

SEPARATION REPORT

高性能陰イオン分析用カラム TSKgel[®] SuperIC-Anion HR について

—— 目 次 ——

	ページ
1. はじめに	1
2. 製品仕様一覧	1
3. 基本的性質	1
3-1. カラムの特長	1
3-2. カラムの特性	2
3-2-1. 流速の影響	2
3-2-2. 温度の影響	2
3-2-3. 注入量の影響	3
3-2-4. 試料濃度の影響	4
3-2-5. 測定再現性	5
3-2-6. 定量性について	6
3-2-7. 有機溶媒交換性	7
3-2-8. 耐久性	7
4. 分析例	8
4-1. 有機酸の分析	8
4-2. 高塩濃度試料中の亜硝酸イオン、硝酸イオンの分析	9
4-3. 一般試料分析	11
5. おわりに	16

1. はじめに

イオンクロマトグラフィー (IC) は、環境水、工程水等の各種水溶液試料に含まれるイオン成分の分析方法として、広く普及しています。このレポートで紹介する TSKgel SuperIC-Anion HR は、従来の TSKgel SuperIC

シリーズと比較して、分離性能を向上させた陰イオン分析用カラムです。溶出の早い有機酸類や臭素酸イオン、塩素酸イオン等のハロゲンオキソ酸イオンの分離・分析に適しています。

2. 製品仕様一覧

表 1 カラム仕様

品 番	0022894
カラムサイズ	4.6 mm I.D. × 15 cm (PEEK*)
充 填 剤	親水性ポリマー
平均粒子径	3.5 μm
イオン交換基	第 4 級アンモニウム基
イオン交換容量	約 60 meq/L
対イオン	炭酸イオン
出荷溶媒	3.8 mmol/L NaHCO ₃
用 途	陰イオン分析

*：ポリエーテルエーテルケトン

※ガードカラムには TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS をご使用下さい。

3. 基本的性質

3-1. カラムの特長

図 1 に陰イオン標準物質 13 種の測定例を示します。

炭酸塩系溶離液を使用することで、酢酸、ギ酸、ハロゲンオキソ酸イオンを含む標準的な陰イオン 12 種 (図-1 の硫酸イオンまで) を約 20 min で分析することが可能です。

炭酸イオンに由来するシステムピークは塩化物イオン (ピーク 6) と亜硝酸イオン (ピーク 7) の間に溶出します。40 °C

での測定では、ほぼその中間の位置に溶出するので、高濃度の炭酸イオンを含む試料でなければ、分析対象の陰イオンの分析への妨害を抑えることが可能です (3-2-2、3-2-3 を参照)。

また、本カラムは従来の IC カラムに比べ高いイオン交換容量を有しており、イオン濃度の高い試料の分離に適しています (3-2-4 の図 11 及び 4-2 を参照)。

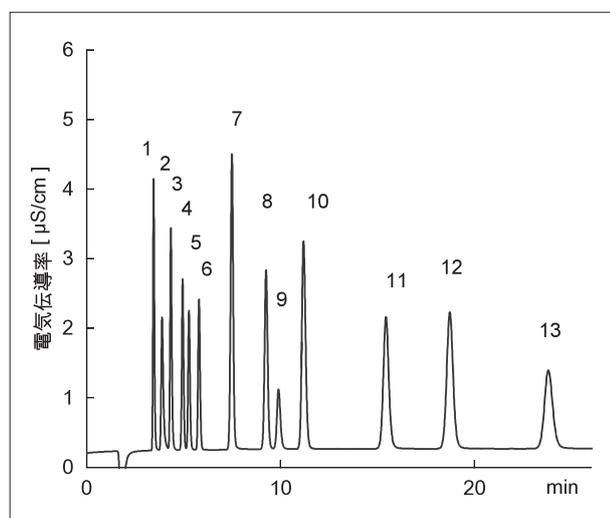


図 1 陰イオン標準物質 13 種の分離例

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 °C

注入量：30 μL

試 料：標準試料

ピーク：1. F⁻ (1 mg/L) 2. 酢酸 (10) 3. ギ酸 (3)

4. ClO₂⁻ (3) 5. BrO₃⁻ (4) 6. Cl⁻ (1)

7. NO₂⁻ (5) 8. Br⁻ (5) 9. ClO₃⁻ (2)

10. NO₃⁻ (5) 11. HPO₄²⁻ (10)

12. SO₄²⁻ (5) 13. シュウ酸 (5)

3-2. カラムの特性

3-2-1. 流速の影響

図2には各種陰イオンの理論段高さ（HETP）への測定流速の影響を示します。

イオン種により最適流速が異なりますが、高い分離性能を得るには、0.8 mL/min 付近の流速での測定を推奨します。使用可能な流速の上限は、1.2 mL/min ですが、この流速においても、数 mg/L レベルの濃度であれば、

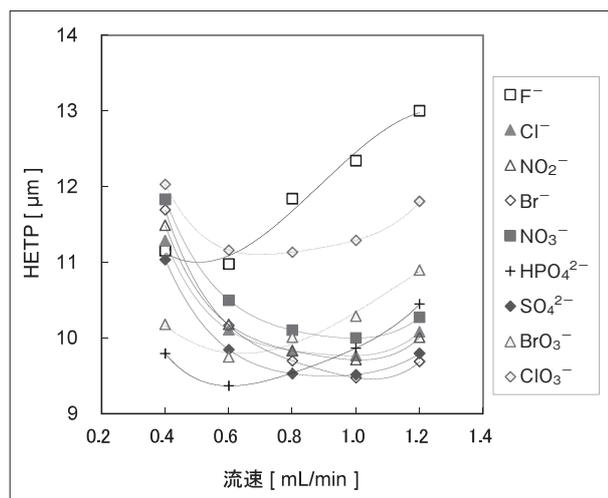


図2 流速の影響（理論段高さ）

標準陰イオン12種の分離（分離度 $R \geq 1.5$ ）が可能です。

図3にハロゲンオキソ酸イオンの分離への流速の影響を示します。

今回検討した流速範囲（0.4～1.2 mL/min）では、流速0.8 mL/min 付近で分離度は最大となります。

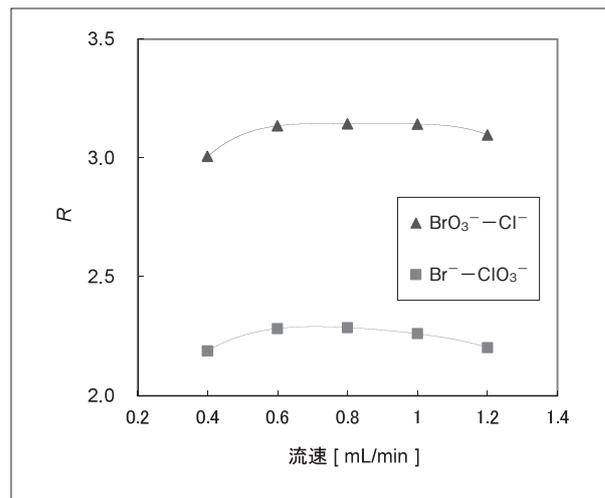


図3 流速の影響（分離能）

3-2-2. 温度の影響

図4にカラム温度と保持時間の関係を示します。

一般的な陰イオン分析カラムと同様に温度が低くなると1価陰イオンの溶出が遅れ、多価陰イオンの溶出が早くなります。

また、炭酸イオンのシステムピーク（✱）は温度を下げると塩化物イオンに近づくので、温度設定の際には注意が必要です。

図5にカラム温度の分離能（臭素酸イオンと塩化物イオン、臭化物イオンと塩素酸イオン）への影響を示します。

温度を下げると、臭素酸イオンと塩化物イオンの分離は向上しますが、臭化物イオンと塩素酸イオンの分離は温度を上げた方が向上します。

図6に温度と測定圧力の関係を示します。

40℃の測定に比べ、25℃での測定ではカラム圧力が30%程度上昇します。温度を下げて測定する際には、圧力上昇に注意する必要があります。

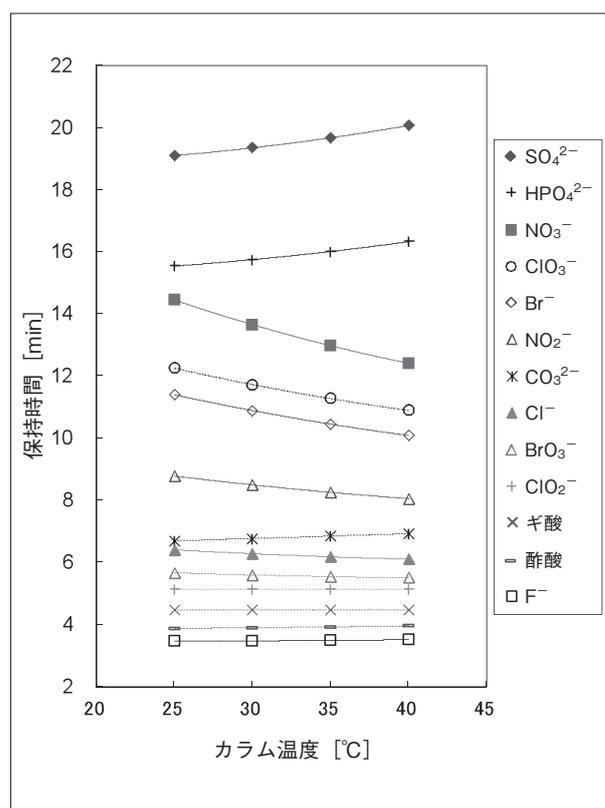


図4 カラム温度の影響（保持時間）

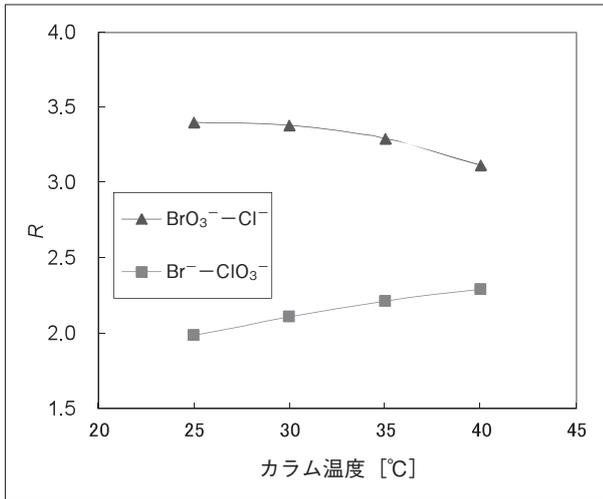


図5 カラム温度の影響（分離能）

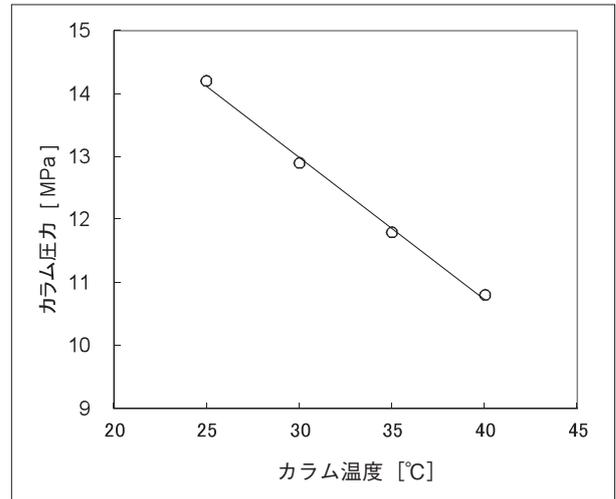


図6 カラム温度の影響（カラム圧力）

3-2-3. 注入量の影響

図7に、各イオンの負荷量（絶対量）をほぼ一定にし、注入量を30、100、500 μLと変化したクロマトグラムを示します。

フッ化物イオンの前の負ピークは試料中の水に由来したウォーターディップ、ピーク3と4の間の負ピークは、試料中の溶存炭酸に由来するシステムピークです。

注入量が多くなるとウォーターディップおよびシステムピークが大きくなるので、近傍に溶出するフッ化物イオンや亜硝酸イオンのピークに影響を与えます。

検出が可能な限り、試料注入量を低くすることで、良好なクロマトグラムを得ることが可能になります（3-2-5及び3-2-6を参照）。

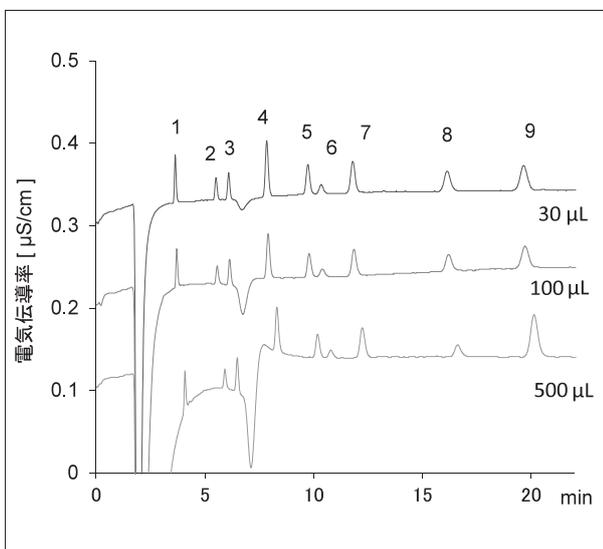


図7 注入量の影響

ピーク No.	イオン種	濃度 [μg/L]		
		30 μL	100 μL	500 μL
1	F ⁻	20	5	1
2	BrO ₃ ⁻	80	20	4
3	Cl ⁻	20	5	1
4	NO ₂ ⁻	100	25	5
5	Br ⁻	100	25	5
6	ClO ₃ ⁻	40	10	2
7	NO ₃ ⁻	100	25	5
8	HPO ₄ ²⁻	200	50	10
9	SO ₄ ²⁻	100	25	5

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：電気伝導度検出器

温度：40 °C

試料：標準試料

注入量：30, 100, 500 μL

3-2-4. 試料濃度の影響

図8には、注入量を30 μLとしたときの各イオンの濃度と理論段数の関係を示します。

試料濃度の増加に伴い、理論段数が低下し、溶出の早いイオン種ほど理論段数の低下が顕著になります。

図9～図11に試料濃度と注入量を変えた場合の標準試料のクロマトグラムを示します。

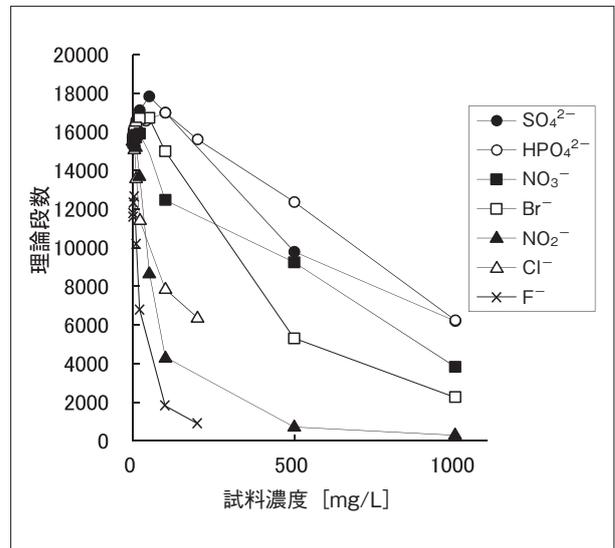


図8 試料濃度の理論段数への影響（注入量：30 μL）

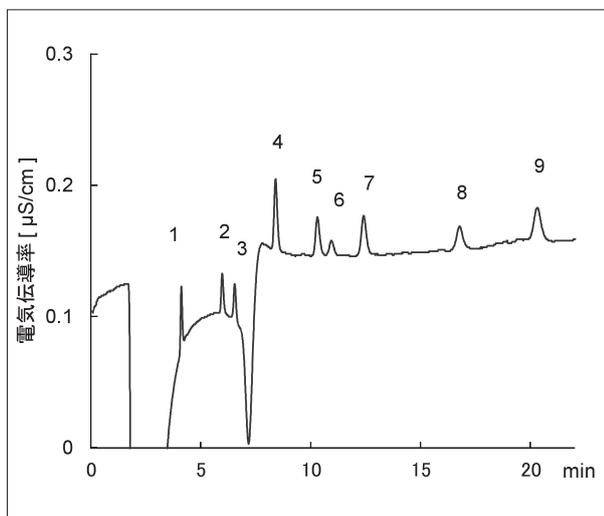


図9 低濃度試料のクロマトグラム（注入量：500 μL）

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR
(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS
(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：電気伝導度検出器

温度：40℃

注入量：500 μL

試料：標準試料

ピーク：1. F⁻ (1 μg/L) 2. BrO₃⁻ (4) 3. Cl⁻ (1)
4. NO₂⁻ (5) 5. Br⁻ (5) 6. ClO₃⁻ (2)
7. NO₃⁻ (5) 8. HPO₄²⁻ (10)
9. SO₄²⁻ (5)

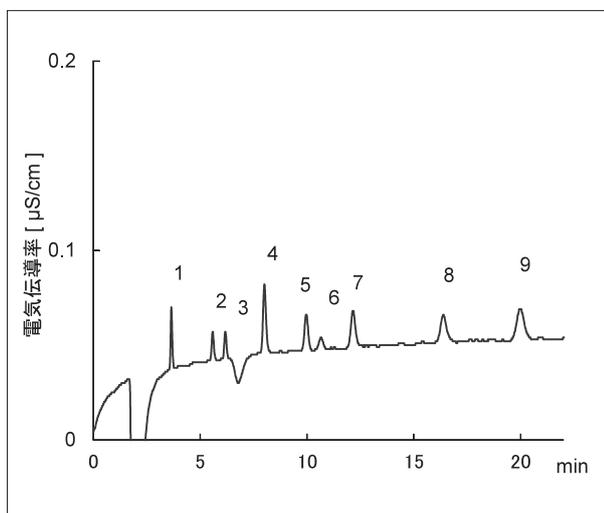


図10 低濃度試料のクロマトグラム（注入量：30 μL）

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR
(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS
(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：電気伝導度検出器

温度：40℃

注入量：30 μL

試料：標準試料

ピーク：1. F⁻ (10 μg/L) 2. BrO₃⁻ (40) 3. Cl⁻ (10)
4. NO₂⁻ (50) 5. Br⁻ (50) 6. ClO₃⁻ (20)
7. NO₃⁻ (50) 8. HPO₄²⁻ (100)
9. SO₄²⁻ (50)

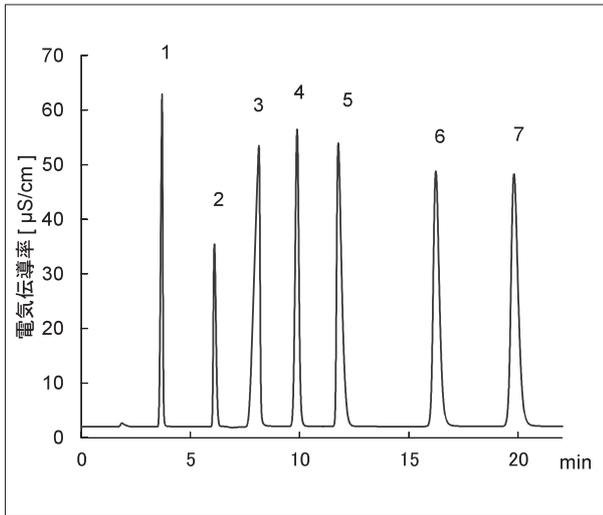


図 11 高濃度試料のクロマトグラム（注入量：30 μL）

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：標準試料

ピーク：1. F⁻(20 mg/L) 2. Cl⁻(20) 3. NO₂⁻(100)

4. Br⁻(100) 5. NO₃⁻(100)

6. HPO₄²⁻(200) 7. SO₄²⁻(100)

3-2-5. 測定再現性

図 1 の測定条件により評価した各注入量、濃度における測定再現性を表 2～表 4 に示します。

保持時間の変動 (CV%) は 0.12 % 以下であり、ピー

ク面積の変動 (CV%) は、低濃度でも 10 % 以下の結果が得られました。

表 2 測定再現性 -1 (注入量：30 μL, 標準濃度, n=10)

イオン種	濃度 (mg/L)	溶出時間 (min)	CV (%)	ピーク面積 (μS × sec)	CV (%)
F ⁻	1	3.66	0.06	16.81	0.15
BrO ₃ ⁻	4	5.59	0.06	11.07	0.06
Cl ⁻	1	6.18	0.06	10.91	0.10
NO ₂ ⁻	5	8.03	0.06	37.51	0.17
Br ⁻	5	9.97	0.06	23.44	0.07
ClO ₃ ⁻	2	10.64	0.06	8.45	0.13
NO ₃ ⁻	5	12.11	0.06	30.10	0.14
HPO ₄ ²⁻	10	16.42	0.07	31.77	0.16
SO ₄ ²⁻	5	20.07	0.08	39.87	0.08

表 3 測定再現性 -2 (注入量：30 μL, 表 2 の 100 倍希釈濃度, n=10)

イオン種	濃度 (μg/L)	溶出時間 (min)	CV (%)	ピーク面積 (μS × sec)	CV (%)
F ⁻	10	3.65	0.05	0.174	2.9
BrO ₃ ⁻	40	5.58	0.05	0.114	5.9
Cl ⁻	10	6.18	0.04	0.116	5.9
NO ₂ ⁻	50	8.00	0.05	0.369	2.6
Br ⁻	50	9.96	0.05	0.237	4.5
ClO ₃ ⁻	20	10.65	0.08	0.084	5.9
NO ₃ ⁻	50	12.15	0.05	0.295	4.4
HPO ₄ ²⁻	100	16.39	0.07	0.276	7.1
SO ₄ ²⁻	50	19.99	0.11	0.401	4.7

表4 測定再現性-3 (注入量: 500 μ L, 表2の1000倍希釈濃度, n=10)

イオン種	濃度 (μ g/L)	溶出時間 (min)	CV (%)	ピーク面積 (μ S \times sec)	CV (%)
F ⁻	1	4.11	0.05	0.262	1.7
BrO ₃ ⁻	4	5.96	0.06	0.234	2.6
Cl ⁻	1	6.53	0.07	0.250	6.4
NO ₂ ⁻	5	8.39	0.08	0.573	3.0
Br ⁻	5	10.28	0.11	0.376	2.7
ClO ₃ ⁻	2	10.92	0.12	0.150	8.1
NO ₃ ⁻	5	12.38	0.11	0.454	3.1
HPO ₄ ²⁻	10	16.76	0.05	0.299	7.8
SO ₄ ²⁻	5	20.30	0.05	0.578	4.1

3-2-6. 定量性について

図1の測定条件における、検量線評価結果を表5に
検出限界値、定量限界値を表6に示します。

広い濃度範囲において精度の高い検量線を得るために

は2次関数近似が必要になります。注入量を500 μ Lま
で上げることで μ g/L以下のイオン成分の検出が可能に
なります。

表5 検量線評価結果

イオン種	範囲 (mg/L)	y=ax ² +bx		
		a	b	決定係数
F ⁻	0.2 - 200	- 0.0127	19.90	1.000
Cl ⁻	0.2 - 200	0.0101	15.90	1.000
NO ₂ ⁻	1.0 - 1000	0.0003	8.92	1.000
Br ⁻	1.0 - 1000	0.0011	7.13	1.000
ClO ₃ ⁻	1.0 - 1000	0.0008	6.85	1.000
NO ₃ ⁻	1.0 - 1000	0.0017	8.99	1.000
HPO ₄ ²⁻	1.0 - 1000	0.0010	4.53	1.000
SO ₄ ²⁻	1.0 - 1000	0.0014	11.79	1.000

表6 検出限界値および定量限界値 [μ g/L]

イオン種	30 μ L		500 μ L	
	検出下限	定量下限	検出下限	定量下限
	S/N=3	S/N=10	S/N=3	S/N=10
F ⁻	0.9	3.0	0.1	0.2
Cl ⁻	2.1	6.9	0.1	0.4
NO ₂ ⁻	3.8	12.8	0.3	0.9
Br ⁻	7.6	25.4	0.5	1.8
ClO ₃ ⁻	9.6	31.9	0.6	2.2
NO ₃ ⁻	7.3	24.4	0.5	1.7
HPO ₄ ²⁻	19.2	64.1	1.3	4.4
SO ₄ ²⁻	9.0	30.1	0.6	2.0

3-2-7. 有機溶媒交換性

本カラムは有機溶媒交換性を有しており、有機溶媒を添加した溶離液の使用、あるいは、水溶性有機溶媒を含むサンプルを測定することが可能です。

有機溶媒を添加した溶離液を使用することにより、ヨウ化物イオン、過塩素酸イオンなど溶出の遅い疎水性陰イオンの迅速な測定が可能になります。

図1の条件で使用した溶離液から各種有機溶媒へ交換した場合の保持時間、理論段数の変化を図12に示します。具体的には、炭酸塩系溶離液（図1の測定条件）にて硫酸イオンを測定後、水→有機溶媒→水→溶離液と順次置換を行い再度標準試料を測定し、カラム性能を評価しました。有機溶媒には、アセトニトリル、メタノール、エタノールを用い、通液時の流速は0.5～1.0 mL/min(40℃)とし、通液時間は2時間としました。

図12に各有機溶媒の通液後の硫酸イオンの保持時間、理論段数を示します。各数値にほとんど変化がみられないことから、耐有機溶媒性を有していることがわかります。

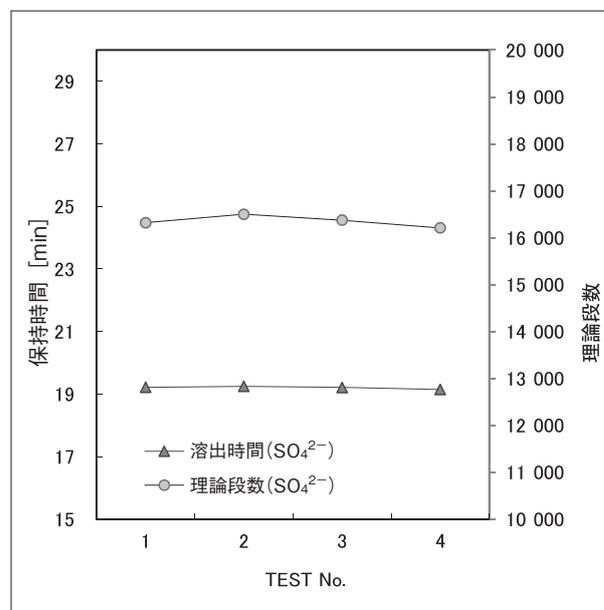


図12 有機溶媒交換性

〈評価条件〉

Test 1 → Test 4 の順に実施

Test 1: 有機溶媒通液前の評価結果

Test 2: アセトニトリルを通液後(1.0 mL/min)の評価結果

Test 3: メタノールを通液後 (1.0 mL/min) の評価結果

Test 4: エタノールを通液後 (0.5 mL/min) の評価結果

3-2-8. 耐久性

本カラムに1000検体の標準試料を連続注入した際の分離性能の変化を確認しました。

図13に硫酸イオンの保持時間と理論段数の変化を、図14に臭素酸イオンと塩化物イオン、臭化物イオンと塩素酸イオン、それぞれの分離度Rの変化を示します。

また、図15には1000検体注入前後の標準陰イオン

12種のクロマトグラムを示します。

各図に示したように、理論段数およびR(臭素酸イオン-塩化物イオン)には、ほとんど変化はみられませんでした。保持時間およびR(臭化物イオン-塩素酸イオン)は、わずかながら減少する傾向がみられています。これらの変化は溶離液のpHの影響によるものです。

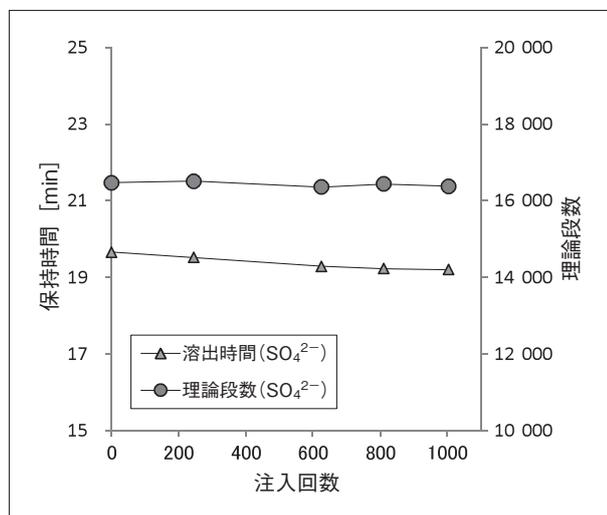


図13 連続注入試験 (保持時間の変化)

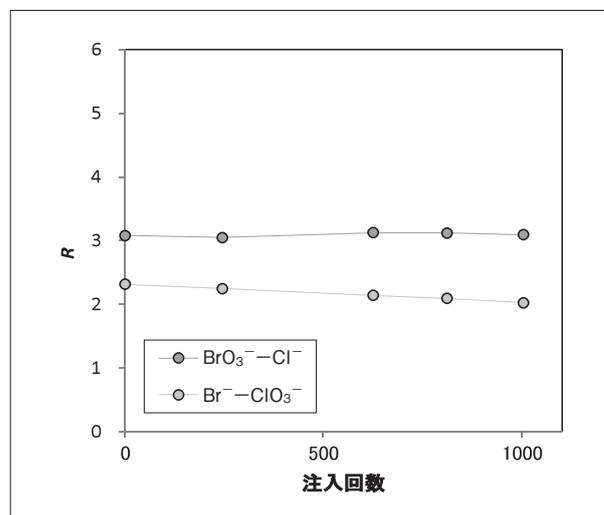


図14 連続注入試験 (分離能の変化)

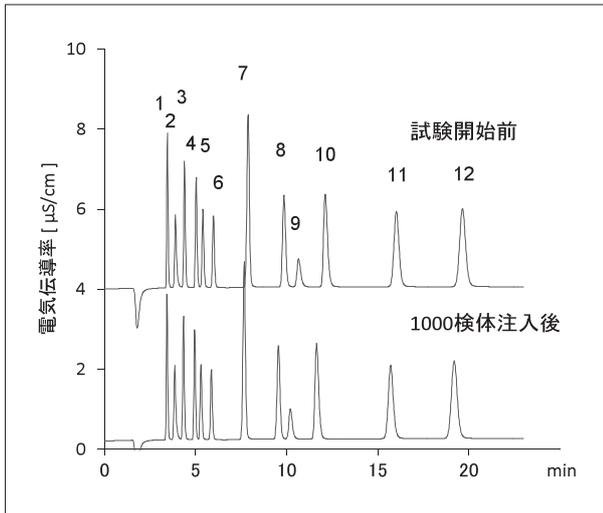


図 15 連続注入試験 (クロマトグラムの変化)

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：電気伝導度検出器

温度：40℃

注入量：30 μL

試料：標準試料

ピーク名 1. F⁻(1 mg/L) 2. 酢酸 (10) 3. ギ酸 (3)
 4. ClO₂⁻(3) 5. BrO₃⁻(4) 6. Cl⁻(1)
 7. NO₂⁻(5) 8. Br⁻(5) 9. ClO₃⁻(2)
 10. NO₃⁻(5) 11. HPO₄²⁻(10) 12. SO₄²⁻(5)

4. 分析例

4-1. 有機酸の分析

本カラムは高い分離能を有するため、無機陰イオンと有機酸類の同時分析にも適しています。

図 16 では、標準試料の分離例を示しましたが、2種の溶離液を使用したステップワイズグラジエント条件に

より、溶出の早い乳酸から、溶出の遅いクエン酸まで、一斉に測定することが可能です。但し、有機酸の種類によっては、一部ピークが重なるものもあるので測定の際には確認が必要です。

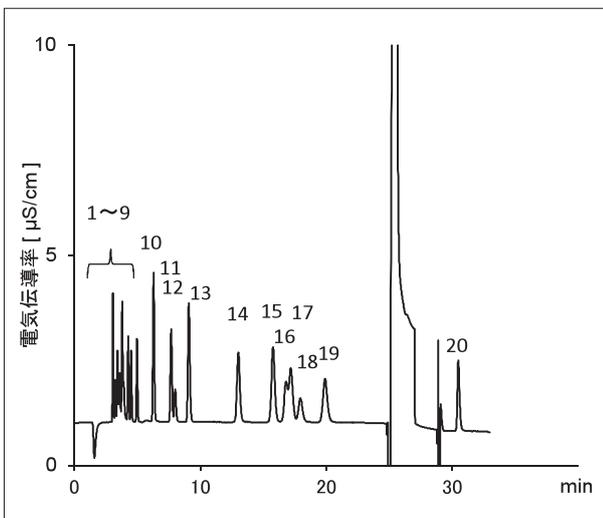


図 16 各種有機酸の測定例

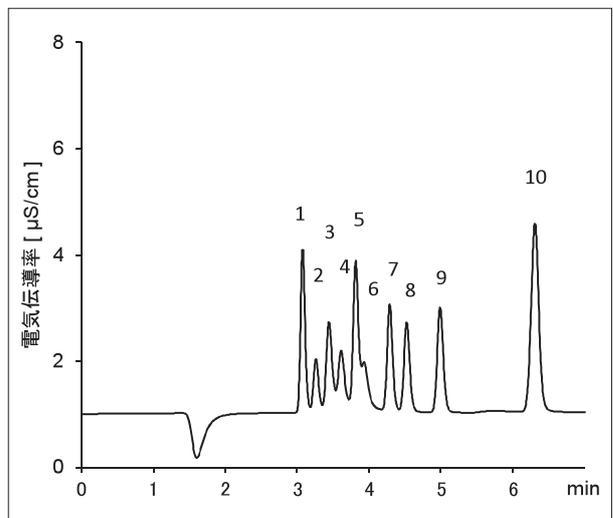


図 16 の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：A 液 2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

B 液 12 mmol/L NaHCO₃ + 15 mmol/L Na₂CO₃

+ 20% アセトニトリル

グラジエント条件

0 min (A 液 100%) → 23 min (B 液 100%)

→ 32 min (A 液 100%) → 43 min (次試料注入)

流速：1.2 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

サプレッサーバルブ切替：26 min, 30 min, 34.5 min

検出：電気伝導度検出器

温度：40℃

注入量：30 μL

試料：標準試料

ピーク：1. F⁻ (1 mg/L) 11. Br⁻ (5)
 2. 乳酸 (25) 12. ClO₃⁻ (2)
 3. 酢酸 (10) 13. NO₃⁻ (5)
 4. プロピオン酸 (25) 14. HPO₄²⁻ (10)
 5. ギ酸 (3) 15. SO₄²⁻ (5)
 6. 酪酸 (25) 16. リンゴ酸 (10)
 7. ClO₂⁻ (3) 17. 酒石酸 (10)
 8. BrO₃⁻ (4) 18. コハク酸 (10)
 9. Cl⁻ (1) 19. シュウ酸 (5)
 10. NO₂⁻ (5) 20. クエン酸 (25)

4-2. 高塩濃度試料中の亜硝酸イオン、硝酸イオンの分析

水質汚濁に係る環境基準、水質汚濁防止法に基づく排水基準などにより、環境試料中の亜硝酸態窒素、硝酸態窒素の測定が実施されています。塩濃度（特に塩化ナトリウム）が高い排水試料等の場合、塩化物イオンの妨害のため、良好なクロマトグラムが得られず、イオンクロマトグラフィー以外の分析方法が適用されることもあります。

本カラムを使用し、試料中の塩濃度に対する亜硝酸イオン、硝酸イオンの定量性への影響について確認しました。

分析方法については、塩化物イオンの影響をできるだけ抑えるため、紫外吸光光度検出器（波長210 nm）による検出法を採用しました。また、紫外吸光光度検出法においてもサプレッサーを使用することで、より安定したベースラインでの分析が可能になります。

高塩濃度試料として海水を想定し、擬似海水（塩化物イオン：20,000 mg/L、臭化物イオン：65 mg/L、硫酸イオン：2,700 mg/L）を希釈したものに亜硝酸イオン（Nとして0.004 mg/L）、硝酸イオン（Nとして0.004 mg/L）を添加してその回収率を評価しました。得られたクロマトグラム及び回収率の結果を図17及び表7に示しました。

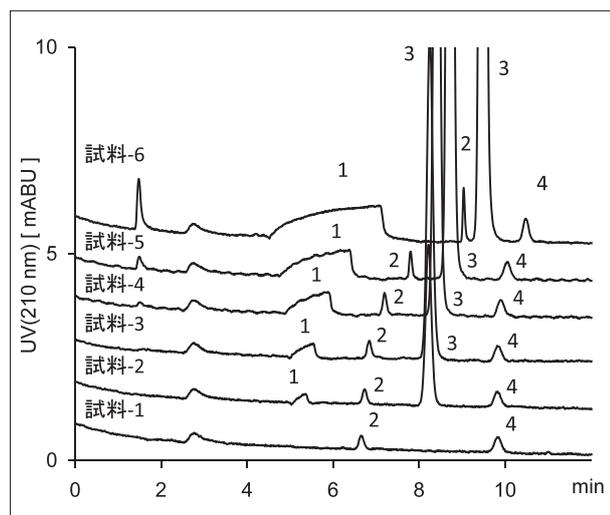


図17 高塩濃度試料中の亜硝酸イオン、硝酸イオンのクロマトグラム

クロマトグラムに示したように、高濃度の塩化物イオンが存在する場合には、その溶出により、亜硝酸イオンや硝酸イオンの溶出も遅れる傾向がみられ、亜硝酸イオンについてはその傾向が顕著にみられます。

ピーク面積の回収率についても、試料-6のような高濃度試料の場合には、亜硝酸イオンの回収率が低下する現象がみられており、亜硝酸イオンの安定した分析を考慮すると、塩化物イオン濃度は1,000 mg/L程度以下に抑えた状態（海水レベルであれば、20倍程度の希釈）での測定が有効です。

試料-4については、ピーク面積の測定再現性も評価した結果、10%以下の変動係数であり、微量の亜硝酸イオン、硝酸イオンの良好な定量性が確認できました。

高濃度の亜硝酸イオン（Nとして25 mg/L）と硝酸イオンの（Nとして25 mg/L）の回収率も評価し、そのクロマトグラムを図18に示しました。クロマトグラムでは、亜硝酸イオンについては、そのピーク形状に変化がみられ、塩化物イオンよりも炭酸イオンのシステムピークの影響を大きく受けていることが推測されました。しかし、ピーク面積の回収率は表7に示したように特に問題はみられませんでした。

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR
(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS
(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.2 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：紫外吸光度（210 nm）

温度：40℃

注入量：100 μL

試料：標準試料

ピーク：1. Cl⁻

2. NO₂⁻（Nとして0.004 mg/L）

3. Br⁻

4. NO₃⁻（Nとして0.004 mg/L）

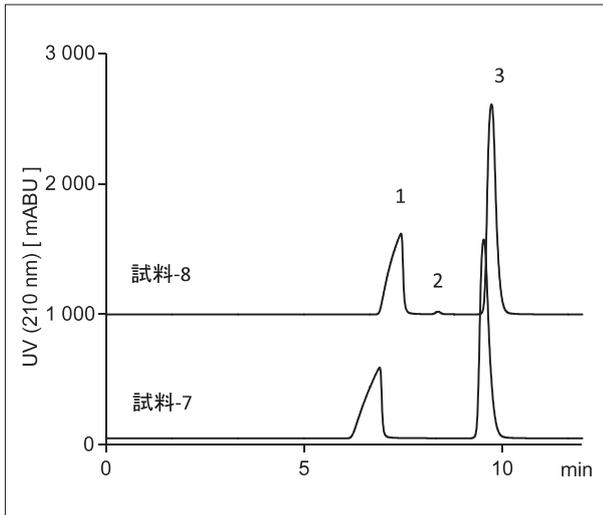


図 18 高塩濃度試料中の亜硝酸イオン、硝酸イオンのクロマトグラム

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.2 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：紫外吸光度 (210 nm)

温度：40 ℃

注入量：100 μL

試料：標準試料

ピーク：1. NO₂⁻ (Nとして 25 mg/L)

2. Br⁻

3. NO₃⁻ (Nとして 25 mg/L)

表 7 高塩濃度試料中の亜硝酸イオン、硝酸イオンの定量性評価結果

試料 No.	NO ₂ -N 濃度 (mg/L)	NO ₃ -N 濃度 (mg/L)	夾雑イオン濃度			NO ₂ -N(ピーク面積)		NO ₃ -N(ピーク面積)	
			Cl ⁻ (mg/L)	Br ⁻ (mg/L)	SO ₄ ²⁻ (mg/L)	回収率 (%)	CV (n=6) (%)	回収率 (%)	CV (n=6) (%)
1	0.004	0.004	0	0	0	-	6.0	-	6.3
2	0.004	0.004	200	0.65	27	94.2	-	103.6	-
3	0.004	0.004	400	1.3	54	105.3	-	101.1	-
4	0.004	0.004	1 000	3.3	135	107.6	2.5	99.2	6.1
5	0.004	0.004	2 000	6.5	270	96.6	-	95.1	-
6	0.004	0.004	4 000	13	540	76.6	-	104.6	-
7	25	25	0	0	0	-	-	-	-
8	25	25	1 000	3.3	135	96.0	-	96.0	-

* 回収率はブランク補正後の値を記載

4-3. 一般試料分析

実試料の測定例を図19から図27に示します。

図19：水道水

図20：河川水

図21：湧水

図22：亜硝酸イオン添加模擬水道水

図23：海水（100倍希釈液）

図24：海水（原液）

図25：炭酸含有試料

炭酸由来のシステムピークが分析の支障となる場合、溶離液の組成を変更することで、その妨害を抑えることが可能です。

図26：河川水（図20と同一試料、図25の測定条件）

図27：湧水（図21と同一試料、図25の測定条件）

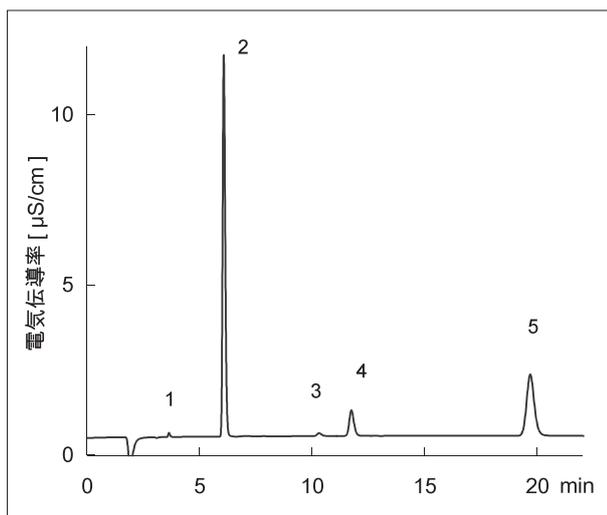


図19 水道水のクロマトグラム

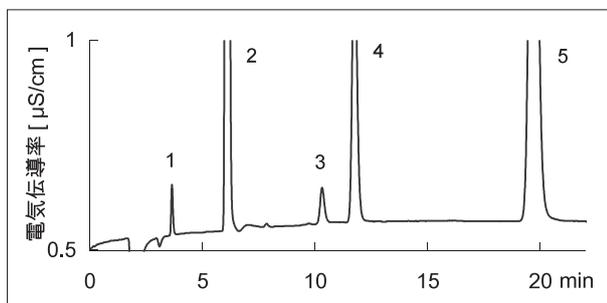


図19の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検出：電気伝導度検出器

温度：40℃

注入量：30 μL

試料：水道水

ピーク：1. F⁻ (0.03 mg/L)

2. Cl⁻ (9.12)

3. ClO₃⁻ (0.25)

4. NO₃⁻ (1.68)

5. SO₄²⁻ (5.25)

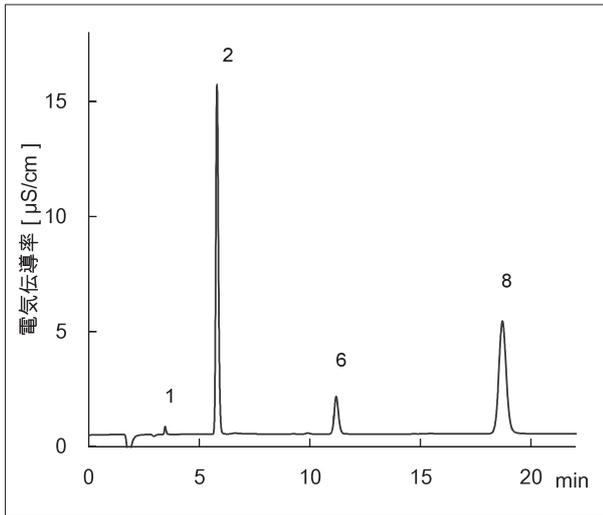


図 20 河川水のクロマトグラム

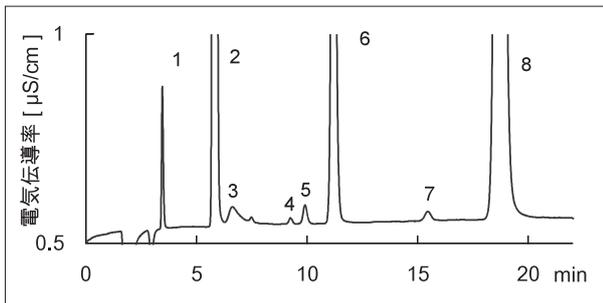


図 20 の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：河川水

ピーク：1. F⁻ (0.09 mg/L)

2. Cl⁻ (7.92)

3. 炭酸

4. Br⁻ (0.03)

5. ClO₃⁻ (0.11)

6. NO₃⁻ (2.78)

7. HPO₄²⁻ (0.12)

8. SO₄²⁻ (12.5)

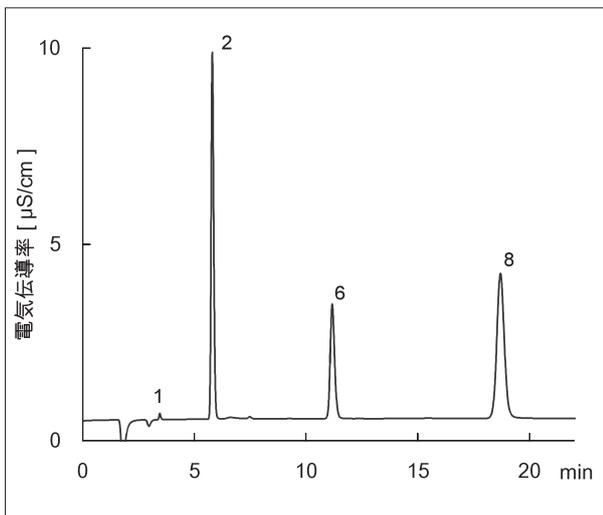


図 21 湧水のクロマトグラム

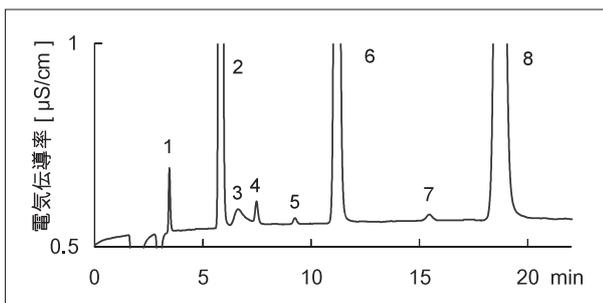


図 21 の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：湧水

ピーク：1. F⁻ (0.04 mg/L)

2. Cl⁻ (4.72)

3. 炭酸

4. NO₂⁻ (0.06)

5. Br⁻ (0.03)

6. NO₃⁻ (4.93)

7. HPO₄²⁻ (0.08)

8. SO₄²⁻ (9.45)

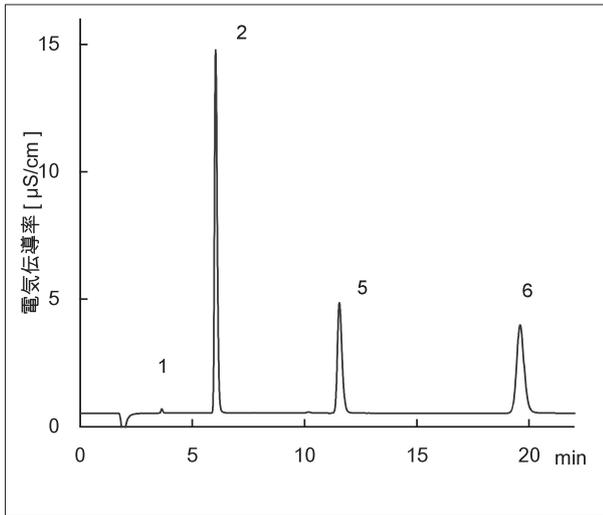


図 22 亜硝酸イオン添加疑似水道水のクロマトグラム

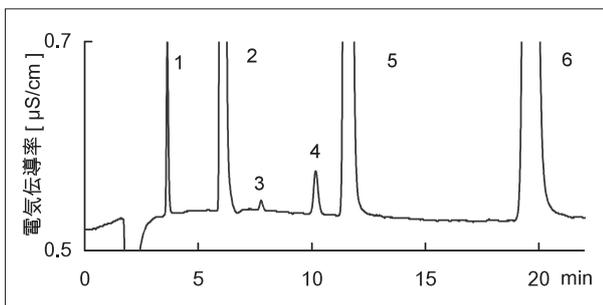


図 22 の拡大図

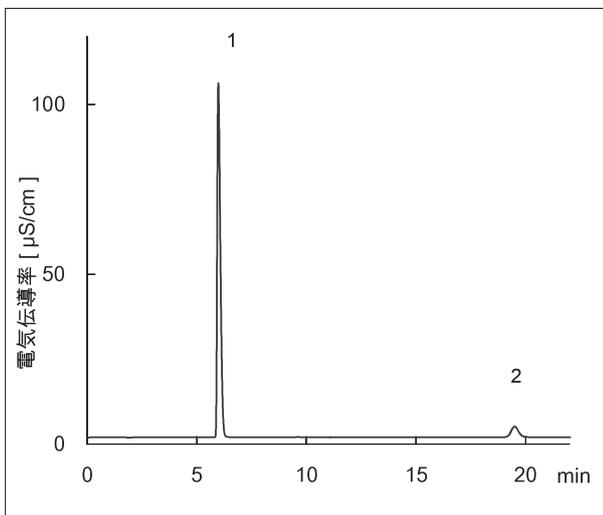


図 23 海水 (100 倍希釈液) のクロマトグラム

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：亜硝酸イオン添加疑似水道水

ピーク：1. F⁻ (0.05 mg/L)

2. Cl⁻ (10)

3. NO₂⁻ (NO₂-N として 0.004)

4. ClO₃⁻ (0.10)

5. NO₃⁻ (10)

6. SO₄²⁻ (10)

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：10 μL

試 料：海水 (100 倍希釈)

ピーク：1. Cl⁻ (190 mg/L)

2. SO₄²⁻ (26.0)

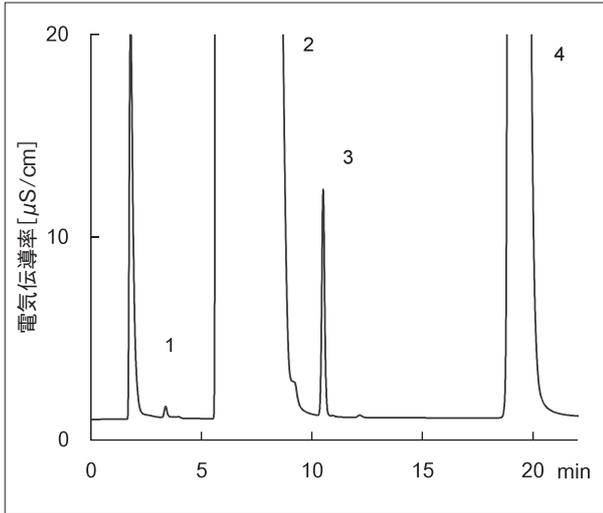


図 24 海水（原液）のクロマトグラム

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：2.2 mmol/L NaHCO₃ + 2.7 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：10 μL

試 料：海水

ピーク：1. F⁻ (0.78 mg/L)

2. Cl⁻

3. Br⁻ (59.3)

4. SO₄²⁻

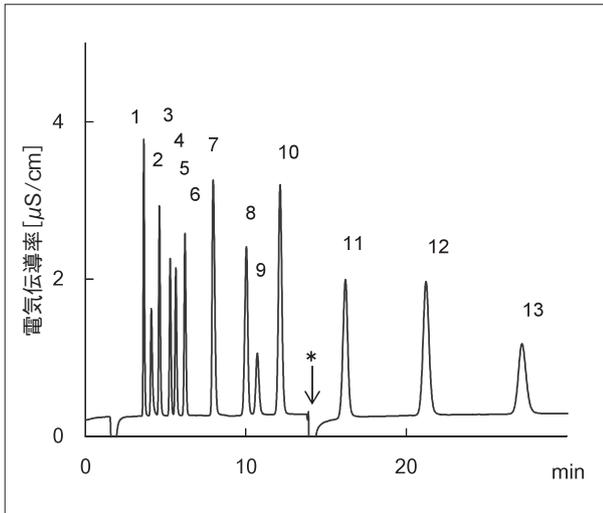


図 25 炭酸含有試料（標準陰イオン）の測定例

* IC-2010 サプレッサーバルブの切替え

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：10.0 mmol/L NaHCO₃ + 1.5 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

サプレッサーバルブ切替え：14 min

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：炭酸含有試料（標準陰イオン）

ピーク：1. F⁻ (1 mg/L)

2. 酢酸 (10)

3. ギ酸 (3)

4. ClO₂⁻ (3)

5. BrO₃⁻ (4)

6. Cl⁻ (1)

7. NO₂⁻ (5)

8. Br⁻ (5)

9. ClO₃⁻ (2)

10. NO₃⁻ (5)

11. HPO₄²⁻ (10)

12. SO₄²⁻ (5)

13. シュウ酸 (5)

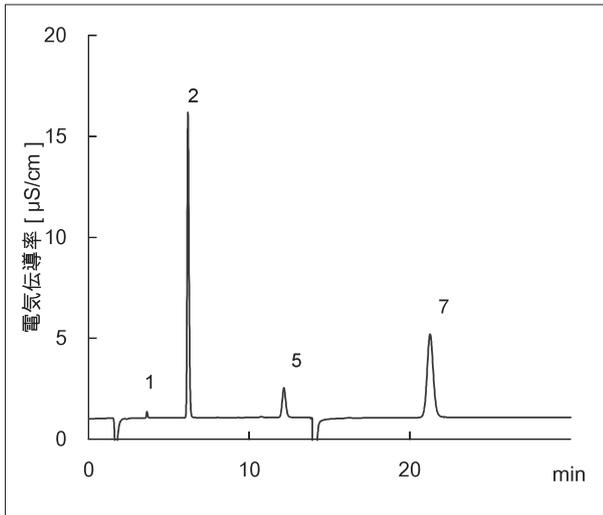


図 26 河川水のクロマトグラム (図 25 の測定条件)

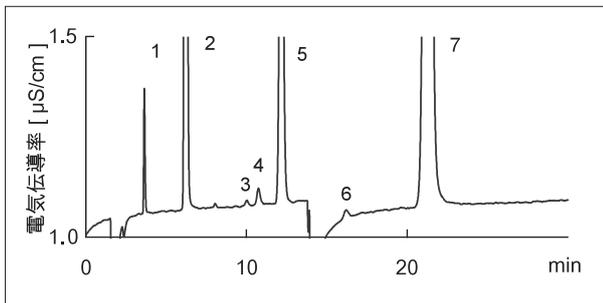


図 26 の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：10.0 mmol/L NaHCO₃ + 1.5 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

サプレッサーバルブ切替え：14 min

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：河川水

ピーク：1. F⁻ (0.09 mg/L)

2. Cl⁻ (7.92)

3. Br⁻ (0.03)

4. ClO₃⁻ (0.11)

5. NO₃⁻ (2.78)

6. HPO₄²⁻ (0.12)

7. SO₄²⁻ (12.5)

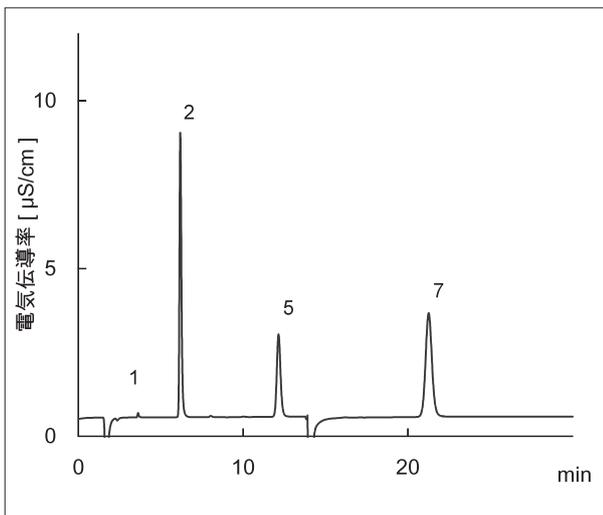


図 27 湧水のクロマトグラム (図 25 の測定条件)

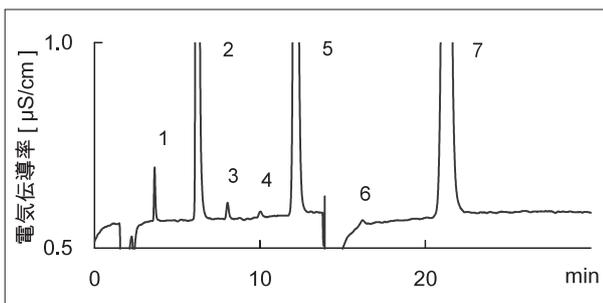


図 27 の拡大図

〈測定条件〉

カラム：TSKgel SuperIC-Anion HR

(4.6 mm I.D. × 15 cm)

ガードカラム：TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS

(4.6 mm I.D. × 1 cm)

溶離液：10.0 mmol/L NaHCO₃ + 1.5 mmol/L Na₂CO₃

流 速：1.0 mL/min

サプレッサーゲル：TSKgel suppress IC-A

サプレッサーバルブ切替え：14 min

検 出：電気伝導度検出器

温 度：40 ℃

注入量：30 μL

試 料：湧水

ピーク：1. F⁻ (0.04 mg/L)

2. Cl⁻ (4.72)

3. NO₂⁻ (0.06)

4. Br⁻ (0.03)

5. NO₃⁻ (4.93)

6. HPO₄²⁻ (0.08)

7. SO₄²⁻ (9.45)

5. おわりに

本レポートでは、高分離能陰イオン分析カラム TSKgel SuperIC-Anion HR に関する製品特性を紹介しました。本カラムは、サプレッサー方式イオンクロマトグラフに装着して使用することにより、その分離性能を発揮することができます。また、その高い分離特性から

高塩濃度試料中のイオン分析、有機酸類、ハロゲンオキソ酸等の各種陰イオンの分析などに適用することが可能です。適切な前処理と合わせて、本カラムを有効にご活用いただければ幸いです。

※ “TSKgel”、“TOYOPEARL” は東ソー株式会社の登録商標です。



TOSOH

東ソー株式会社 バイオサイエンス事業部

東京本社 営業部	☎ (03) 5427-5180	〒105-8623 東京都港区芝3-8-2
大阪支店 バイオエッセンス	☎ (06) 6209-1948	〒541-0043 大阪市中央区高麗橋4-4-9
名古屋支店 バイオエッセンス	☎ (052) 211-5730	〒460-0008 名古屋市中区栄1-2-7
福岡支店	☎ (092) 781-0481	〒810-0001 福岡市中央区天神1-13-2
仙台支店	☎ (022) 266-2341	〒980-0014 仙台市青葉区本町1-11-1
山口営業所	☎ (0834) 63-9888	〒746-0015 山口県周南市清水1-6-1
カスタマーサポートセンター	☎ (0467) 76-5384	〒252-1123 神奈川県綾瀬市早川2743-1

お問い合わせ e-mail tskgel@tosoh.co.jp

バイオサイエンス事業部ホームページ <http://www.separations.asia.tosohbioscience.com/>