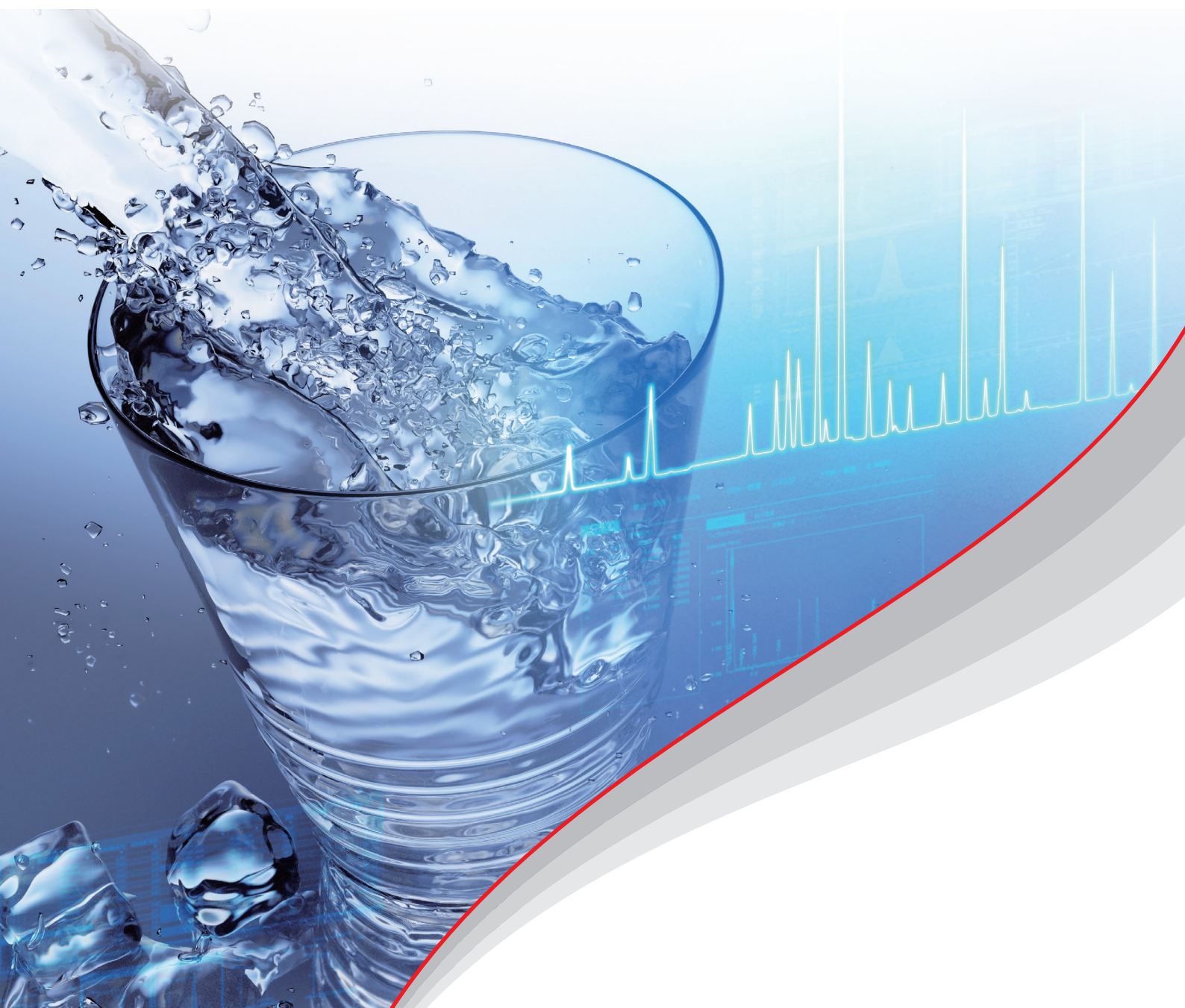


Solutions for Drinking Water Analysis

水道水質の分析ソリューション



Solutions for Drinking Water Analysis

私たちの日々の生活において水道水はかけがえのないものです。近年、生活や産業の高度化にともない、さまざまな化学物質の水道水への混入が懸念されています。こうした背景と科学的知見を基に、水の安全性を確保するために水質基準が定められています。

水道水の水質検査は、近年、より厳しく、そして科学的知見に基づいたものへと常に見直されています。令和6年4月1日より、国土交通省および環境省が中心となり、水道水の安全性を確保するための取り組みが強化されています。有機フッ素化合物（PFAS）の中のPFOSおよびPFOAの検査については、令和8年4月を目途に「水質基準に関する省令（平成15年5月30日厚生労働省令第101号）」の水質基準項目へ引き上げる方針が発表されました。島津製作所は、水道水質検査方法に対応した検査機器をトータルでご提案いたします。



高速液体クロマトグラフ質量分析計



ガスクロマトグラフ質量分析計



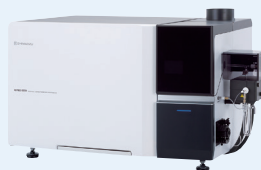
高速液体クロマトグラフ



イオンクロマトグラフ



全有機体炭素計



ICP 質量分析計



フーリエ変換赤外分光光度計

Products	Topics	Page
LC-MS	■ ハロ酢酸類の分析 ■ フェノール類の分析	4
	■ 陰イオン界面活性剤の分析 ■ 農薬類の一斉分析	5
	■ 固相抽出法による PFOA、PFHxS、PFOS の分析	6
GC-MS	■ 水道水中の農薬の分析	7
	■ 水道水中のカビ臭の分析 ■ 水道水中の揮発性有機化合物（VOC）の分析	8-9
	■ 誘導体化 - ー 高速液体クロマトグラフ法によるホルムアルデヒドの分析	10
HPLC	■ 固相抽出 - ー 高速液体クロマトグラフ法による陰イオン界面活性剤の高速分析	11
	■ 固相抽出 - ー 高速液体クロマトグラフ法による非イオン界面活性剤の分析	
IC (イオンクロマトグラフ)	■ 水質基準項目に含まれる陰イオンの一斉分析	12
	■ イオンクロマトグラフ - ー ポストカラム吸光光度法によるシアン化物イオンと塩化シアンの分析	13
	■ イオンクロマトグラフ - ー ポストカラム吸光光度法による臭素酸の分析	14
TOC	■ 水道水中の全有機炭素の分析	15
ICP-MS・ICP-AES・AA	■ 水道水中の金属類の分析	16-17
FTIR・EDX	■ 水道水中の異物分析	18
	■ 液体に混入した異物の分析	19

冊子をご覧のお客様へ

各ページで紹介しているアプリケーションや製品紹介ページへは、
カタログ PDF から遷移頂けます。

水道水質の分析ソリューション▶



ハロ酢酸類の分析

Application 

水道水中のハロ酢酸類は、浄水処理によって生成する消毒副生成物です。ハロ酢酸類の分析には、溶媒抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフィー質量分析法や液体クロマトグラフィー質量分析法などが用いられます。特に液体クロマトグラフィー質量分析法は必要な前処理が脱塩素処理のみであり、効率のよい測定が可能です。



- 脱塩素処理のみの簡便な前処理で、ハロ酢酸類9成分が1サイクル15分で分析可能です。
- ハロ酢酸類9成分を2 µg/Lで検出することができます。
- 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに準拠した良好な再現性・回収率で分析可能です。

水質基準項目のクロロ酢酸（MCAA）、ジクロロ酢酸（DCAA）、トリクロロ酢酸（TCAA）、要検討項目のプロモクロロ酢酸（BCAA）、プロモジクロロ酢酸（BDCAA）、ジプロモクロロ酢酸（DBCAA）、プロモ酢酸（MBAA）、ジプロモ酢酸（DBAA）、トリプロモ酢酸（TBAA）のハロ酢酸類9成分をLCMS-8050RXを用いて15分で同時分析しました。

すべての成分が2 µg/Lにて十分な感度が得られ、検量線範囲2～30 µg/Lにおいて良好な直線性が得られました。また、水道水試料に対する添加回収試験（n = 5）においても、併行精度（濃度 %RSD）10 %以内、回収率80～120 %の良好な結果が得られ、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに準拠した精度・再現性の良い分析を実施できることが確認できました。

■ 試料：水道水

■ 分析装置：LCMS-8050RX

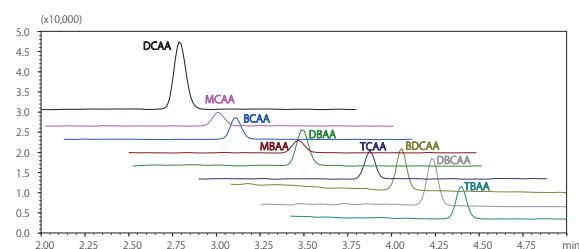


図1 ハロ酢酸類9成分のMRMクロマトグラム (各2 µg/L)

表1 水道水への添加回収試験結果 (n = 5)

化合物	併行精度 (濃度 %RSD)	回収率 (%)	化合物	併行精度 (濃度 %RSD)	回収率 (%)
MCAA	7.8	100.0	DBAA	3.2	97.2
DCAA	1.6	109.6	BDCAA	3.3	99.3
TCAA	2.9	88.5	DBCAA	2.9	96.6
MBAA	8.4	99.7	TBAA	3.7	98.5
BCAA	4.3	111.5			

フェノール類の分析

Application 

フェノール類は浄水処理過程で生成する消毒副生成物であり、6成分が厚生労働省の水道水質基準の対象となっています。固相抽出－誘導体化－ガスクロマトグラフィー質量分析法と比較し、液体クロマトグラフィー質量分析法では誘導体化を必要としないため、分析負荷の軽減が期待されます。



- 誘導体化なしでフェノール類の基準値の1/100以下の濃度まで定量可能です。
- 各基準値の1/100の濃度である0.05 µg/Lの添加回収試験においても良好な回収率で分析できます。

検水試料相当濃度0.05～0.5 µg/Lの範囲にて作成した検量線の直線性と0.05 µg/Lにおける再現性は、いずれの成分についても良好な結果が得られました。また、水道水に0.05 µg/Lのフェノール類を添加した試料に対する添加回収試験では、併行精度（濃度 %RSD）10 %以内、回収率100 ± 10 %以内の良好な結果が得られ、精度よく分析ができました。

■ 試料：水道水

■ 分析装置：LCMS-8050RX

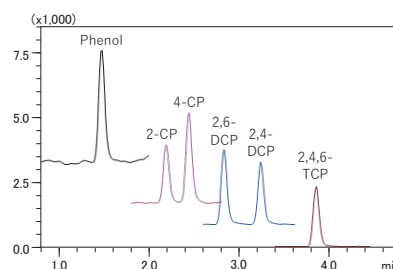


図2 フェノール類各成分のMRMクロマトグラム (0.05 µg/L (濃縮後: 2.5 µg/L))

陰イオン界面活性剤の分析

Application

陰イオン界面活性剤は、水溶液中でイオン解離し、アニオン部分が界面活性を示す物質です。その中でも直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩（LAS）のうち炭素鎖が 10 から 14 のものは、水質基準項目に指定されており、基準値として 5 成分の総和が 0.2 mg/L 以下と定められています。



- 水質基準項目に定められている陰イオン界面活性剤が1サイクル9分で分析可能です。
- 水質基準値 (0.2 mg/L) の 1/50 以下の濃度を検出することができます。
- 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインを満たす良好な再現性・回収率で分析可能です。

「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」(以下「告示法」)に従い、水道水を分析しました。

基準値の1/50以下の濃度（2 µg/L：検水濃度 4 µg/L相当）において十分な感度が得られました。水道水試料に対する添加回収試験では検水濃度20 µg/L相当、検水濃度4 µg/L相当ともに良好な回収率および再現性が得られたことから、本手法により水道水試料中の陰イオン界面活性剤の分析が水道水質検査方法の妥当性ガイドラインを満たして精度良く実施できることが確認されました。

■ 試料：水道水

■ 分析装置：LCMS-8050RX

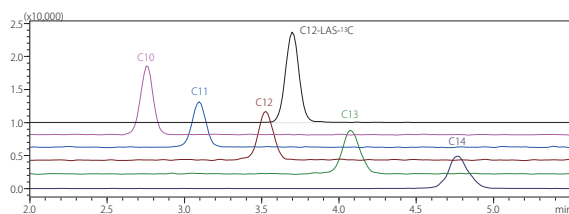


図3 各成分のマスクロマトグラム（2 µg/L：検水濃度 4 µg/L 相当）

表2 水道水試料への添加回収試験結果
(n=5, 2 µg/L：検水濃度 4 µg/L 相当)

化合物名	回収率 (%)	併行精度 (濃度 %RSD)
C10-LAS	91.3	3.1
C11-LAS	87.9	2.2
C12-LAS	92.3	1.6
C13-LAS	91.4	3.4
C14-LAS	100.2	1.2

農薬類の一斉分析

Application

農薬類については、検出状況や使用量などを勘案し、浄水で検出される可能性の高い農薬115物質が「対象農薬リスト掲載農薬類」として整理されています（令和4年4月現在）。令和4年4月には、要検討農薬類に分類されていたイプフェンカルバゾンが、対象農薬リスト掲載農薬類へ格上げされ、対象農薬リスト掲載農薬類に分類されていたメチダチオンについては塩素処理により生じるオキソン体も検査対象になりました。各対象農薬で定められる目標値の1/100濃度での測定が必要です。



- 対象農薬リストのうち掲載農薬類96種について一斉分析が可能です。
- 令和4年に対象農薬リスト掲載農薬類に追加されたイプフェンカルバゾンおよびメチダチオンオキソンを含む96種の農薬について、各成分の目標値の1/100濃度以下で精度良く分析可能です。

水質管理目標設定項目の対象農薬リストのうち掲載農薬類96種の農薬について、各成分の目標値の1/100濃度以下まで分析できました。また、イプフェンカルバゾン、メチダチオン類のいずれも良好な回収率および再現性が得られたことから、精度良く分析できることが確認できました。

■ 試料：水道水

■ 分析装置：LCMS-8060NX

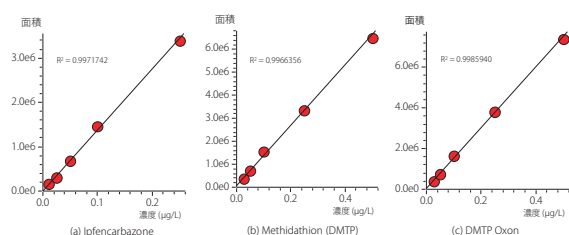


図4 各成分の検量線

固相抽出法によるPFOA、PFHxS、PFOSの分析

Application

ペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) 及びペルフルオロオクタン酸 (PFOA) は有機フッ素化合物の一種で、化学的に安定であり、体内への残存による健康被害が懸念されています。その為、これらはストックホルム条約により、国際的に製造等が制限されています。日本国内の水道水では、PFOAおよびPFOSが水質管理目標設定項目に、ペルフルオロヘキサンスルホン酸 (PFHxS) が要検討項目として定められています。



- PFOA、PFOS、PFHxSを水質管理目標値の1/10以下の濃度 (検水濃度: 0.2 ng/L) まで定量可能です。
- 水道水中の添加回収試験において良好な回収率と併行精度で定量が可能です。

水質管理目標設定項目 (目標 31) の検査方法に従って1000倍濃縮することで、目標値の1/10以下の濃度 (試料濃度 0.2 µg/L: 検水濃度 0.2 ng/L) において十分な感度が得られました。また、水道水試料に対する添加回収試験では、検水濃度 1 ng/L で良好な回収率および再現性が得られました。

■ 試料: 水道水

■ 分析装置: LCMS-8050RX

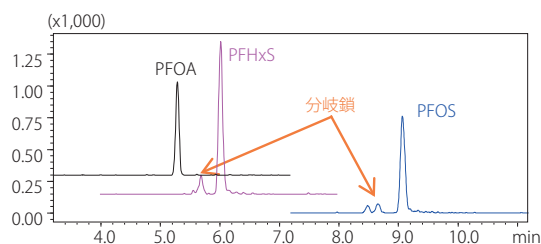


図5 各成分MRMクロマトグラム (各 0.2 µg/L)

表 3 添加回収試験 (n = 5) 結果

成分	検水濃度 1 ng/L		検水濃度 5 ng/L	
	添加回収 (%)	併行精度 (%RSD)	添加回収 (%)	併行精度 (%RSD)
PFOA	82.4	2.5	82.8	2.2
PFHxS	98.6	3.5	92.8	2.0
PFOS	102.9	2.3	94.2	0.9

トリプル四重極 高速液体クロマトグラフ質量分析計 LCMS-TQ RXシリーズ

分析業務を取り巻く事業環境やニーズは時代とともに大きく変わってきています。LCMS-TQ RX シリーズは、多様化する分析現場のニーズに対して、島津製作所が誇る技術を集約した、Reliable、Resilient、Responsibleの3Rを兼ね備えたトリプル四重極質量分析計です。圧倒的な信頼性と安定性を誇るハードウェアと、優れた操作性と卓越した自動化技術を搭載したソフトウェアにより、新しい価値を提供します。



LCMS-8060RX

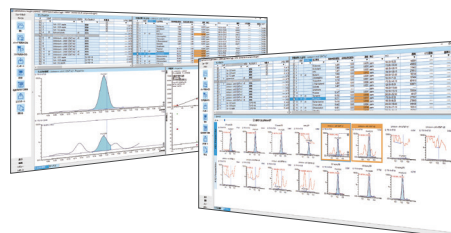
Product

GC/MS & LC/MS用 多検体定量支援ソフトウェア LabSolutions Insight

近年、質量分析の高度な自動化に伴い、高品質な質量分析データを日夜大量に得ることができるようになりました。しかし、これらのデータをひとつひとつ確認・解析しようとすると、膨大な時間を浪費し研究作業効率を著しく損ないます。

このような多検体のデータ解析を、より簡便に、さらに効率的に行っていただくために誕生したのがGC/MS & LC/MS/MS用 定量支援ソフト LabSolutions Insightです。

定量解析を高速化し、結果の検討における生産性を向上します。



Product

水道水中の農薬の分析

Application

水質管理目標設定項目の中に、農薬類があります。水質検査の実施に当たっては、原則として目標値の1/100まで測定することが定められています。水中の多種多様な農薬の一斉分析並びに高感度を実現するため、水質管理目標設定項目の別添方法 5、5 の 2、および 25 では、固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法が採用されています。



- 水質管理目標設定項目で採用されている固相抽出ーガスクロマトグラフィー質量分析法について、水中農薬に対して十分な感度と高い定量性を実現することができます。
- AOC-6000を使用することで、標準試料の作成や内部標準物質の添加を自動化できます。

140種類の水中農薬を含む農薬標準試料を希釈して、混合標準溶液を調製しました。内部標準試料は、アントラセン-d10、9-プロモアントラセン、クリセン-d12を用いました。

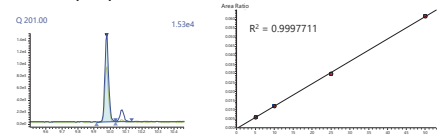
水質管理目標設定項目記載の内容に従い、検量線を作成しました。代表的な農薬の0.005 mg/LでのSIMクロマトグラム及び検量線を図 6 に示します。低濃度においても余裕のある感度と良好な検量線の直線性が得られました。

GCMS-QP2050のエントリーモデルを用いた水中農薬の多成分一斉分析において、良好な感度と定量精度が得られました。

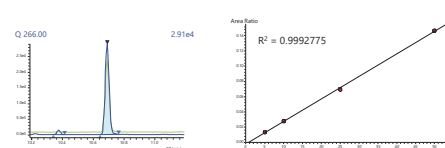
■ 試料：標準液

■ 分析装置：GCMS-QP2050

シマジン(CAT)



クロロタロニル(TPN)



シンメチリン

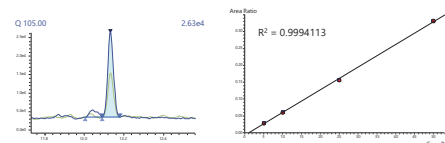


図 6 各成分のクロマトグラムと検量線

多機能オートサンプリングシステム AOC-6000 Plus

AOC-6000 Plusは、シリンジ自動交換機能とバイアル攪拌機能によって、標準試料の希釈系列の作成や内部標準物質の添加を自動化できます。煩雑な試料調製を自動化することで、作業者の負担を軽減し、信頼性の高い定量が可能となります。



Product

ガスクロマトグラフ質量分析計 GCMS-QP2050

GCMS-QP2050は、メンテナンス性と堅牢性に優れたガスクロマトグラフ質量分析計です。部品の簡易交換が可能で、メンテナンスをスムーズに行えます。さらに、堅牢な設計により、長期間にわたって安定した性能を維持することができます。



Product

水道水中のカビ臭の分析

Application

水質基準項目の中に、ジェオスミンと2-メチルイソボルネオールがあります。これらは一般的にカビ臭と称され、非常に低濃度でも人の嗅覚に作用することが知られています。このため基準値は非常に低濃度で、0.00001 mg/L 以下とされており、この感度を実現するため、告示法では、検査方法としてパージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法または、トラップ機能付きのヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析法が採用されています。



告示法で採用されているパージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析法およびヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析法について、両手法とも、カビ臭化合物に対して十分な感度を実現することができます。

パージ・トラップーガスクロマトグラフィー質量分析計 (PT-GC-MS) およびヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析計 (HS-GC-MS) を用いて、カビ臭化合物の分析を行いました。

いずれも 1 ng/L という低濃度でも、高い S/N 比を維持したピークの検出ができました。

■ 試料：標準液

■ 分析装置：GCMS-QP2020 NX あるいは GCMS-QP2050

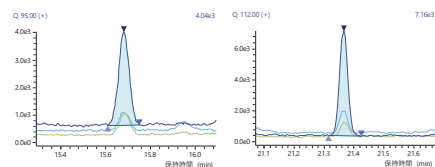


図7 PT-GC-MSによる、2-メチルイソボルネオール(左)、ジェオスミン(右)のクロマトグラム (1 ng/L)

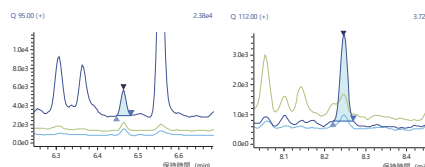


図8 トラップ機能付きHS-GC-MSによる、2-メチルイソボルネオール(左)、ジェオスミン(右)のクロマトグラム (1 ng/L)

水道水中の揮発性有機化合物 (VOC) の分析

Application

水質基準項目の中に、揮発性有機化合物 (Volatile Organic Compounds (VOC)) があります。分析を効率化させる各種前処理装置を紹介いたします。こちらでは、パージ・トラップ (PT) 法およびヘッドスペース (HS) 法を用いた分析を紹介いたします。

パージ・トラップ (PT) 法によるVOC分析



- ヘリウム (He)、水素 (H₂)、窒素 (N₂) キャリアガスを用いて分析することが可能です。
- 微量の化合物に対して高感度に測定することができます。
- 内部標準物質を自動でサンプルに添加することができ、高い精度や生産性の向上が期待できます。

PT-GC-MSを使用して、水中のVOCの測定を行いました。

PTの内部標準自動添加機能を使用することで高い精度で内部標準液を添加することができ、高い精度や生産性の向上が期待できます。また、各種キャリアガスを用いて、1,4- ジオキサンも高感度に測定することができました。

■ 試料：標準液

■ 分析装置：GCMS-QP2020 NX あるいは GCMS-QP2050

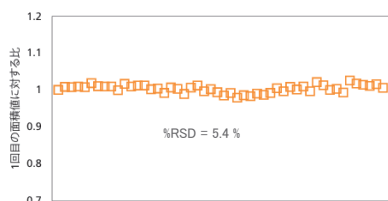


図9 1,4- ジオキサン -d8 自動添加 (4 μg/L) での面積値の変動

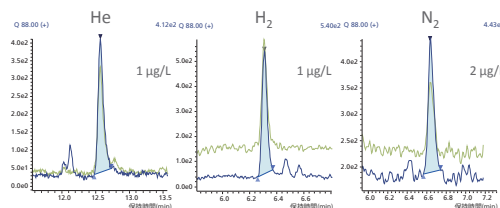


図10 1,4- ジオキサンのクロマトグラム

ヘッドスペース (HS) 分析法によるVOC分析



- He、H₂、N₂キャリアガスを用いて分析することが可能です。
- ヘッドスペースサンブラは、オーバーラップ分析が可能で生産性が向上します。
- 微量の化合物に対して、トラップモードで高感度に測定することができます。

ヘッドスペースーガスクロマトグラフィー質量分析計 (HS-GC-MS) を使用して、水中のVOCの測定を行いました。トラップ機能付きのHS-GC-MSでは、ループモードおよびトラップモードを必要に応じて使い分けることができます。トラップモードを使用することで、より高感度に測定することができました。

■ 試料：標準液

■ 分析装置：GCMS-QP2020 NX あるいは GCMS-QP2050

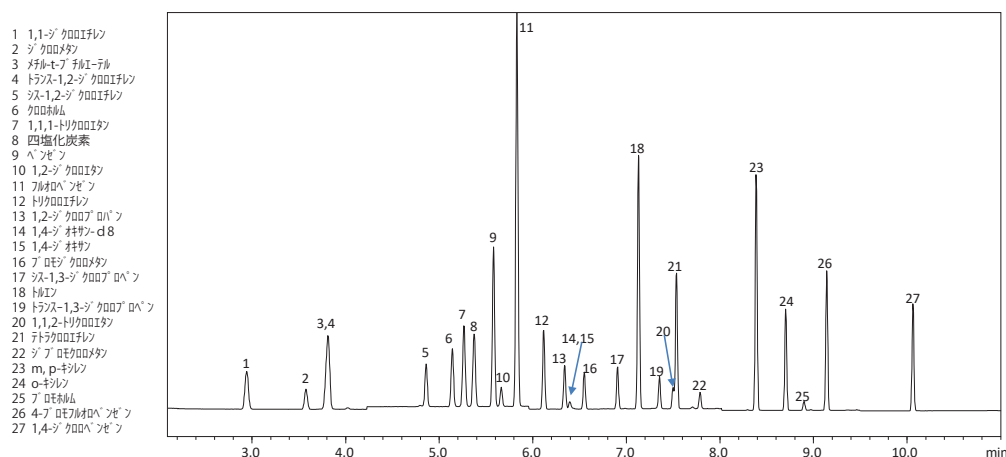


図 11 HS-GC-MS による水中揮発性有機化合物 (1 µg/L) の TIC クロマトグラム (SIM 測定、He キャリアガス、ループモード)

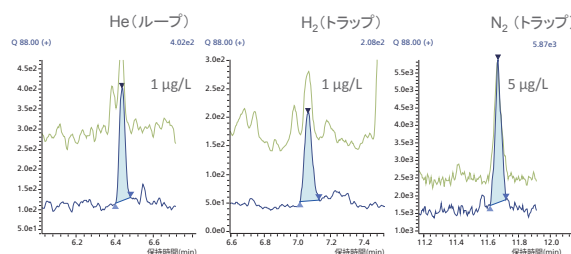


図 12 1,4-ジオキサンクロマトグラム

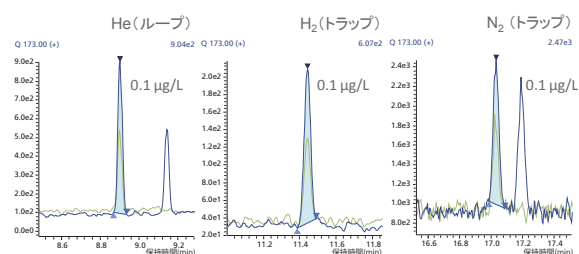


図 13 ブロモホルムのクロマトグラム

パーティトラップ PT 7000

サンプル水を専用の試料管に採り、試料管にパーティガスを送ることで試料中の揮発性有機化合物やカビ臭を強制的に追い出します。追い出された成分は吸着剤に一旦保持され、その後加熱脱離させてGC-MSへ導きます。



Product

ヘッドスペースサンブラ HS-20 NX

バイアルを保温し、揮発したガスの一部を採取しGC-MSへ導きます。ループモード、トラップモードを選択することができ、高感度に測定ができます。またサンプル保温のオーバーラップにより生産性を向上させます。



Product

誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法によるホルムアルデヒドの分析

Application 

平成28年より水質基準項目のホルムアルデヒド試験法に誘導体化ー高速液体クロマトグラフ法が追加されました。このほか、非イオン界面活性剤および陰イオン界面活性剤（水質基準項目）や一部の農業（水質管理目標設定項目）の試験法に高速液体クロマトグラフ法が適用されています。



基準値の1/10以下濃度のDNPH誘導体化ホルムアルデヒドを感度よく測定可能です。

告示法では、試料に対する前処理としてりん酸と2,4-ジニトロフェニルヒドラジン溶液（以下、DNPH溶液）を添加します。なお検水に残留塩素が含まれている場合、試料100 mLに対して、塩化アンモニウム溶液（1 w/v%）を0.1-0.5 mL添加した後、誘導体化処理を行います。

図14に基準値の1/10濃度以下であるホルムアルデヒド標準液（0.005 mg/L）の分析結果を示します。同様の誘導体化処理を超純水に対して行ったところ、微量のホルムアルデヒドが検出されましたが、水道水質検査方法の妥当性ガイドラインが定める値より小さいことを確認しました。

■ 試料：超純水、標準液

■ 分析装置：i-Series

表4 分析条件

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D.)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile=50/50 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection	: 50 µL
Detection	: UV 360 nm (Cell temp. 40 °C)

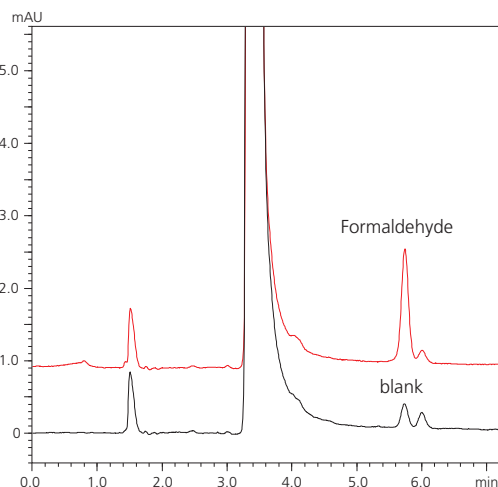


図14 ホルムアルデヒド標準液のクロマトグラム
上段：ホルムアルデヒド 0.005 mg/L、下段：超純水

Product 

一体型高速液体クロマトグラフ i-Series

直感的な操作性とメンテナンス性に優れ、ルーチン分析に最適なシリーズです。UVもしくはPDA検出器を標準搭載し、オプションで蛍光検出器や示差屈折率検出器などを接続することが可能です。

Product 

モジュラー型高速液体クロマトグラフ Nexera シリーズ

送液ポンプ、オートサンプラー、検出器などを個別のユニットとして組み合わせることができ、拡張性の高いシリーズです。超高速分析など様々な分析への対応が可能です。

固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法による陰イオン界面活性剤の高速分析

Application

告示法において、陰イオン界面活性剤の検査方法は固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法が採用されています。水道水中の陰イオン界面活性剤の定量には、C10～C14の各種分岐型を含む混合標準液を分析して得られる約20本のピークを、各炭素数ごとに分類し、それらの面積値の合計（面積和）を利用します。基準値は5成分合計で0.2 mg/Lとされています。



- 水質検査方法に準拠した陰イオン界面活性剤の分析が可能です。
- 約10分で5成分の分析が可能です。

図15は陰イオン界面活性剤標準液（各10 mg/L、5成分合計で50 mg/L）の分析例です。この濃度は水質検査方法で提示されている前処理操作（固相抽出により検水を250倍に濃縮する）を行った際の基準値濃度に相当します。

- 試料：標準液
- 分析装置：i-Series

表5 分析条件

Column	: Shim-pack FC-ODS (150 mm×4.6 mm I.D., 3 μm)
Mobile Phase	: Water/Acetonitrile=35/65 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection volume	: 20 μL
Detection	: RF-20A, Ex at 221 nm, em at 284 nm

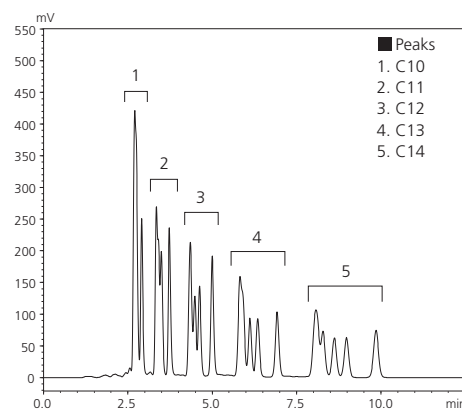


図15 陰イオン界面活性剤標準液の分析結果

固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法による非イオン界面活性剤の分析

Application

非イオン界面活性剤（Non-ionic surfactant、以下NIS）は、水質基準に関する省令（平成15年5月30日厚生労働省令第101号）の施行により、基準値は0.02 mg/L以下と定められています。分析方法は、固相抽出ー吸光度法が告示されていましたが、平成24年度より固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法（別表第28の2）が追加されています。



- 非イオン界面活性剤について厚生労働省の定める固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法の分析を行うことが可能です。
- UV-VIS検出器（タングステンランプ）を用いることで高感度分析が可能です。

図16は固相抽出ー高速液体クロマトグラフ法を用いて非イオン界面活性剤を分析した例です。

本試験法では、検水を固相抽出により100倍濃縮し、各種試薬に反応させ、最終生成物であるコバルトと4-(2-ピリジアルアゾ)-レゾルシノール（PAR）の錯体（Co-PAR）をUV-VIS検出器を用いて510 nm付近の波長で検出を行いました。検出にタングステンランプを使用することで、高感度の分析が可能でした。

- 試料：基準値1/10相当濃度の標準液
- 分析装置：Prominence

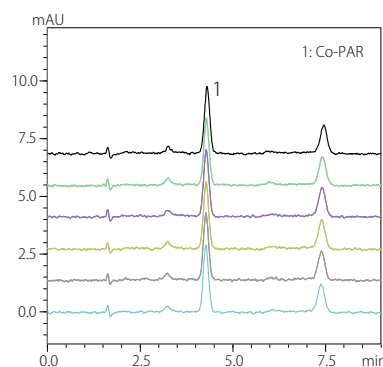


図16 NIS標準液 (0.002 mg/L) の6回連続繰り返し分析

水質基準項目に含まれる陰イオンの一斉分析

Application

電気透析式サプレッサ ICDS-40Aを搭載したHIC-ESPIは、ピーク拡散を抑え高感度の分析を実現できます。水質分析専用カラム Shim-pack IC-SA4と組み合わせることにより、飲料水分析に要求される多成分一斉分析を実現し、信頼性の高い水道水質分析を行うことができます。



- 告示法に基づいた水道水中陰イオンの分析が可能です。
- UV-VIS検出器を併用することで、高濃度の塩化物イオンの影響を受けることなく、亜硝酸態窒素を定量できます。

亜硝酸態窒素を0.004 mg/Lになるよう添加した水道水を分析しました。クロマトグラムを図17に示します。この試料は告示法に基づき、エチレンジアミン (50 mg/mL) を水道水1 Lにつき1 mL添加しました。いずれの成分も基準値以下で、亜硝酸態窒素の回収率は97 %と良好でした。

■ 試料：亜硝酸態窒素濃度が0.004 mg/Lになるよう標準液を添加した水道水

■ 分析装置：HIC-ESP

表6 分析条件

Column	: Shim-pack IC-SA4 ^{*1} (150 mm×4.6 mm I.D., 3.5 μm)
Mobile Phase	: 1.7 mmol/L Sodium Carbonate 5.0 mmol/L Sodium Hydrogen Carbonate
Flow Rate	: 0.8 mL/min
Column Temp.	: 50 °C
Injection volume	: 50 μL
Vial	: Shimadzu Vial, LC, 4 mL Polypropylene ^{*2}
Detection	: Conductivity Detector UV-VIS Detector at 210 nm

*1 P/N: 228-59500-91、*2 P/N: 228-31537-91



Product

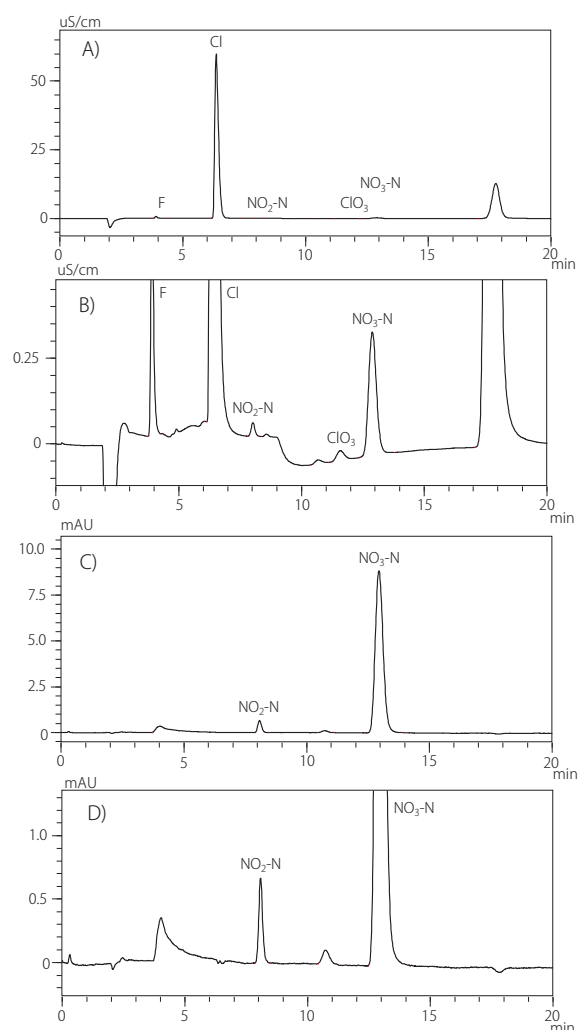


図17 水道水のクロマトグラム
(A:電気伝導度検出器、B:電気伝導度検出器(拡大)、
C:UV-VIS検出器、D:UV-VIS検出器(拡大))

電気透析式サプレッサイオンクロマトグラフ HIC-ESP

低容量設計によりピーク拡散を抑えた高感度な分析を可能としたサプレッサを搭載したイオンクロマトグラフです。サプレッサは再生液不要の電気透析式を採用しています。

イオンクロマトグラフィー ポストカラム吸光光度法によるシアン化物イオンと塩化シアンの分析

Application

告示法の別表第12では、イオンクロマトグラフィー ポストカラム吸光光度法によるシアン化物イオンおよび塩化シアンの検査方法が規定されています。こちらでは、告示法に基づいたシアン化物イオンおよび塩化シアン混合標準液の分析例を紹介します。



- 告示法に基づいたシアン化物イオンおよび塩化シアンの分析が可能です。
- シアン化物イオンと塩化シアンの混合標準液も、個別調製時と同等の分析結果を得ることが可能です。

イオン排除モード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ゾロン法によるポストカラム誘導体化を用い、波長636 nmで検出します。本ポストカラム法では、2段階反応が行われます。第1段階反応では、クロラミンT溶液による塩素化反応、第2段階反応では1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン/4-ピリジンカルボン酸溶液による発色反応が行われます。図18に告示法に準拠した島津シアン分析システムの流路を示します。

■ 試料：標準液

■ 分析装置：Nexera シアン分析システム

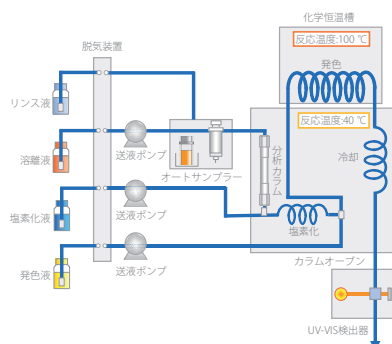


図18 流路図

告示法の別表第12では、発色液の調製に従来 N,N-ジメチルホルムアミドを用いていましたが、エタノールでの調製も認められました。発色液の流量は従来の 0.5 mL/min から 0.4 mL/min に変更となっており、検出波長も 638 nm から 636 nm 付近へと変更になりました。本システムでは、エタノールを発色液溶媒に用いた条件でも、従来と同等の分析結果が得られることを確認しており、N,N-ジメチルホルムアミドとエタノールのいずれも使用可能です。図19にシアン化物イオン、塩化シアン混合標準液のクロマトグラムを示します。

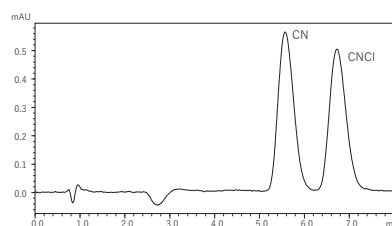


図19 シアン化物イオン、塩化シアン混合標準液のクロマトグラム (各 0.001 mg/L)

水道水と、水道水にシアン化物イオン、塩化シアン混合標準液各 0.001 mg/L 添加したクロマトグラムを図20に示します。水道水中の残留塩素の影響で、シアン化物イオンが塩化シアンに変化した状態で検出されました。

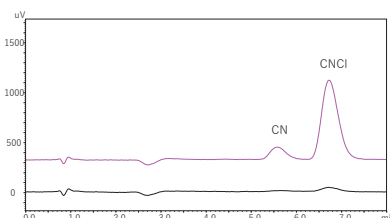


図20 水道水のクロマトグラム
上：水道水
(シアン化物イオン、塩化シアン混合標準液各 0.001 mg/L 添加)
下：水道水



Product

Nexeraシアン分析システム

告示法の要求を満たす定量精度でシアンを分析することができます。専用システムにより安定した誘導体化反応を実現し、高感度検出が可能です。

イオンクロマトグラフィーポストカラム 吸光光度法による臭素酸の分析

Application

臭素酸は浄水処理でオゾン処理や次亜塩素酸処理を行う場合に、消毒副生成物として発生します。臭素酸は発がん性物質であること、水道水から高濃度で検出される可能性があることから、水質基準項目に指定されています。告示法では、イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法が検査方法に記載されています。



- 送液安定性と耐食性に優れたメタルフリーポンプLC-40iが、良好な分析再現性に貢献します。
- 独自のポストカラム反応技術と高感度UV-VIS検出器により、 $\mu\text{g/L}$ 以下の高感度検出が可能です。
- 水道水質基準の検査方法に準拠し、要求される再現性や定量精度を満たした分析が可能です。

Nexera臭素酸分析システムでは亜硝酸ナトリウム溶液を用いた二段階での誘導体化法を採用しています。カラムに導入された臭素酸イオンはイオン交換モードで分離され、第一反応で亜硝酸ナトリウム、第二反応で臭化カリウム / 硫酸溶液を加えて三臭素イオンを生成します。亜硝酸ナトリウムは生成した三臭化イオンの可逆性を抑制する働きをし、直線性や感度の向上に寄与しています。流路図を図21に示します。

- 試料：水道水および臭素酸濃度が0.001 mg/Lになるよう標準液を添加した水道水
- 分析装置：Nexera臭素酸分析システム

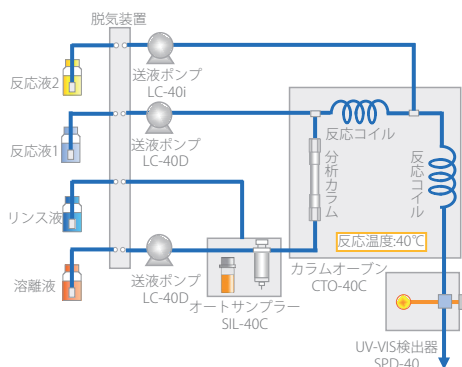


図 21 流路図

水道水と、0.001 mg/L 臭素酸イオン標準液を添加した水道水のクロマトグラムを図 22 に示します。同様の添加試料 5 点を作成し、定量結果を用いて真度および併行精度を求めたところ、真度は104 %、%RSDは1.7と良好な結果を得ることができました。

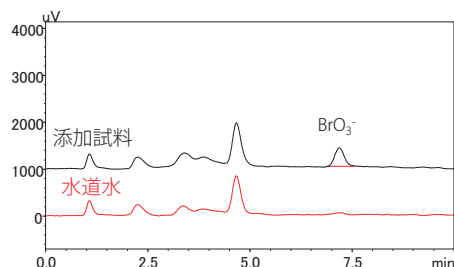


図22 水道水と0.001 mg/L添加試料のクロマトグラム

臭素酸とともに水質基準項目に指定されているシアン化物イオン及び塩化シアンも、イオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法が検査方法として告示法に記載されています。シアン臭素酸分析切替システムでは、分析流路の繋ぎ変えと流路洗浄によって、1台で2種類の分析が可能です。第2反応液の送液に使用するLC-40iは、直列ダブルブランジャー方式を採用し、硫酸に対して耐食性をもつメタルフリーポンプでありながらも脈動を抑えた安定送液能から、良好な保持時間再現性のデータを得ることができます。



Product

Nexera臭素酸分析システム

独自設計の反応液混合部を持つ専用システムにより、信頼度高く臭素酸の検出が可能です。また、専用試薬セットを用いることで、迅速・安全・確実な分析を実現します。



Nexeraシアン・臭素酸 切り替え分析システム

水道水中の全有機炭素の分析

Application

全有機炭素（TOC）の測定方法については、平成 24 年 4 月に施行された信頼性確保のための告示法の改正により、オートサンブラによる多検体測定時の濃度既知溶液の差し込み試験が必要になりました。

島津のTOC計のPC制御ソフトウェア LabSolutions TOCでは、この検査手順を完全に自動化しています。日常の水道水質管理業務を強力にアシストします。



- 680 % 燃焼触媒酸化により、懸濁物質を含む試料も高効率で測定できます。
- 低濃度（100 µg/L 以下）の水道水も精度よく定量できます。

上水のTOC分析においては、TOC基準値3 mg/Lの1/10である0.3 mg/L 以下の試料を測定できる感度がTOC計に求められます。一方で、各都道府県の水道水にはTOC計に求められる0.3 mg/Lの感度よりもさらに低濃度の試料も存在します。

0、0.1、0.3、0.5、1、2、3 mg/L の7点のフタル酸水素カリウム水溶液で作成した検量線を図23に示します。相関係数は1.000で直線性は良好でした。

■ 試料：水道水

■ 分析装置：TOC-L_{CPH}

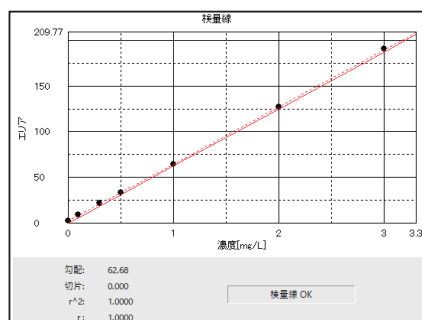


図 23 検量線測定データ（原点移動処理後）

この検量線を用いて、0.15 mg/L 程度の水道水を分析した例を表 7、図 24 に示します。TOC濃度の再現性は0.82 %と良好でした。TOC-Lを用いることで、実在する低濃度試料にも余裕をもって対応できることを確認しました。

表 7 水道水の TOC 濃度の再現性

	水道水
1 回目	0.1483 mg/L
2 回目	0.1506 mg/L
3 回目	0.1501 mg/L
平均値	0.150 mg/L
C.V.	0.82 %

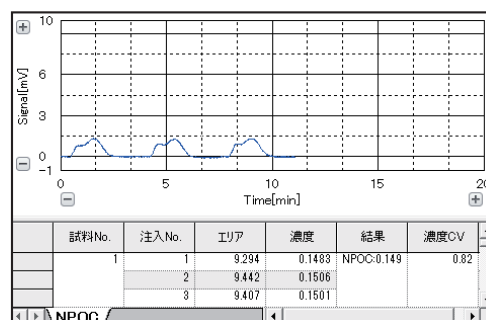


図 24 水道水測定データ

燃焼酸化方式 TOC計 TOC-Lシリーズ

上水分析に求められる懸濁物質の測定に対応できる強力な酸化能力と、地下水 / 伏流水を原水とするような低濃度の水道水をも測定できる高感度を両立した、上水分析に最適なTOC計です。

簡便な操作が可能なスタンドアロンモデルと、高性能でデータ管理に優れたPC制御モデルをご用意しています。

- ・ いずれのモデルも最大10点検量線に対応
- ・ PC制御ソフトウェアには『オートサンブラによる多検体測定時の濃度既知溶液の差し込み試験』の自動化機能搭載

68/93検体の自動測定を可能にするオートサンブラ『ASI-L』にはマグネティックスターが内蔵可能です。

試料を採取した容器をそのまま使用できる簡易サンブラ『OCT-L』は、試料数が少ない時に最適です。市販のマグネティックスターと組み合わせて懸濁物測定にも対応します。



Product

水道水中の金属類の分析

Application 

水質基準項目の中にはCdやPb等の有害金属元素やCa等のミネラル成分が含まれています。これら元素に関する分析法の一つとして、高感度に多元素一斉分析が可能なICP-MSが告示法に収載されています。こちらでは、ICPMS-2050を用いて、水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに基づいて、水道水分析の妥当性評価を行った結果を紹介します。



- 水道水質検査方法の妥当性評価ガイドラインに適合した分析が可能です。
- 水素リアクションモードを使用することで、SeやFeをより高感度に分析できます。
- アルゴンガス消費量の少ないミニトーチで分析でき、ランニングコストを抑えることができます。

水道水50 mLに硝酸0.5 mLを添加し、液量が45 mL以下になるまで加熱しました。その後、純水で50 mLに定容したものを未添加試料、水質分析用混合標準XSTC-760D（SPEX CertiPrep社製）及びICAL-1（SPEX CertiPrep社製）を添加し、純水で50 mLに定容したものを添加試料としました。

水道水質検査方法の妥当性評価ガイドライン（以下、ガイドライン）に基づき、検量線と添加試料の妥当性評価を実施しました。
表9の検量線の妥当性評価では、キャリアオーバー及び各濃度点の真度、精度についてガイドラインに示されている目標値を満たすことができました。さらに表10の添加試料の妥当性評価でも真度、併行精度ともに目標値を満たすことができました。

表8 分析条件

高周波出力	: 1.2 kW
プラズマガス流量	: 9.0 L/min
補助ガス流量	: 1.1 L/min
キャリアガス流量	: 0.45 L/min
希釈ガス流量	: 0.40 L/min
セルガス	: He/H ₂
試料導入	: ネブライザー DC04
チャンバー	: サイクロンチャンバー
プラズマトーチ	: ミニトーチ
サンプリングコーン / スキマーコーン	: ニッケル製
内標準元素添加方法	: 内標準自動添加キット (試料: 内部標準液 = 約 9 : 1)

- 試料：水道水
- 分析装置：ICPMS-2050

表9 検量線の妥当性評価結果

元素	内標準元素	ガスモード	基準値等 (mg/L)	検量線下限濃度 (mg/L)	評価項目		
					キャリアオーバー最大値	各濃度点の真度	各濃度点の精度
					結果 (mg/L) (目標値: 検量線下限濃度以下)	結果 (%) (目標値: 80 ~ 120%)	結果 (%) (目標値: 10% 以下)
¹¹¹ Cd	¹¹⁵ In	He	0.003	0.00006	N.D.	98 ~ 102	<5.9
⁷⁸ Se	⁷¹ Ga	H ₂	0.01	0.0002	N.D.	98 ~ 102	<5.5
²⁰⁸ Pb	²⁰⁵ Tl	He	0.01	0.0002	0.000003	98 ~ 103	<1.1
⁷⁵ As	⁷¹ Ga	He	0.01	0.0002	N.D.	98 ~ 103	<3.9
⁵² Cr	⁷¹ Ga	He	0.02	0.0004	0.00003	99 ~ 101	<2.2
¹¹ B	⁹ Be	No Gas	1	0.01	0.0024	98 ~ 102	<0.7
⁶⁶ Zn	⁷¹ Ga	He	1	0.01	N.D.	98 ~ 101	<1.4
²⁷ Al	⁹ Be	No Gas	0.2	0.002	N.D.	98 ~ 103	<4.5
⁵⁶ Fe	⁷¹ Ga	H ₂	0.3	0.006	0.00002	99 ~ 100	<0.9
⁶³ Cu	⁷¹ Ga	He	1	0.01	N.D.	98 ~ 101	<1.7
²³ Na	⁷¹ Ga	He	200	1.25	0.094	99 ~ 102	<1.6
⁵⁵ Mn	⁷¹ Ga	He	0.05	0.001	0.00007	98 ~ 103	<1.6
⁴⁴ Ca	⁷¹ Ga	He	120*	1.25	0.175	97 ~ 104	<1.2
²⁴ Mg	⁷¹ Ga	He	73*	1.25	N.D.	100	<0.6
¹²¹ Sb**	¹¹⁵ In	He	0.02	0.0002	0.000010	98 ~ 102	<2.1
²³⁸ U**	²⁰⁵ Tl	He	0.002	0.00004	0.0000039	99 ~ 102	<1.5
⁶⁰ Ni**	⁷¹ Ga	He	0.02	0.0002	N.D.	98 ~ 102	<6.2

N.D.: 未検出
* 硬度として設定されている水質基準 (300 mg/L) を Ca、Mg の濃度に換算した値
** 水質管理目標設定項目

表 10 添加試料の妥当性評価結果

元素	基準値等 (mg/L)	未添加試料 (mg/L)	添加回収試験 1 (検量線下限濃度)			添加回収試験2		
			添加濃度 (mg/L)	真度 (%)	併行精度 (%)	添加濃度 (mg/L)	真度 (%)	併行精度 (%)
¹¹¹ Cd	0.003	N.D.	0.00006	107	5.8	0.0015	97	1.5
⁷⁸ Se	0.01	0.00002	0.0002	110	6.2	0.005	100	1.7
²⁰⁸ Pb	0.01	0.000057	0.0002	102	1.0	0.005	98	0.7
⁷⁵ As	0.01	0.00026	0.0002	105	0.8	0.005	99	1.5
⁵² Cr	0.02	0.00005	0.0004	100	3.4	0.01	99	1.2
¹¹ B	1	0.0137	0.01	97	1.1	0.05	99	0.9
⁶⁶ Zn	1	0.00778	0.01	108	1.5	0.05	99	0.9
²⁷ Al	0.2	0.0144	0.002	90	1.8	0.05	99	1.0
⁵⁶ Fe	0.3	0.00438	0.006	102	0.8	0.15	99	0.6
⁶³ Cu	1	0.00115	0.01	104	2.3	0.05	98	1.0
²³ Na	200	8.30	1.25	95	1.1	12.5	98	0.9
⁵⁵ Mn	0.05	0.00107	0.001	97	0.6	0.025	98	0.6
⁴⁴ Ca	120*	11.9	1.25	112	1.1	12.5	99	0.5
²⁴ Mg	73*	1.92	1.25	103	1.2	12.5	97	0.5
¹²¹ Sb**	0.02	0.000105	0.0002	98	5.1	0.001	102	1.8
²³⁸ U**	0.002	0.0000008	0.00004	101	2.9	0.001	100	0.5
⁶⁰ Ni**	0.02	0.00024	0.0002	95	6.9	0.005	100	1.2

N.D.: 未検出

* 硬度として設定されている水質基準 (300 mg/L) を Ca、Mg の濃度に換算した値

** 水質管理目標設定項目

ICP質量分析計 ICPMS-2040/2050

高い汎用性のHeコリジョンモードとさらなる高感度化を実現する H₂ リアクションモード (ICPMS-2050) を搭載したICP-MSです。
進化した独自のモニターシステムによりアルゴンガス消費量を削減しながら、従来比で約 2 倍の感度向上を実現しました。
さらにセルガスの導入・排出時間を短縮する「高速セルガス置換」や測定中に先行してリンスを始める「先行リンス」機能により、測定時間を大幅に短縮します。



Product



マルチタイプ ICP発光分光分析装置 ICPE-9800シリーズ

高感度CCD検出器を搭載した多元素同時分析可能なICP-AESです。
全元素・全波長情報を常に取得しているため、測定後の波長変更や定性情報の取得が可能で、再測定の手間を省きます。
さらにモニター・真空分光器・ECOモードの使用で、アルゴンガスの消費量を半減します。



Product



原子吸光分光光度計 AA-7800シリーズ

フレーム、ファーンズの共用が可能な高感度原子吸光分光光度計です。8 本のホローカソードランプで多元素分析にも対応可能です。フレーム法では振動センサーによる自動消火機能を始めた各種安全機構を装備し、初心者でも安心して使える安全性・操作性を備えています。



Product



水道水中の異物分析

Application

水道施設や給水設備の老朽化や工事に伴い、水道部材由来の異物が水道水に混入することがあります。これらの異物を解明するためには、赤外分光分析や蛍光X線分析が有効です。こちらでは、両手法の情報を盛り込んだ異物検索システムを紹介します。



- EDXIR-AnalysisではEDX/FTIRのデータを使用して異物を検索できるため、定性精度が向上します。
- 1台のPCでEDX-7200/8100とIRSpirit-Xシリーズの同時制御と解析が可能です*。

*制御・解析ができない場合がありますので、詳細は島津営業にお問い合わせください。

EDX-FTIR 統合ソフトウェア EDXIR-Analysis

蛍光X線分析装置(EDX)およびフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)で取得したデータを用い、定性分析するための専用ソフトウェアです。有機物の定性に優れたFTIRと、金属や無機化合物などの含有元素分析に優れたEDXのデータを統合的に解析し、定性結果および一致度を求めます。また、EDXもしくはFTIR単独の解析も可能です。解析に使用するライブラリは水道事業者および食品メーカーのご協力を得て作成した島津オリジナルライブラリ(標準で485データ収録)で、データの追加登録や画像ファイル・PDF形式の文書ファイルの登録も可能です。各種データを電子ファイルとして紐付けて保管する場合にも有効です。

エネルギー分散型蛍光X線装置

EDX-7200/8100

異物の組成を高感度測定可能な蛍光X線装置です。特別な前処理なく、サンプルをセットするだけで元素分析が可能です。微小異物を測定するのに便利な機能、CCDカメラやサイズ可変型コリメータが利用可能です。

フーリエ変換型赤外分光光度計

FTIR+1回反射ATR付属装置

コンパクトボディにメンテナンスフリー・高感度・高分解能を凝縮したFTIRシステムです。1回反射ATRを使用することで、異物をサンプル部にセットするだけで手軽に赤外スペクトルが得られます。

無機分析



EDX-7200/8100



EDXプロファイル



FTIRスペクトル



IRSpirit-Xシリーズ+QATR-S

有機分析

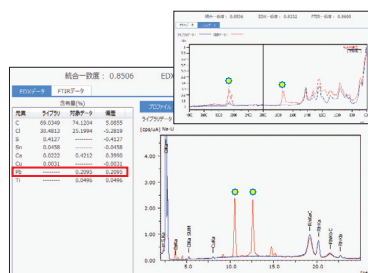
取得データ読み込み

統合解析



黒色ゴム状異物の統合解析結果

データ比較



塩化ビニル樹脂正標品と検査対象品のデータ比較結果

図25 EDXIR-Analysisの概要

異物測定保持・保管容器 EDXIR-Holder

試料を付着させる粘着層フィルムと蛍光X線用のポリプロピレンフィルムを配した開閉式のホルダーです。試料をホルダーに保持したままEDXとFTIRで測定できます。

EDX測定時にはホルダーを閉じてポリプロピレンフィルムを照射側(下側)に向けてセット、FTIR測定時にはホルダーを開いて粘着層フィルムに貼り付いている試料をATRプリズムに直接押し当ててセットします。測定後は容器を閉じることでそのまま試料を保管することができます。



図26 EDXの測定イメージ

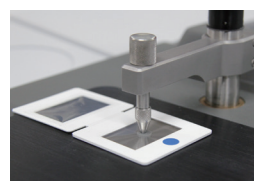


図27 FTIRの測定イメージ

液体に混入した異物の分析

Application

食品、医薬、機械など、あらゆる製造業において、製品中に混入した異物分析の需要が高まっています。バイアル製剤中の異物について、EDXとFTIRでデータを取得し、統合的に解析する専用ソフトウェアEDXIR-Analysisを用いた異物分析例を紹介します。



EDXとFTIRデータから統合的に解析する専用ソフトウェアEDXIR-Analysisには、実際に捕集された異物データが豊富に収録されているほか、データの追加も簡単に行え、異物分析を強力にサポートします。

- 試料：バイアル製剤中の異物
- 分析装置：IRSpirit-TX、EDX-8100

図28の異物Aについて、EDXおよびFTIRを用いてデータを取得し、取得したデータを統合解析ソフトウェアEDXIR-Analysisで解析しました。異物Aはバイアル瓶中に浮遊していたことから、無機物（金属）単体とは考えにくく、有機無機の統合解析を行いました。異物Aについては、事前にライブラリ登録していたバイアルのゴム栓（材質はブチルゴム＋タルク）のデータと一致することが確認できました（図29）。

異物の写真は示しませんが、金属光沢がある異物Bについてもデータを取得し解析を行いました。上記のように金属光沢があることにくわえて、バイアル瓶中に沈殿していること、FTIRで有意なピークが得られなかったことから、異物Bは無機物（金属）と推測し、EDXIR-AnalysisのEDX単独解析を行いました。異物Bについては、想定通り金属であるSUS316がヒットしました（図30）。



図28 バイアル製剤中異物の外観

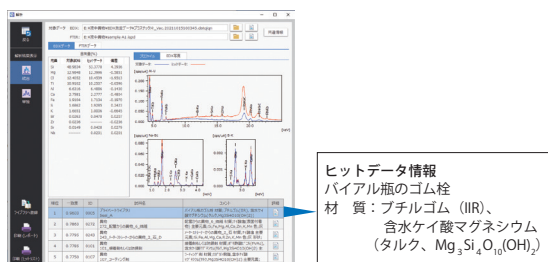


図29 異物Aの統合解析結果



図30 異物BのEDX単独解析結果

フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit-Xシリーズ

IRSpirit-Xシリーズは、フットプリントがA3サイズ（420 × 297 mm）以下、重さ8.5 kgと小型軽量のFTIRです。小型FTIRクラスで最高レベルの高感度と高分解を実現し、付属品のほとんどが搭載できる標準サイズの試料室を搭載することにより、小さいながらも応用範囲の広いFTIRです。

また、IRSpirit-Xシリーズには、対話形式で一連の分析をナビゲートするプログラム（IR Pilot）や、取得したスペクトルの質をアドバイスする「スペクトルアドバイザー」機能を標準装備し、分析者の業務を強力にサポートします。さらに、IRSpirit-Xシリーズは、消耗品以外のすべての部品に対する10年保証が標準装備されています。

※消耗品以外、FTIR本体以外の付属品、PC及びその周辺機器、取扱説明書、治具類、2年目以降の作業費は保証対象外です。



Product

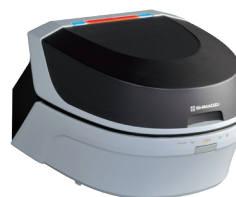
エネルギー分散型蛍光 X線分析装置 EDX-7200

EDX-7200は、高速・高感度・高精度を追求したモデルで、従来比3倍の計数量を実現する高速回路を新たに搭載し、アルゴリズムの改良や基本性能のアップにより測定時間を更に短縮し進化したEDXです。

RoHS追加元素（P、Cl、Sn、Sb）にも、スクリーニングキット（オプション）で対応し、高計数率により同一測定時間内でのスクリーニング精度も向上しています。

軽元素分析での感度アップに不可欠なヘリウム置換測定ユニット（オプション）にも、短時間での測定と、ヘリウムガス消費量を削減させる機能を搭載しています。

ランニングコストの低減とメンテナンス性の向上も実現しています。



Product



本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。
本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。
治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。
トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

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

製品情報



価格お問合せ



東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631
(大学担当) (03) 3219-5616
(会社担当) (03) 3219-5622

関西支社 (06) 4797-7230

札幌支店 (011) 700-6605

東北支店 (022) 221-6231

郡山営業所 (024) 939-3790

つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511
(会社担当) (029) 851-8515

北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095
(会社担当) (048) 646-0081

横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106

(会社担当) (045) 311-4615

静岡支店 (054) 285-0124

名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521
(会社担当) (052) 565-7531

京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604
(会社担当) (075) 823-1603

神戸支店 (078) 331-9665

岡山営業所 (086) 221-2511

四国支店 (087) 823-6623

広島支店 (082) 236-9652

九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332
(会社担当) (092) 283-3334

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