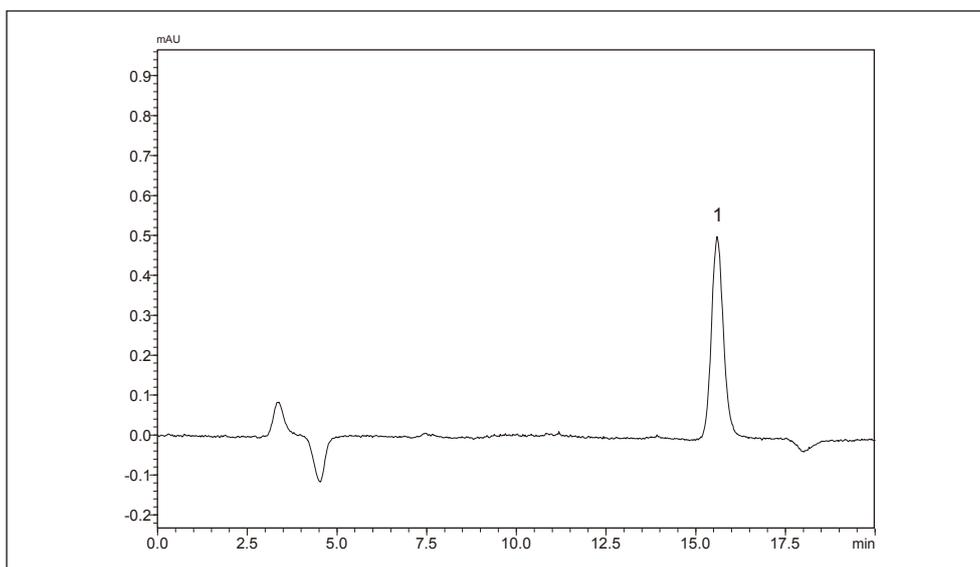


図 3.107 パン C

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack VP-ODS (4.6 mm.i.d × 250 mm.L)  
溶離液 : メタノール 100 mL に脱気した水 700 mL を加え、酢酸 2.0 g, 10 % テトラ : -n-ブチルアンモニウムヒドロキシド (TBAH) 45 g を加えて混和後, 10 % : TBAH で pH 5.0 に調整し, 脱気した水で 1000 mL とした溶液  
溶離液流量 : 0.9 mL/min  
温度 : 40 °C  
反応液 : 脱気した水 700 mL に硝酸 60 mL, 臭化カリウム 10 g を加え, これに o-ジア : ニシジン・二塩酸塩 500 mg をメタノール 200 mL で結晶が残らないように : 完全に溶解した液を加え, 脱気した水で 1000 mL とした溶液  
反応液流量 : 0.3 mL/min  
反応部 : 臭素酸分析配管部キット (o-ジアニシジン)  
反応温度 : 60 °C  
注入量 : 100 μL  
検出器 : 吸光度検出器 (450 nm)  
前処理 : 粉碎したパンを 5 g 秤量し, 水を 50 mL を加えてマグネチックスターラーにより室温で 30 分間攪拌し, その後 10 分間遠心分離する. 上清をろ紙 (No.5A) でろ過し, ろ液 10 mL を正確に量り採り, 孔径 0.2 μm のディスポーザブルフィルターと銀カラムカートリッジ, 陰イオン交換カートリッジで処理する. 流下後, ディスポーザブルフィルターと銀カラムカートリッジをはずし, 陰イオン交換カートリッジに 20 v/v% 酢酸 1 mL, 続いて水 2 mL を通して洗浄した後, 0.5 % 硝酸ナトリウム溶液 1 mL で溶出し, その溶出液を試料液とした。

### ■ ピーク成分

1. 臭素酸カリウム : パン 5 g に 50 μg 添加

## 3.4 生化学・薬学

### 3.4.1 目薬の分析

#### ■ Shim-pack IC-SA2

目薬の成分で、目のかゆみをとるために含まれているマレイン酸クロルフェニラミン由来のマレイン酸が検出されています。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. Cl
2. マレイン酸

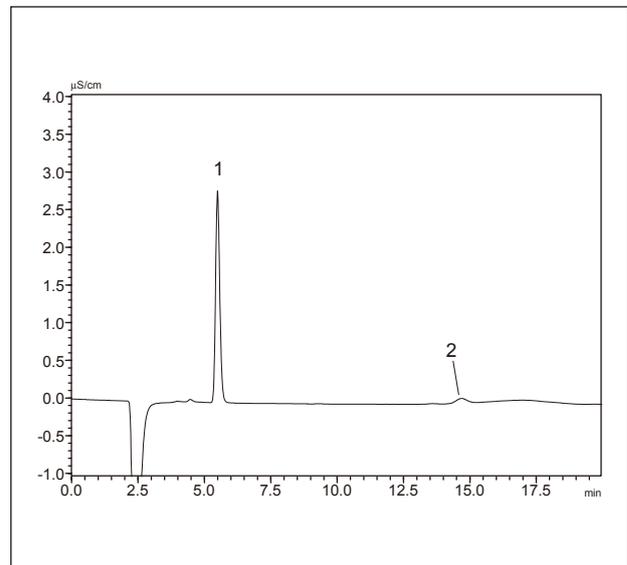


図 3.108 目薬 A

#### ■ Shim-pack SCR-102H

ほう酸のpKaは9.24であるため、ポストカラムpH緩衝化法によりpHを上げ、ほう酸を解離させて電気伝導度検出しています。モノエタノールアミンを反応液で使用することで、ほう酸の解離がより促進されます。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack SCR-102H (1本)  
 溶離液 : 2.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
 流量 : 0.8 mL/min  
 注入量 : 10  $\mu$ L  
 温度 : 45  $^{\circ}$ C

#### ■ ポストカラム反応

反応液 : 2.0 mmol/L p-トルエンスルホン酸  
           8.0 mmol/L モノエタノールアミン  
           0.1 mmol/L EDTA-4H  
 流量 : 0.8 mL/min  
 温度 : 45 $^{\circ}$ C (カラムオープン使用)  
 反応部 : 配管部品J  
 検出器 : 電気伝導度検出器

#### ■ 前処理

超純水で10倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

#### ■ ピーク成分

1. ほう酸

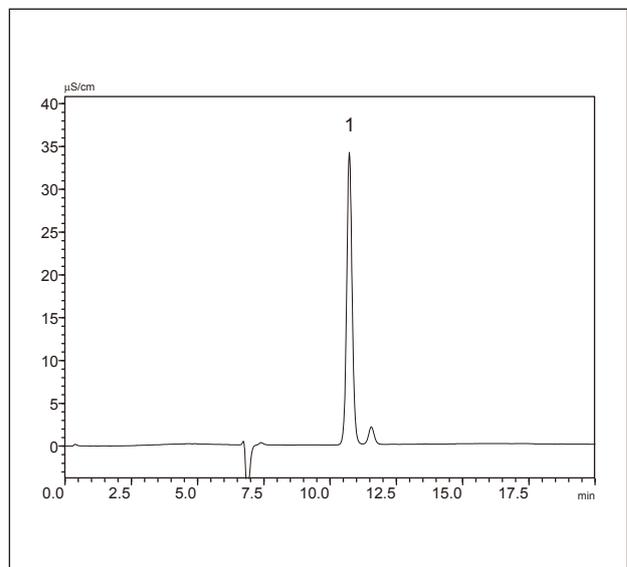


図 3.109 目薬 A

### 3.4.2 輸液用電解質液の分析

#### ■ Shim-pack IC-A3

リンゲル液は細胞外液と似た電解質組成になるように作られており、塩化カルシウムや塩化カリウム、塩化ナトリウムなどが含まれています。また、アルカリ化剤として乳酸ナトリウムや酢酸ナトリウムが配合されています。ここでは、乳酸リンゲル液の分析を行いました。

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で100倍希釈

#### ■ ピーク成分

1. 乳酸
2. Cl

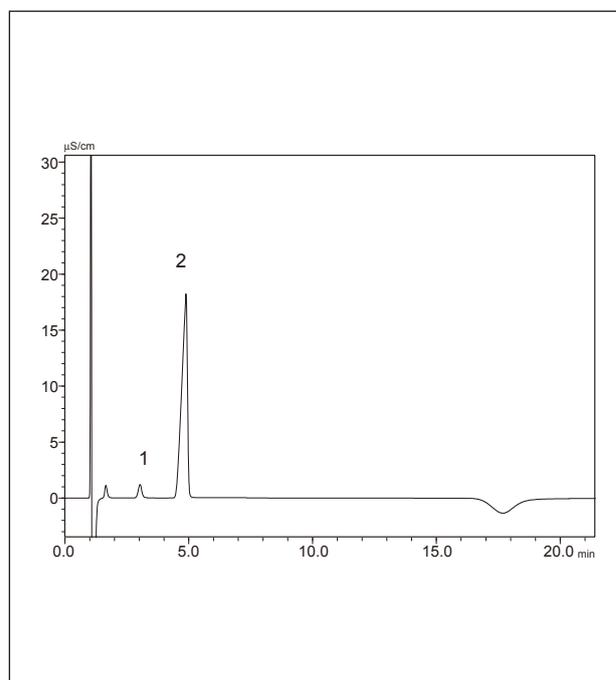


図 3.110 輸液 A

#### ■ Shim-pack IC-C4

#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

#### ■ 前処理

超純水で100倍希釈

#### ■ ピーク成分

1. Na
2. K
3. Ca

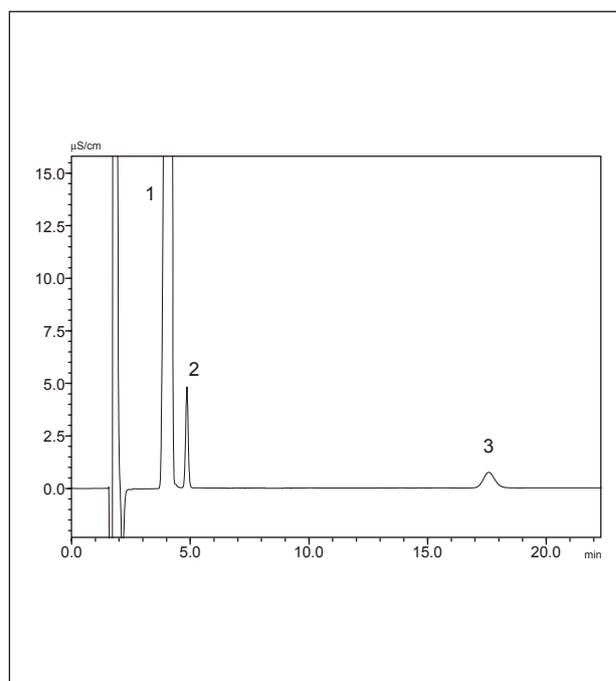


図 3.111 輸液 A

## 3.4.3 ビタミン剤の分析

## ■ Shim-pack IC-SA2

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流 量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温 度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

## ■ 前処理

ビタミン剤0.9 gを微粉碎した後に10 mLの超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)。さらに超純水で10倍希釈。

## ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. PO<sub>4</sub>
4. SO<sub>4</sub>

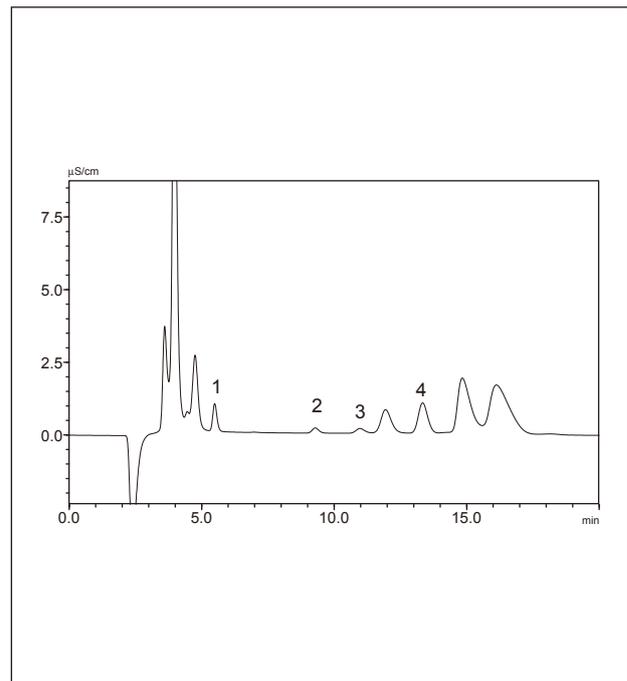


図 3.112 ビタミン剤 A

## ■ Shim-pack IC-C4

## ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流 量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温 度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

## ■ 前処理

ビタミン剤0.9 gを微粉碎した後に10 mLの超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

## ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

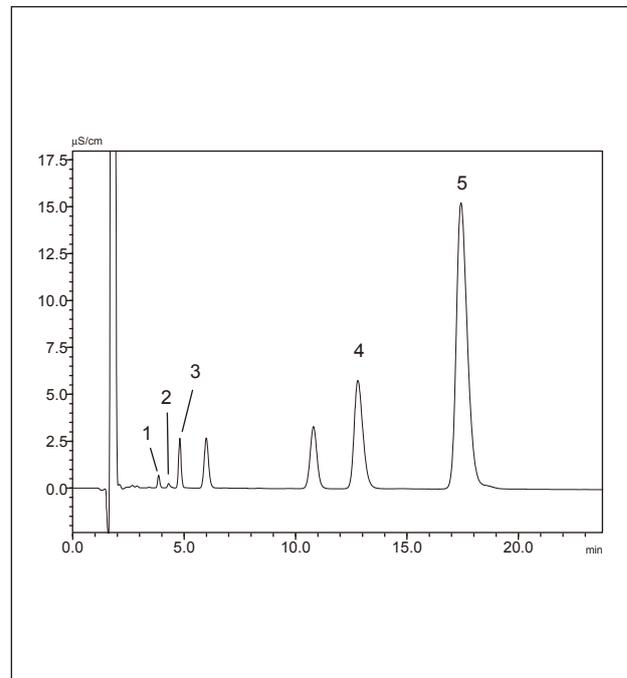


図 3.113 ビタミン剤 B

### 3.4.4 栄養ドリンク剤の分析

#### ■ Shim-pack IC-SA3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA3  
溶離液 : 3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 0.8 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 45  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ)

##### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>3</sub>
3. りんご酸

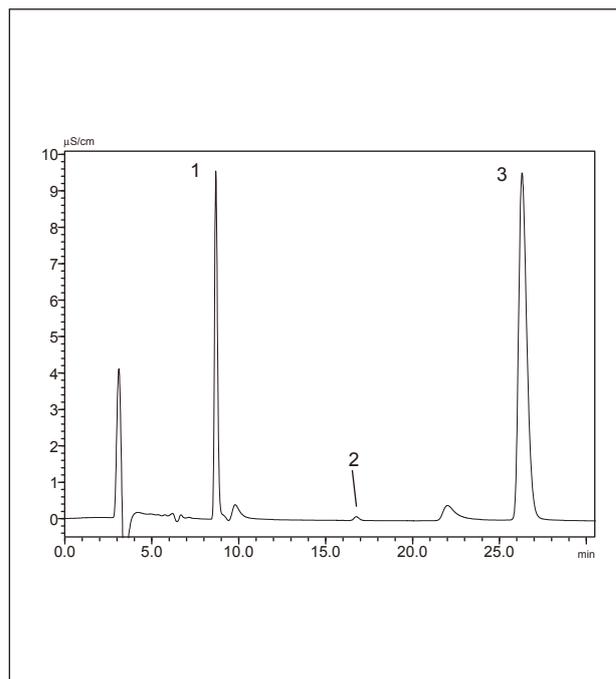


図 3.114 栄養ドリンク A

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

超純水で100倍希釈後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K

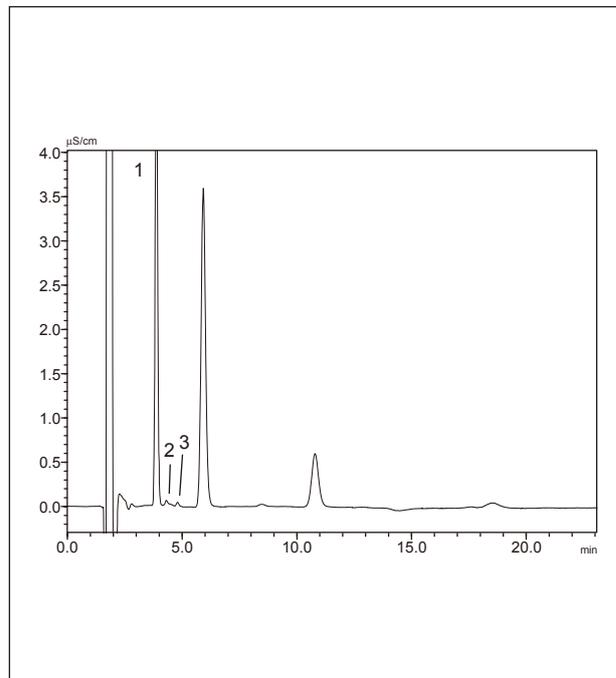


図 3.115 栄養ドリンク B

### 3.4.5 生薬の分析

ここでは、桂皮(ケイヒ)と甘草(カンゾウ)の分析をしています。前処理として生薬を粉碎し、蒸留水を添加したのち、遠心分離し、メンブランフィルタでろ過を行った後に分析しました。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

桂皮0.2 gを粉碎した後に10 mLの超純水を加えて攪拌し、遠心分離。その後、ろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で10倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. PO<sub>4</sub>
3. SO<sub>4</sub>

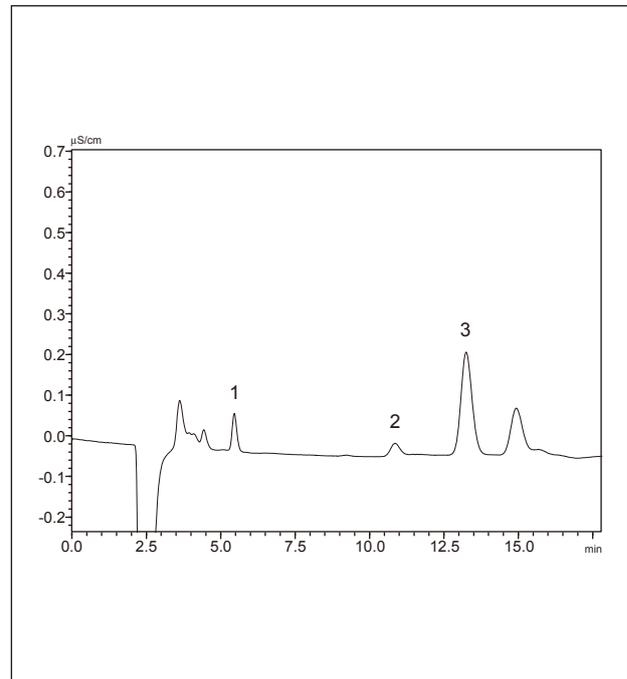


図 3.116 桂皮 A

#### ■ Shim-pack IC-C4

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
 溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 40  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

甘草0.2 gを粉碎した後に10 mLの超純水を加えて攪拌し、遠心分離。その後、ろ過(0.2  $\mu$ m)し、超純水で10倍希釈

##### ■ ピーク成分

1. Na
2. NH<sub>4</sub>
3. K
4. Mg
5. Ca

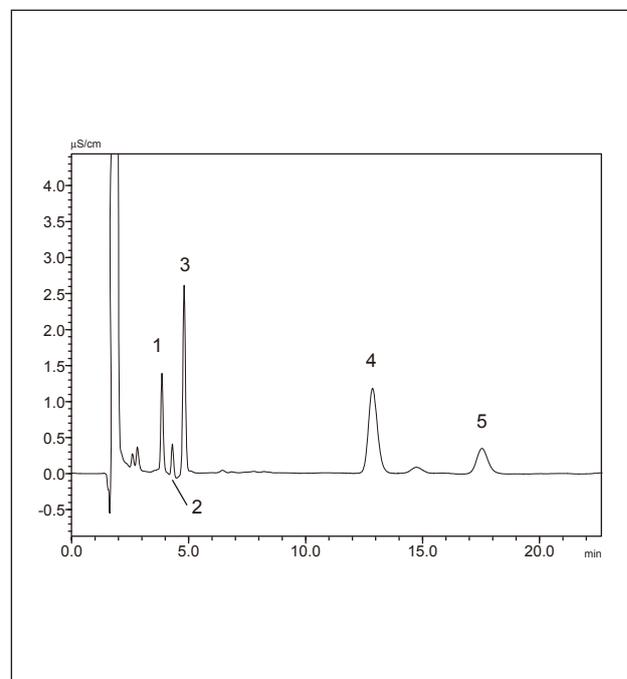


図 3.117 甘草 A

### 3.4.6 歯磨き粉の分析

虫歯予防率を上げるために、歯磨き粉に、モノフルオロリン酸ナトリウムやふっ化ナトリウムなどを添加することがあります。ここでは、これらのふっ素配合の表記のある歯磨き粉を分析しました。

#### ■ Shim-pack IC-A3

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A3  
溶離液 : 8.0 mmol/L p-ヒドロキシ安息香酸  
          3.2 mmol/L Bis-tris  
          50 mmol/L ほう酸  
流量 : 1.2 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

##### ■ 前処理

歯磨き粉 1.4 g に 100 mL の超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)。さらに超純水で10倍希釈。

##### ■ ピーク成分

1.  $\text{PO}_4$
2. F
3. Cl
4. モノフルオロりん酸
5.  $\text{SO}_4$

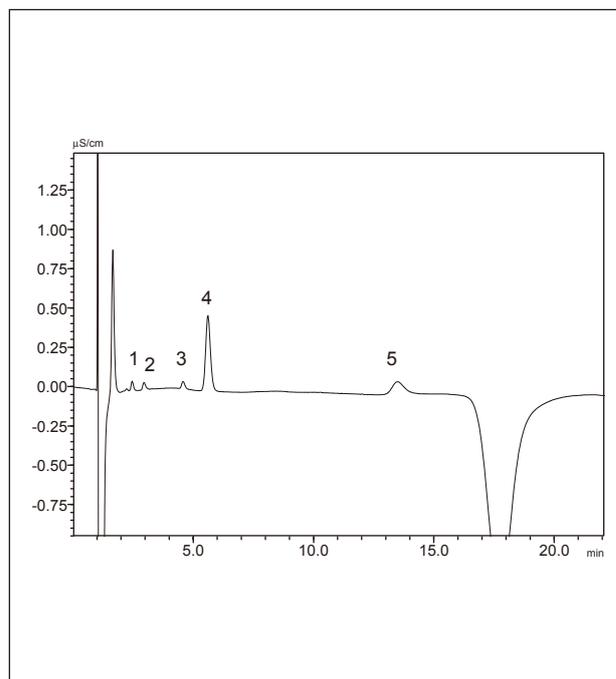


図 3.118 歯磨き粉 A

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
          0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
流量 : 1.5 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 30  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

歯磨き粉約 1.5 g に 100 mL の超純水を加えて攪拌し、遠心分離後ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. F
2. Cl
3.  $\text{PO}_4$

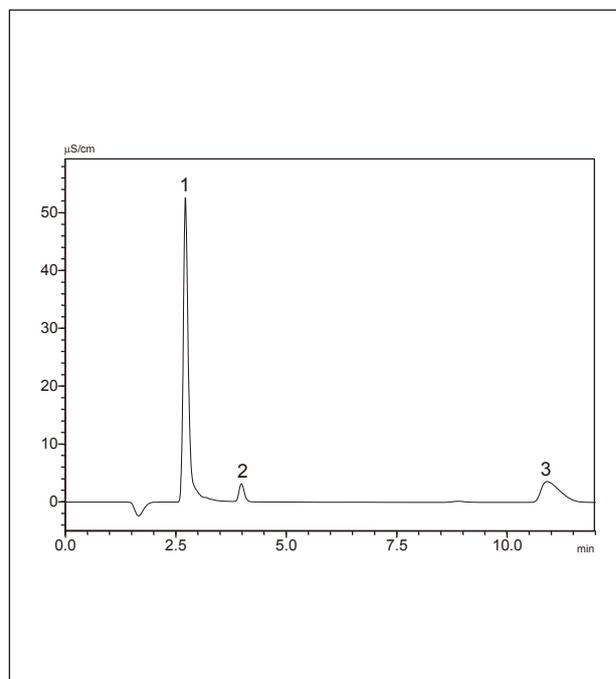


図 3.119 歯磨き粉 B

## 3.5 農芸化学

### 3.5.1 土壌の分析

庭土と野菜園用の土を超純水で抽出して分析しました。

#### ■ Shim-pack IC-SA2

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

庭土 3 g に 30 mL の超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>2</sub>
3. NO<sub>3</sub>
4. PO<sub>4</sub>
5. SO<sub>4</sub>

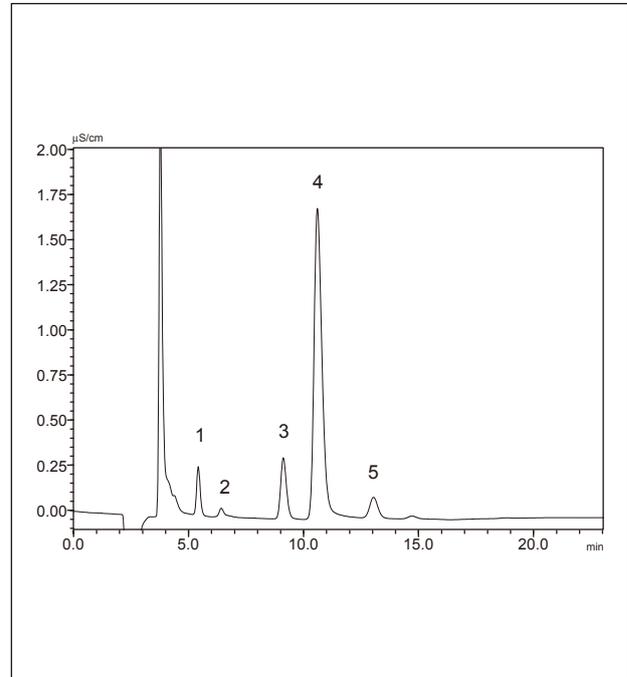


図 3.120 庭土 A

##### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-SA2  
 溶離液 : 12 mmol/L 炭酸水素ナトリウム  
           0.6 mmol/L 炭酸ナトリウム  
 流量 : 1.0 mL/min  
 注入量 : 50  $\mu$ L  
 温度 : 30  $^{\circ}$ C  
 検出器 : 電気伝導度検出器(サプレッサ方式)

##### ■ 前処理

野菜園用土 3 g に 30 mL の超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

##### ■ ピーク成分

1. Cl
2. NO<sub>2</sub>
3. NO<sub>3</sub>
4. PO<sub>4</sub>
5. SO<sub>4</sub>

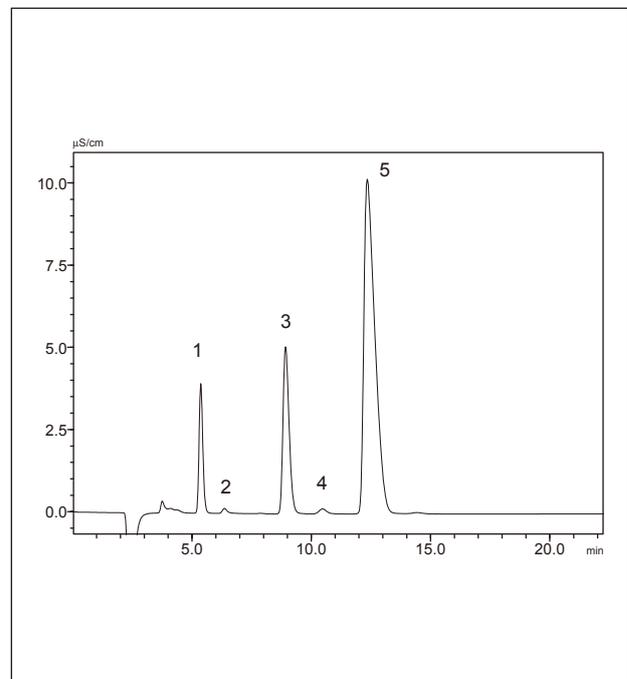


図 3.121 野菜園用土 A

## ■ Shim-pack IC-C4

庭土と施肥後の土を超純水で抽出し分析しました。

施肥を行なった土には植物の成長には不可欠なカリウムイオン、マグネシウム、カルシウムイオンの増加が見られます。

### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-C4  
溶離液 : 2.5 mmol/L しゅう酸  
流量 : 1.0 mL/min  
注入量 : 50  $\mu$ L  
温度 : 40  $^{\circ}$ C  
検出器 : 電気伝導度検出器(ノンサプレッサ方式)

### ■ 前処理

庭土 3 g に 30 mL の超純水を加えて攪拌し、遠心分離後、ろ過(0.2  $\mu$ m)

### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

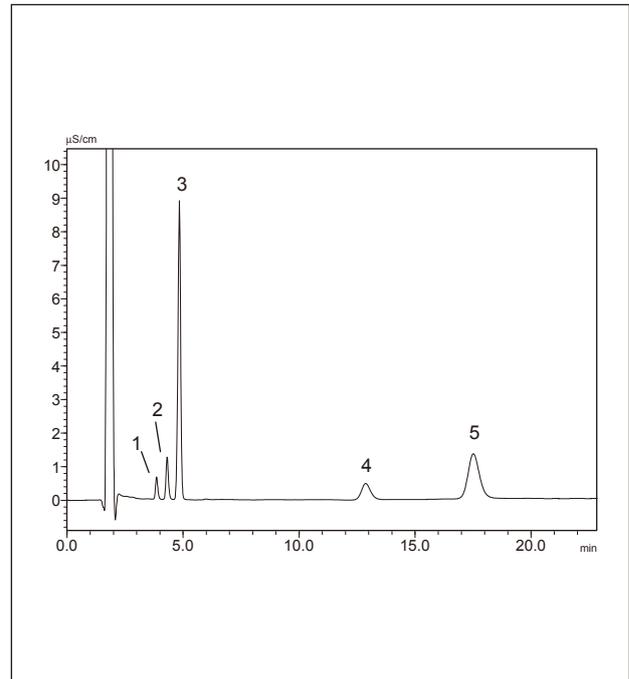


図 3.122 庭土 B

### ■ 分析条件

同上

### ■ 前処理

同上

### ■ ピーク成分

1. Na
2.  $\text{NH}_4$
3. K
4. Mg
5. Ca

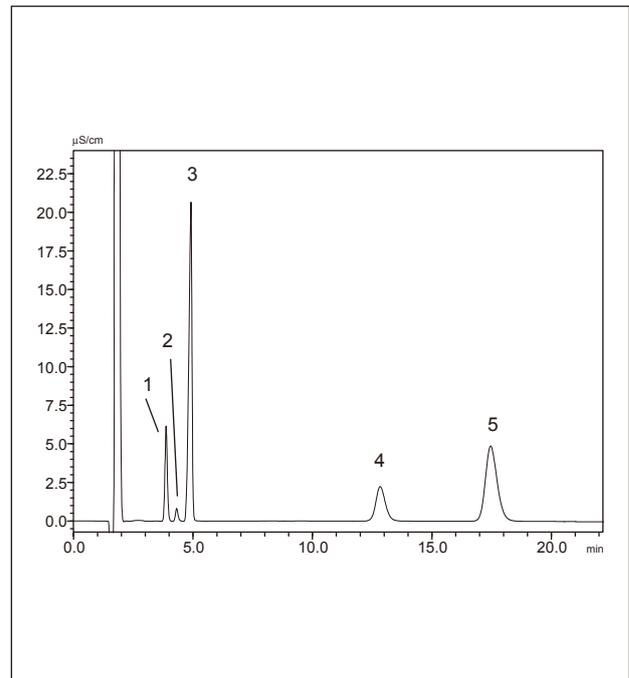


図 3.123 野菜園用土 B

## 4. 試料の前処理

試料中の目的成分を感度良く、安定に分析するためには、試料中の夾雑成分の影響を極力抑える必要があります。夾雑成分による流路の汚染やカラム入口フィルターの目詰まり、カラム充てん剤への吸着による性能劣化などが起こります。以下に、イオンクロマトグラフィーにおける代表的な前処理法をご紹介します。イオンクロマトグラフィーにおいて対象となるイオンはあらゆる環境中に存在するため、器具や容器を含めた前処理における試料のコンタミネーションには十分に注意が必要です。

### 4.1 ろ過

試料中の微粒子や微細な懸濁物質をメンブランフィルターで物理的に除去し、カラムや流路の目詰まりを防ぐのにもっとも有効な方法です。シリンジの先に取り付けて使用するタイプのメンブランフィルターが一般的です。孔径0.2～0.45  $\mu\text{m}$ のディスポーザブルメンブランフィルターが市販されています。ろ過する液体の種類により、非水系と水系と別れますが、ろ過によるコンタミネーションを考慮したイオンクロマトグラフィー専用のフィルターも市販されています。

表 4.1 イオンクロマトグラフィー専用フィルター

名称	孔径	直径	部品番号
イオンクロマト アクロディスク 13	0.2 $\mu\text{m}$	13 mm	4483T*
イオンクロマト アクロディスク 25	0.2 $\mu\text{m}$	25 mm	4583T*
フィルター 4AI	0.45 $\mu\text{m}$	4 mm	670-12540-11
フィルター 13AI	0.45 $\mu\text{m}$	13 mm	670-12540-12
フィルター 25AI	0.45 $\mu\text{m}$	25 mm	670-12540-13

\*鳥津ジーエルシー総合カタログより

### 4.2 希釈

試料中の分析対象イオン濃度が高い場合は、適正な濃度まで試料を希釈する必要があります。夾雑成分が他の前処理で取り除けない場合、夾雑成分の濃度を下げることによって目的成分との分離を改善できる場合もあります。試料の希釈は一般に超純水または溶離液を用いて行います。超純水で希釈する場合、注入する試料のマトリクス中には溶離液成分が含まれないため、分析カラム先端で目的イオン成分が濃縮され、シャープなピーク形状が得られやすくなります。一方、溶離液と試料溶液のpHが大きく異なる場合には溶離液で希釈します。また、水と混和する有機溶媒などを分析する際には、注入時の圧力変化を抑えるために、目的のイオン成分が定量できる範囲で超純水や溶離液を用いて希釈を行います。

### 4.3 遠心分離

試料中に比較的大きな粒子や懸濁物質を多く含む場合には、メンブランフィルターが目詰まりしてろ過できない場合があります。このような場合には、回転数3000～12000 rpmの遠心分離器を用いて3～5分間処理することにより相分離させます。

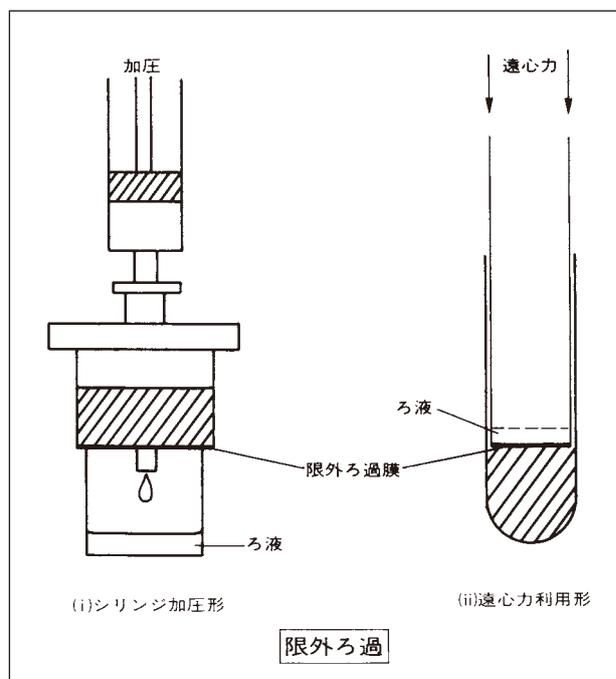
### 4.4 溶解・抽出・捕集

イオンクロマトグラフィーでは水溶液の試料を分析対象とします。試料が固体や有機溶媒の場合、水溶液中に溶解または抽出し、イオン化させる必要があります。水に溶解しない固体試料の場合は、一旦有機溶媒で溶解した後に超純水により、液-液抽出する必要があります。気体試料の場合は水溶液に捕集します。固体試料でも、真空フラスコ法やポンプ法により燃焼させ、発生したガスを気体試料として捕集し分析することもあります。

## 4.5 限外ろ過

メンブランフィルターでは取り除けないような試料中のタンパク質や水溶性高分子を除去するのに有効です。タンパク質、脂質や水溶性高分子などはカラム内に吸着されることがあり、カラム圧の上昇や分離特性の変化などを引き起こす原因となります。カット分子量は、5000～100000のものがありますが、それ以下のものを確実に取り除くためには、さらに疎水性樹脂を充てんした前処理カラムを用いて固相抽出することをお勧めします。

ディスプレイタイプも市販されており、シリンジで加圧した空気圧で限外ろ過するシリンジ加圧型と遠心分離器を使用して、遠心力により限外ろ過する遠心力利用型があります。



## 4.6 固相抽出

様々な特性を持った充てん剤を充てんしたカートリッジで固相抽出することで、夾雑成分の除去を行います。下記のようなタイプがあり、固相抽出によるコンタミネーションを考慮したイオンクロマトグラフィー専用のカートリッジも市販されています。シリンジまたは真空マニホールドを使って前処理を行います。

カートリッジ種類	目的
疎水性樹脂 (RP)	界面活性剤やタンパク質など、疎水性有機物の除去に使用します。
OH型強塩基性陰イオン交換 (OH型)	陰イオンの除去に使用します。 酸性試料のpHを高める効果もあります。
H型酸性陽イオン交換 (H型)	陽イオンの除去に使用します。 塩基性試料のpHを下げる効果もあります。
Ag型酸性陽イオン交換 (Ag型)	ハロゲン化物イオン (Cl, Br, I など) の除去に使用します。
Ba型酸性陽イオン交換 (Ba型)	硫酸イオンの除去に使用します。
Na型酸性陽イオン交換 (Na型)	陽イオンをpH変化なく除去したい際に使用します。
キレート樹脂 (キレート型)	多価陽イオンや遷移金属イオンの除去に使用します。
疎水性/OH型強塩基性陰イオン交換混合モード (RP-OH)	疎水性有機物と陰イオンを同時に除去する際に使用します。
疎水性/H型強酸性陽イオン交換混合モード (RP-H)	疎水性有機物と陽イオンを同時に除去する際に使用します。

イオンクロマトグラフィー専用フィルタおよび固相抽出カートリッジは株式会社島津ジーエルシーにて取り扱っております。

東日本営業課 Tel. 03-5835-0120

西日本営業課 Tel. 06-6328-2255

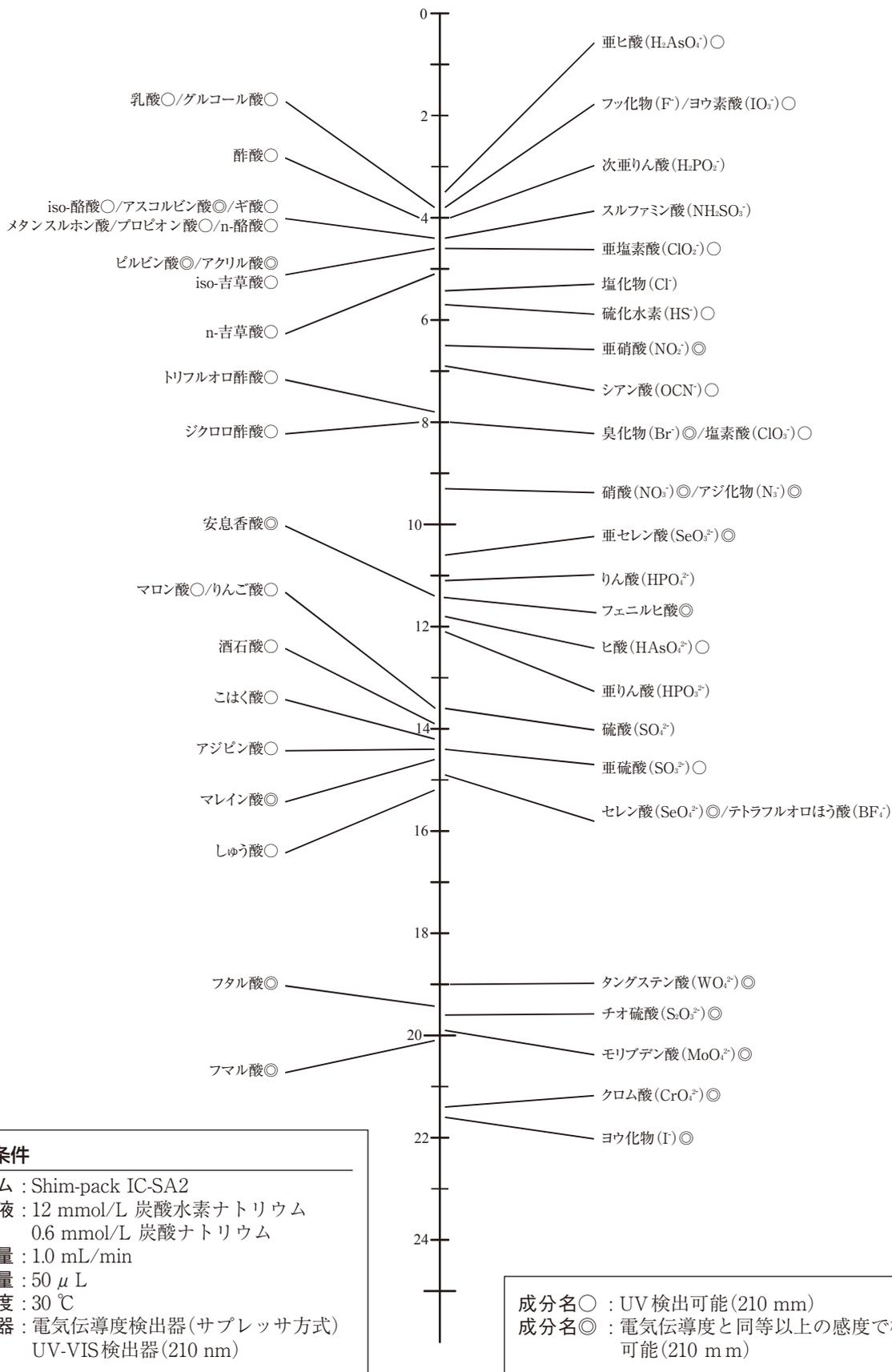
HPアドレス <https://solutions.shimadzu.co.jp/glc/>

## 5. 参考資料

---

本データ集でご紹介しています代表的なカラムの溶出位置をまとめています。

各イオン種の溶出時間は、カラムのロット差等の違いにより変動することがあるため、相対的な位置関係を示す資料として、条件検討等にお役立てください。



※カラムのロット違いにより溶出時間が前後することがあります。

図 5.1 陰イオンの溶出位置 (Shima-pack IC-SA2)

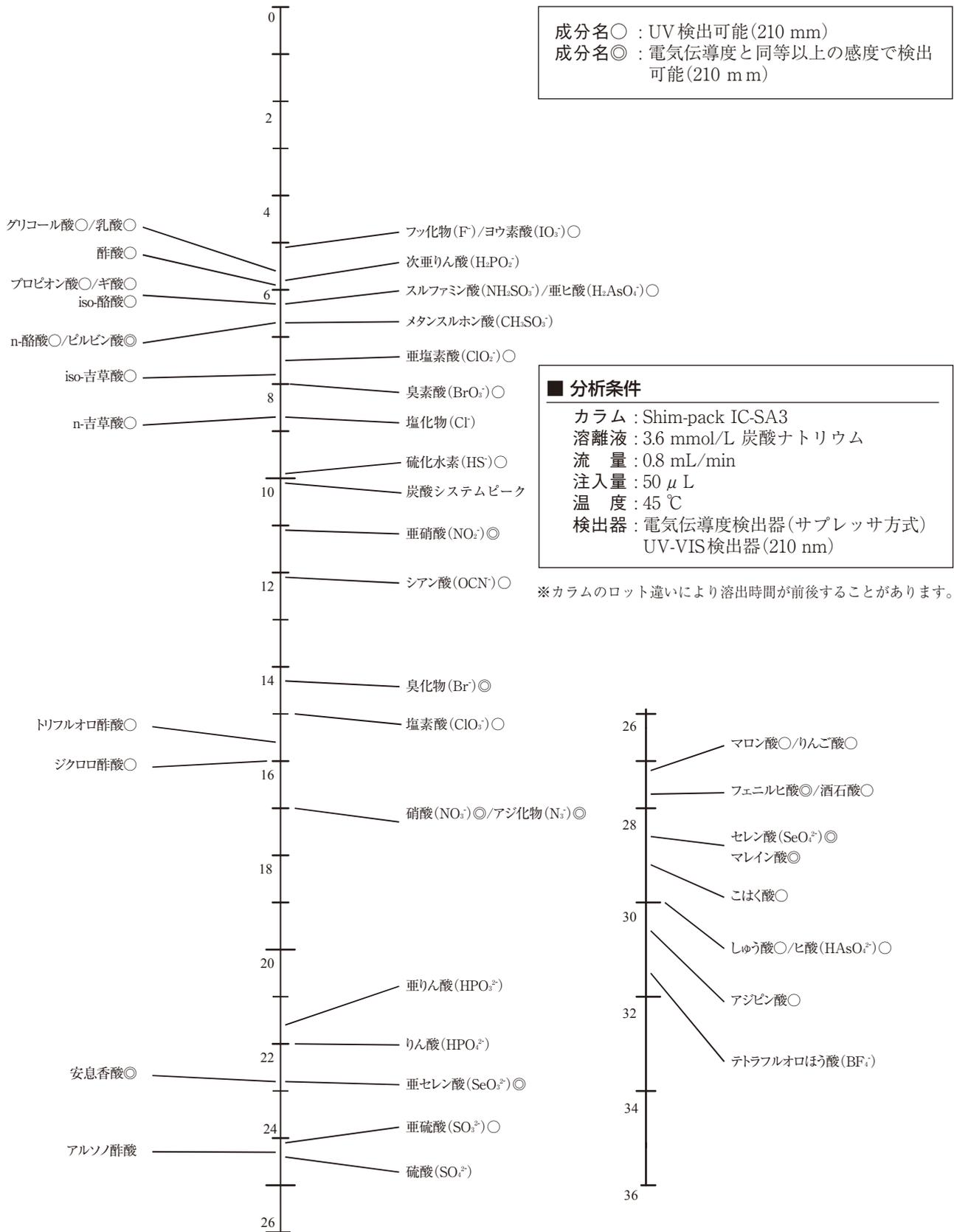


図 5.2 陰イオン溶出位置 (Shim-pack IC-SA3)

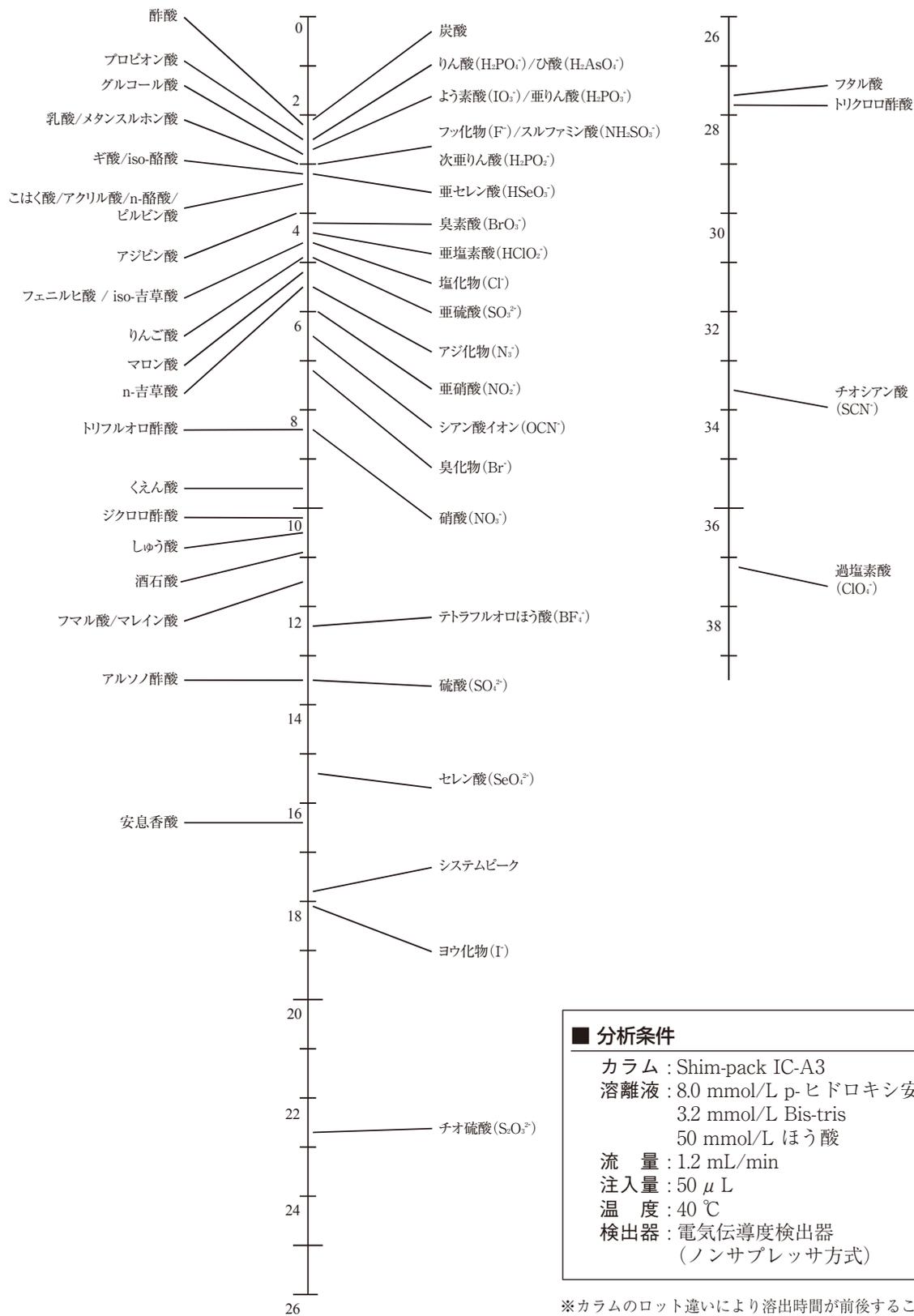
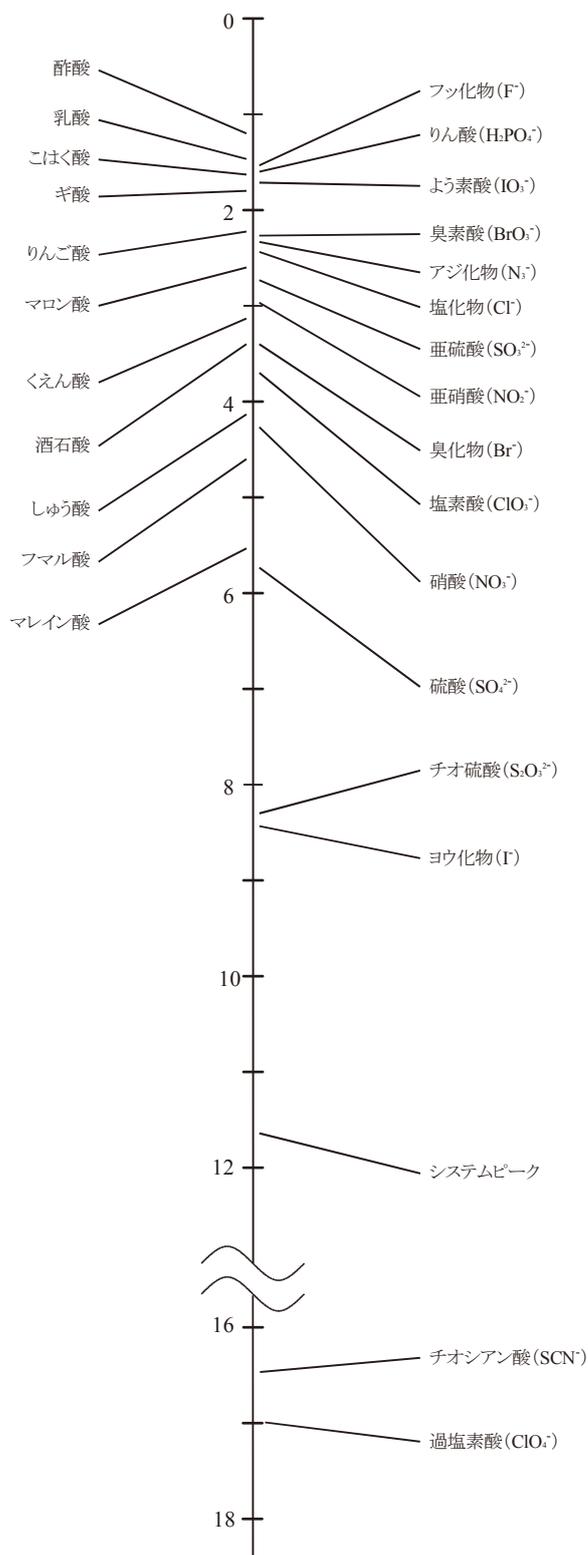


図 5.3 陰イオン溶出位置 (Shim-pack IC-A3)



#### ■ 分析条件

カラム : Shim-pack IC-A1  
 溶離液 : 2.5 mmol/L フタル酸  
           : 2.4 mmol/L トリス(ヒドロキシメチ)  
           : アミノメタン  
 流 量 : 1.5 mL/min  
 温 度 : 40 °C  
 検出器 : 電気伝導度検出器  
           (ノンサプレッサ方式)

※カラムの違いにより溶出時間が前後することがあります。

図 5.4 陰イオン溶出位置 (Shim-pack IC-A1)

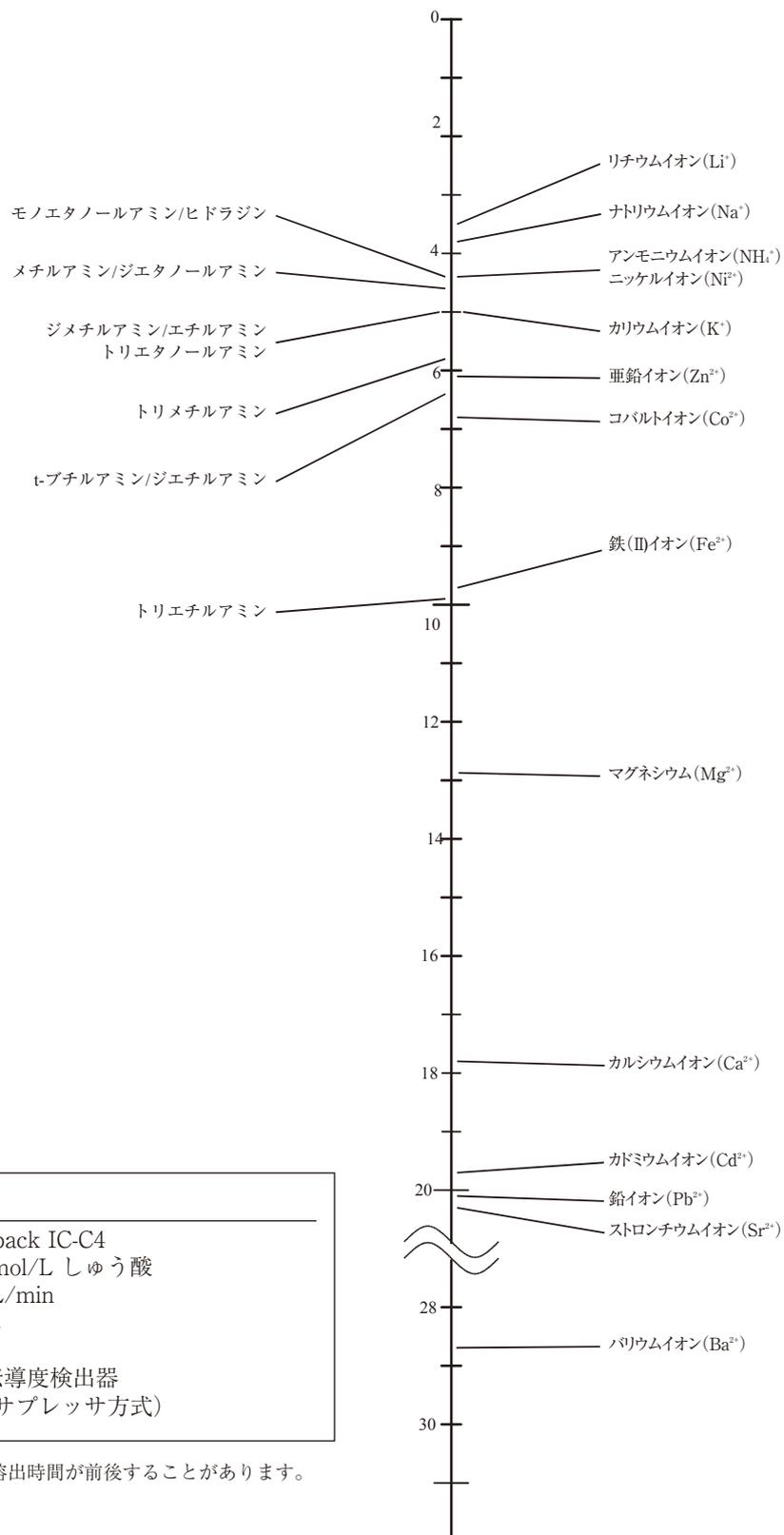


図 5.5 Shim-pack IC-C4 リテンションインデックス

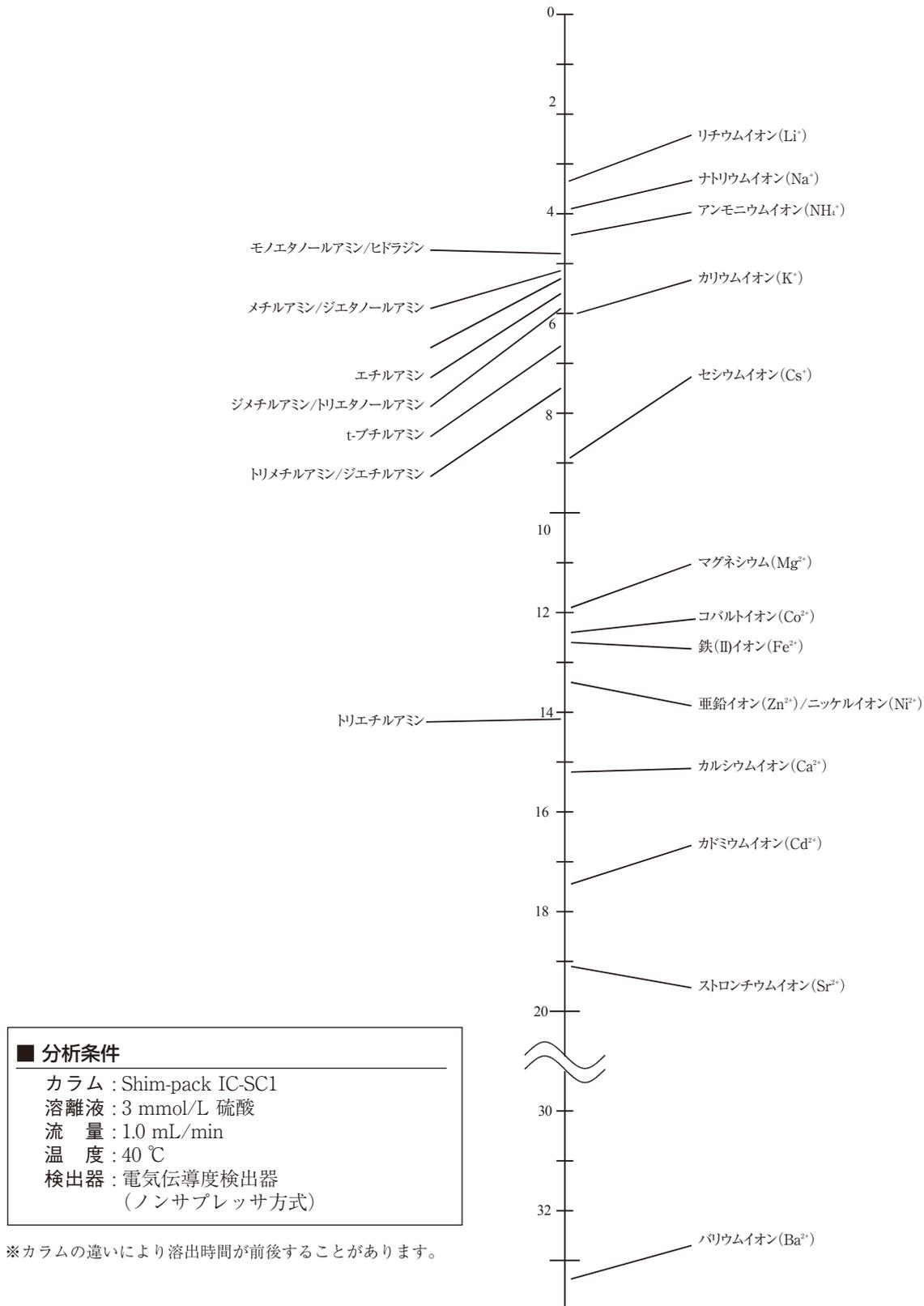


図 5.6 Shim-pack IC-SC1 リテンションインデックス

# 株式会社 島津製作所

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3  
(03) 3219-(官公庁担当)5631・(大学担当)5616・(会社担当) 5685

関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階  
(06) 6373-(官公庁・大学担当)6541・(会社担当) 6556

札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011)700-6605

東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022)221-6231

郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024)939-3790

つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1  
(029)851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515

北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷町ビル8階  
(048)646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0081

横浜支店 220-0004 横浜市西区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階  
(045)311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615

静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川2丁目1-1 伊伝静岡駅南ビル2階 (054)285-0124

名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階  
(052)565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7531

京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1  
(075)823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1603

神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町9-3 栄光ビル9階 (078)331-9665

岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 住友生命岡山ニューシティビル6階 (086)221-2511

四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 住友生命高松ビル9階 (087)823-6623

広島支店 730-0036 広島市中区袋町4-25 明治安田生命広島ビル15階 (082)248-4312

九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階  
(092)283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

## グローバルアプリケーション開発センター

京都 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1 (075)823-1187  
東京 259-1304 秦野市堀山下380-1(秦野テクノパーク内) (0463)88-8660

島津コールセンター (操作・分析に関する電話相談窓口) ☎ 0120-131691  
IP電話等: (075)813-1691

<http://www.an.shimadzu.co.jp/>

## 応用技術部

初版発行日	2000年 8月 25日
第2版	2002年 1月 25日 (A)
第3版	2006年 12月 25日 (B)
第4版	2008年 9月 1日 (C)
第5版	2009年 11月 20日 (D)
第6版	2015年 3月 31日 (E)

※掲載データ採取に使用した装置は、医薬品医療機器等法に基づく医療機器の登録を行っていません。

※本誌は各掲載データ採取時の情報に基づいて編集されています。

※掲載データは参考データであり、保証を行うものではありません。

また、予告なく改訂することがあります。

※現在販売終了となっている製品等を使用している場合があります。