

キャピラリー電気泳動法・イオンクロマトグラフィーの  
分析テクニック

技術情報協会

### 第3節 イオンクロマトグラフのカラムの選び方

横浜市衛生研究所 吉川 循江

はじめに

イオンクロマトグラフを使って水道水<sup>1,2)</sup>、ミネラルウォーター類<sup>3)</sup>、次亜塩素酸ナトリウム<sup>4)</sup>などの水質検査に用いるカラムの選び方を紹介する。イオンクロマトグラフ用カラムは(1)陰イオン交換カラム、(2)陽イオン交換カラム、(3)イオン排除カラムに3区分できる。2023年現在、水道法水質基準<sup>5)</sup>51項目のうち9項目で検査方法にイオンクロマトグラフ法が指定されており、水質管理目標設定項目では3項目が指定されている。各検査項目は表1のとおりである。

表1 イオンクロマトグラフ法が指定されている水道法水質検査項目

検査項目		検査方法 <sup>1)</sup>	カラムの種類
基準 9	亜硝酸態窒素	別表第13 イオンクロマトグラフ(陰イオン)による一斉分析法	陰イオン交換
基準 10	シアン化物イオン及び塩化シアン	別表第12 イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法	イオン排除
基準 11	硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素	別表第13	陰イオン交換
基準 12	フッ素及びその化合物	別表第13	陰イオン交換
基準 21	塩素酸	別表第13	陰イオン交換
基準 26	臭素酸	別表第18 イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法	陰イオン交換
基準 36	ナトリウム及びその化合物	別表第20 イオンクロマトグラフ(陽イオン)による一斉分析法	陽イオン交換
基準 38	塩化物イオン	別表第13	陰イオン交換
基準 39	カルシウム, マグネシウム等(硬度)	別表第20	陽イオン交換
目標 10	亜塩素酸	第1:イオンクロマトグラフ法, 第2:別表第18	陰イオン交換
目標 12	二酸化塩素	第1:イオンクロマトグラフ法, 第2:別表第18	陰イオン交換
目標 17	カルシウム, マグネシウム等(硬度)	第4:別表第20	陽イオン交換

#### 1. 陰イオン交換カラム

陰イオン交換カラムはイオン交換基を被覆したポリマー系充填剤が充填されている。イオンクロマトグラフを使用して陰イオンの検査に利用する。カラムは溶離液の組成に適した2系列(水酸化物系または炭酸系)から選ぶ。代表的な水酸化物系(KOH)溶離液用カラム、炭酸系(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-NaHCO<sub>3</sub>)溶離液用カラムの分析例を紹介する。陰イオンの溶出順は1価イオンの次に2価イオンである。おおむねフッ素(F<sup>-</sup>)、塩化物イオン(Cl<sup>-</sup>)、亜硝酸態窒素(NO<sub>2</sub>-N)、塩素酸(ClO<sub>3</sub><sup>-</sup>)、臭化物イオン(Br<sup>-</sup>)、硝酸態窒素(NO<sub>3</sub>-N)、硫酸イオン(SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)、リン酸イオン(PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>)の順に溶出する。また、ポストカラム誘導体化反応を利用して臭素酸(BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>)と亜塩素酸(ClO<sub>2</sub><sup>-</sup>)の検査にも利用される。

##### 1.1 水酸化物系(KOH)溶離液用カラム

水酸化物系(KOH)溶離液を使用する際は溶離液ジェネレーターでKOH溶液の濃度を調製するのが一般的であり、グラジエント分析ができる。Dionex IonPac AS19カラムを用いた陰イオン一斉分析例を図1電気伝導度検出器(上)、紫外可視吸光度検出器(下)に示す。分析条件を表2に示す。

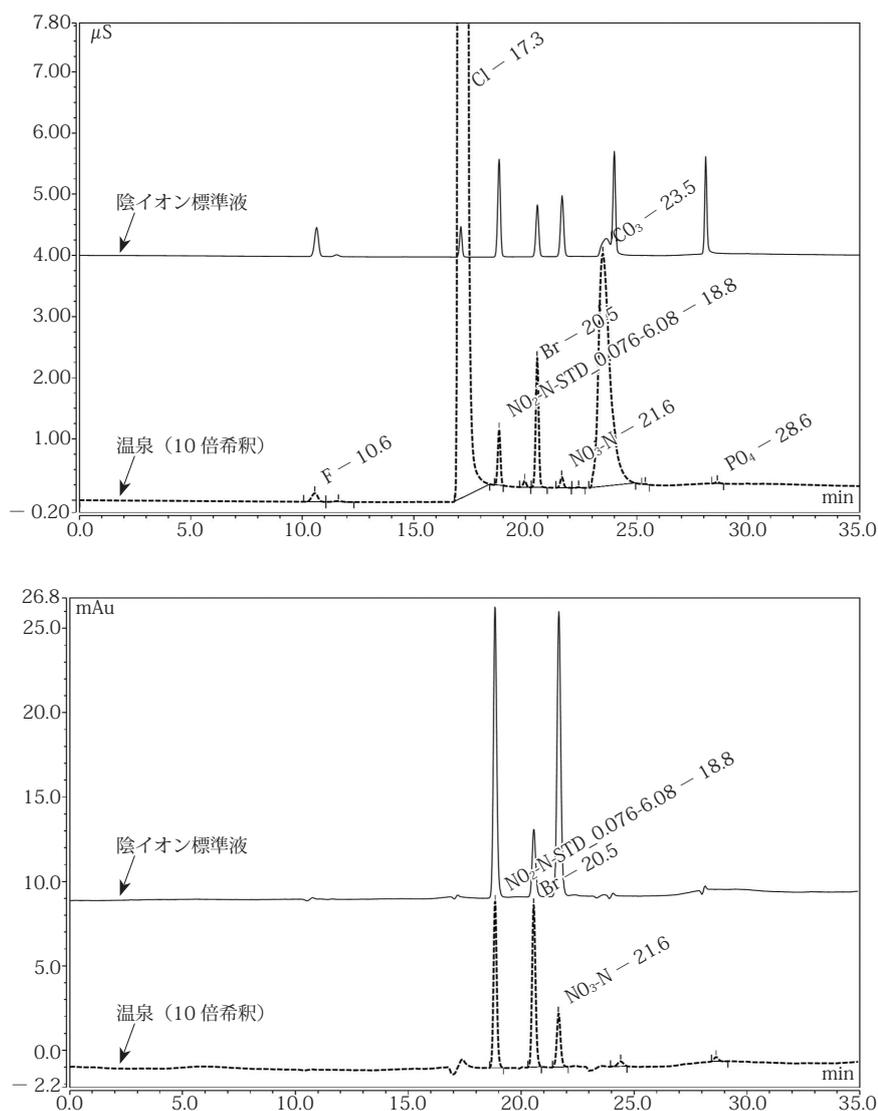


図1 陰イオン交換カラム AS19 を用いた陰イオン一斉分析  
 電気伝導度検出器 (上), 紫外可視吸光度検出器 (下), 試料注入量 50  $\mu\text{L}$ , 横軸 (分), 縦軸 ( $\mu\text{S}$ , mAU)  
 温泉分析例 (10倍希釈)  
 温泉成分 ( $\text{F}^-$ :0.44,  $\text{Cl}^-$ :2900,  $\text{NO}_2\text{-N}$ :0.81,  $\text{ClO}_3^-$ :0.72,  $\text{Br}^-$ :12,  $\text{NO}_3\text{-N}$ :0.18,  $\text{SO}_4^{2-}$ :不分離,  $\text{PO}_4^{3-}$ :0.62mg/L)  
 陰イオン標準液 019-24011 富士フィルム和光純薬 ( $\text{F}^-$ :0.1,  $\text{Cl}^-$ :0.1,  $\text{NO}_2\text{-N}$ :0.1520,  $\text{Br}^-$ :0.5,  $\text{NO}_3\text{-N}$ :0.1130,  $\text{SO}_4^{2-}$ :0.5,  $\text{PO}_4^{3-}$ :1.0 mg/L) と重ね書き

表2 陰イオン一斉分析 分析条件

カラム カラム温度 (30°C)	Dionex IonPac AS19 (4mmID × 250mm) イオン交換容量 240 $\mu\text{eq}$ Dionex IonPac AG19 (4mmID × 50mm)					
溶離液	KOH 溶離液ジェネレーター (EGC-500-KOH) 使用					
グラジエント条件 流速 1.0mL/min	Time (min)	0	10	23	25	50
	KOH (mol/L)	0.003	0.003	0.035	0.050	0.050
試料注入量	50 $\mu\text{L}$					
検出器	電気伝導度 セル温度 (35°C) 紫外可視吸光度 (波長 210nm)					
サプレッサー 温度 (20°C)	Dionex AERS-500e, エクスターナルモード, 電流値 124mA					
検量線範囲 (mg/L)	フッ素 0.05-10, 塩化物イオン 0.1-20, 亜硝酸態窒素 0.002-0.1 (低) 0.076-6.08 (高), 塩素酸 0.05-1.2, 臭化物イオン 0.25-50, 硝酸態窒素 0.0565-11.3, 硫酸イオン 0.25-50, リン酸イオン 0.5-100					

温泉の中には塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ ) が 2900mg/L、亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) が 0.81mg/L で濃度差が約 3600 倍になっていることがある。このような温泉では塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ ) がテーリングするため、次に溶出する亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) の回収率が悪くなる。そのため、検出器 2 つを直列し電気伝導度検出器の次に紫外可視吸光度検出器を接続している。亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) は塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ ) の影響を避けて紫外可視吸光度検出器の結果を採用している。電気伝導度検出器ではフッ素 ( $\text{F}^-$ )、塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ )、塩素酸 ( $\text{ClO}_3^-$ )、臭化物イオン ( $\text{Br}^-$ )、硫酸イオン ( $\text{SO}_4^{2-}$ )、リン酸イオン ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) を定量し、紫外可視吸光度検出器で亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ )、硝酸態窒素 ( $\text{NO}_3\text{-N}$ ) を定量している。

## 1.2 炭酸系 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3\text{-NaHCO}_3$ ) 溶離液用カラム

炭酸系溶離液を使用する際は 1mol/L 炭酸ナトリウム ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) 溶液と 1mol/L 炭酸水素ナトリウム ( $\text{NaHCO}_3$ ) 溶液を (いずれもイオンクロマトグラフ用) を混合してイソクラティック分析する。同じカラムでも両者の混合比率を少し変えてリテンションタイムを調節することができる。

Dionex IonPac AS23 カラムを用いた陰イオン一斉分析例を図 2 電気伝導度検出器 (上)、紫外可視吸光度検出器 (下) に示す。分析条件を表 3 に示す。

試料注入量が 50  $\mu\text{L}$  では亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) の定量下限値 (0.004mg/L) の精度が悪いが、100  $\mu\text{L}$  にすると精度 (S/N 比 16.8-25.3) が良くなる。しかし、塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ ) は検量線の直線性の範囲が狭く、試料注入量が 50  $\mu\text{L}$  の方が良い。これは、炭酸系溶離液では測定イオンの種類や濃度によってバックグラウンドの解離状態が変化するためと考えられている。そのため、エチレンジアミンを添加して測定する亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) と塩素酸 ( $\text{ClO}_3^-$ ) は試料注入量を 100  $\mu\text{L}$  に、その他の硝酸態窒素 ( $\text{NO}_3\text{-N}$ )、フッ素 ( $\text{F}^-$ )、塩化物イオン ( $\text{Cl}^-$ ) などは試料注入量を 50  $\mu\text{L}$  にしている。検量線の直線性の範囲が狭いので、検量線を低濃度領域、高濃度領域に分けて試料の濃度に合わせて領域を選択して定量している。

## 1.3 水酸化物系溶離液使用分析と炭酸系溶離液使用分析の比較

水酸化物系 AS19 カラムと炭酸系 AS23 カラムを用いて、亜硝酸態窒素 ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ) の定量下限値 (0.004mg/L) の S/N 比を比較すると水酸化物系では試料注入量 50  $\mu\text{L}$  のとき S/N 比 (32.1-67.7) に対して炭酸系では試料注入量 100  $\mu\text{L}$  のとき S/N 比 (16.8-25.3) であり、水酸化物系はベースラインノイズ (ドリフト) が小さく、低濃度の定量に適している。

また、カラムによっては陰イオンの溶出順が前後するので注意を要する。

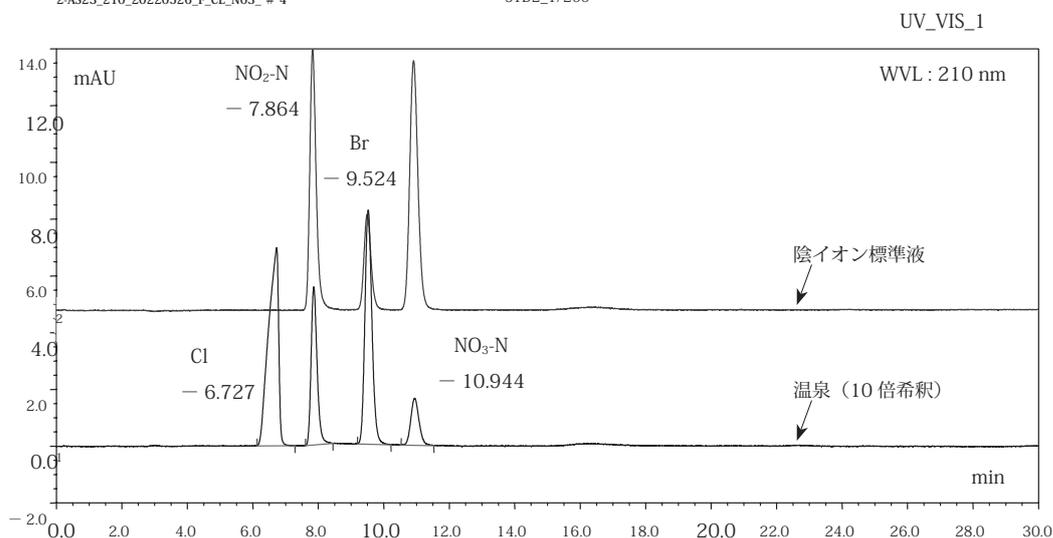
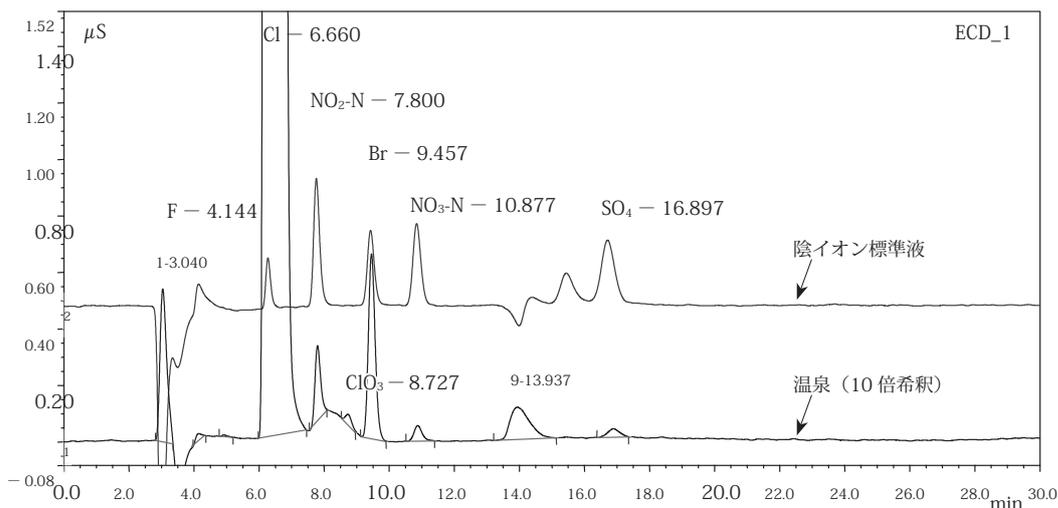


図2 陰イオン交換カラム AS23 を用いた陰イオン一斉分析

電気伝導度検出器 (上), 紫外可視吸光度検出器 (下), 試料注入量 100  $\mu$ L, 横軸 (分), 縦軸 ( $\mu$ S, mAU)

温泉分析例 (10倍希釈)

温泉成分 ( $F^-$ : 0.18,  $Cl^-$ : 2900,  $NO_2-N$ : 0.86,  $ClO_3^-$ : 0.69,  $Br^-$ : 12,  $NO_3-N$ : 0.21,  $PO_4^{3-}$ : 0.77,  $SO_4^{2-}$ : 0.60mg/L)

陰イオン標準液 019-24011 富士フイルム和光純薬 ( $F^-$ : 0.1,  $Cl^-$ : 0.1,  $NO_2-N$ : 0.1520,  $Br^-$ : 0.5,  $NO_3-N$ : 0.1130,

$PO_4^{3-}$ : 1.0,  $SO_4^{2-}$ : 0.5mg/L) と重ね書き

表3 陰イオン一斉分析 分析条件

カラム カラム温度 (30°C)	Dionex IonPac AS23 (4mmID $\times$ 250mm) イオン交換容量 320 $\mu$ eq Dionex IonPac AG23 (4mmID $\times$ 50mm)
溶離液 流速 1.0mL/min	0.004mol/L $Na_2CO_3$ $\cdot$ 0.0008mol/L $NaHCO_3$ 1mol/L 炭酸ナトリウム ( $Na_2CO_3$ ) 4mL と 1mol/L 炭酸水素ナトリウム ( $NaHCO_3$ ) 0.8mL を混合 /L
試料注入量	50 $\mu$ L または 100 $\mu$ L
検出器	電気伝導度 セル温度 (35°C) 紫外可視吸光度 (波長 210nm)
サブプレッサー	Dionex ADRS-600, リサイクルモード, 電流値 25mA
検量線範囲 (mg/L)	フッ素 0.05-1.6 (低) 0.8-20 (高), 塩化物イオン 0.1-4.0 (低) 1.6-20 (高), 亜硝酸態窒素 0.002-0.1 (低) 0.076-2.432 (高), 塩素酸 0.05-1.2, 臭化物イオン 0.25-8.0 (低) 4.0-50 (高), 硝酸態窒素 0.0565-1.808 (低) 0.904-11.3 (高), リン酸イオン 0.5-16 (低) 8.0-100 (高), 硫酸イオン 0.25-8.0 (低), 4.0-50 (高)

#### 1.4 臭素酸分析用に使用しているカラム

Dionex IonPac AS18 カラムは水酸化物系 (KOH) 溶離液用カラムであるが、炭酸系溶離液を使用して臭素酸 ( $\text{BrO}_3^-$ ) と亜塩素酸 ( $\text{ClO}_2^-$ ) のイオンクロマトグラフポストカラム法に使用している。遊泳用プールの分析例を図3に示す。分析条件を表4に示す。臭素酸 ( $\text{BrO}_3^-$ ) の濃度が  $2.8\text{mg/L}$  のように高い場合はピーク形状が変化し、リテンションタイムが後ろにずれるので100倍に希釈して、検量線の範囲にいれて定量している。

次に、AS18 カラムを使用した次亜塩素酸ナトリウムの分析例を図4(上)、AS23 カラムを使用した地下水を原水とする専用水道の分析例を図4(下)に示す。臭素酸 ( $\text{BrO}_3^-$ ) と亜塩素酸 ( $\text{ClO}_2^-$ ) の両方が含まれる試料の場合には、両者のリテンションタイムが近く、亜塩素酸 ( $\text{ClO}_2^-$ ) のピークの方が大きく臭素酸 ( $\text{BrO}_3^-$ ) ピークの分離が不明確になるので、標準を添加してピークの確定が必要になる。AS18 カラムを使用すると AS23 カラムを使うよりは臭素酸 ( $\text{BrO}_3^-$ ) と亜塩素酸 ( $\text{ClO}_2^-$ ) の分離が良い。

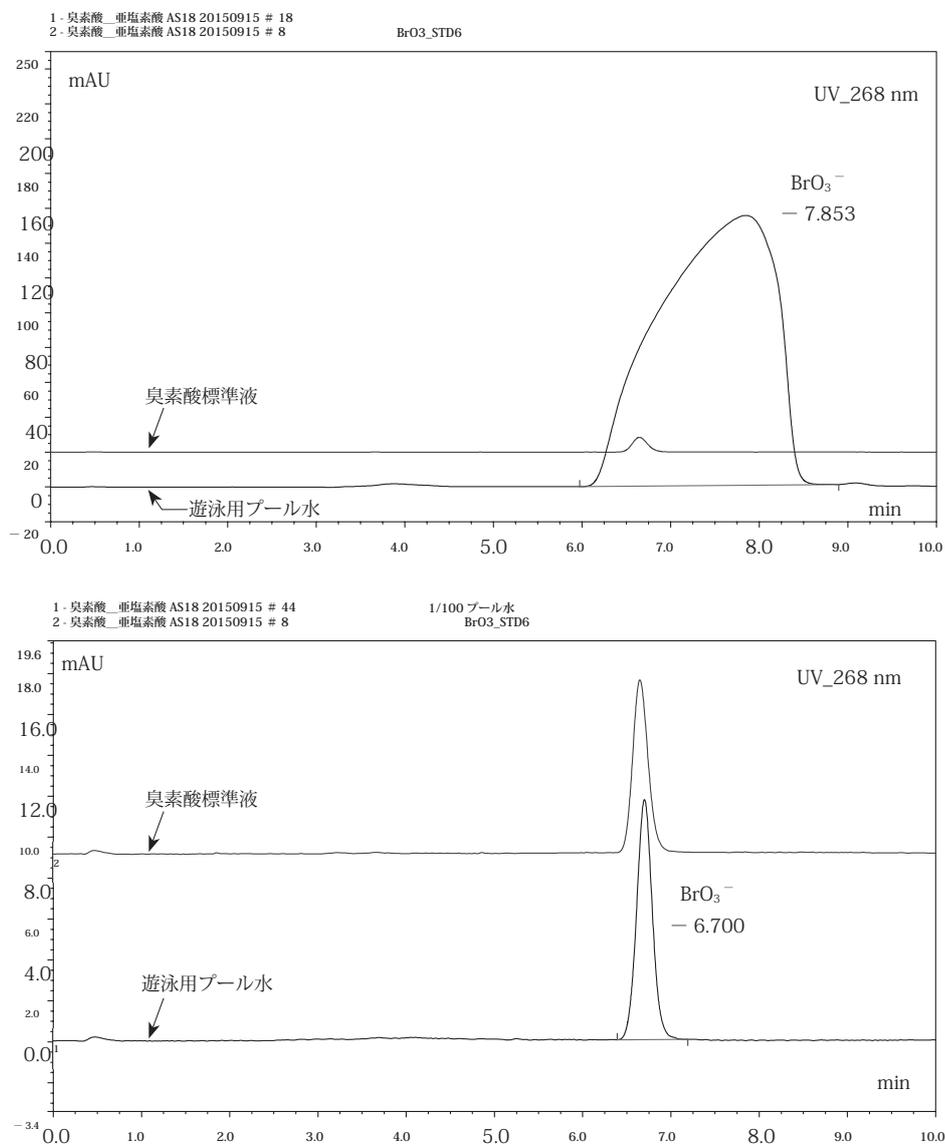


図3 臭素酸イオン用カラム AS18 を用いた臭素酸分析 (紫外可視吸光度検出器)  
 遊泳用 25m プール分析例 (上), 100 倍希釈図 (下), 横軸 (分), 縦軸 (mAU)  
 地下水利用遊泳用 25m プール中の濃度 ( $\text{BrO}_3^-$ :  $2.8\text{mg/L}$ )  
 臭素酸イオン標準液 05807-26 関東化学 ( $\text{BrO}_3^-$ :  $0.020\text{mg/L}$ ) と重ね書き

表 4 臭素酸分析 分析条件

カラム カラム温度 (35°C)	Dionex IonPac AS18 (4mmID × 250mm) イオン交換容量 285 μeq Dionex IonPac AG18 (4mmID × 50mm)
溶離液 流速 1.0mL/min	0.00375mol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ・0.0001mol/L NaHCO <sub>3</sub> 1mol/L 炭酸ナトリウム (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> ) 3.75mL と 1mol/L 炭酸水素ナトリウム (NaHCO <sub>3</sub> ) 0.1mL を混合 /L
反応液 A 流速 0.2mL/min	0.0012mol/L 亜硝酸ナトリウム溶液
反応液 B 流速 0.4mL/min	1.5mol/L 臭化カリウム - 1mol/L 硫酸溶液 反応コイル 0.51mmID × 2.0m 温度 (40°C)
試料注入量	200 μL
検出器	紫外可視吸光度 (波長 268nm)
検量線範囲 (mg/L)	臭素酸 0.0005-0.02

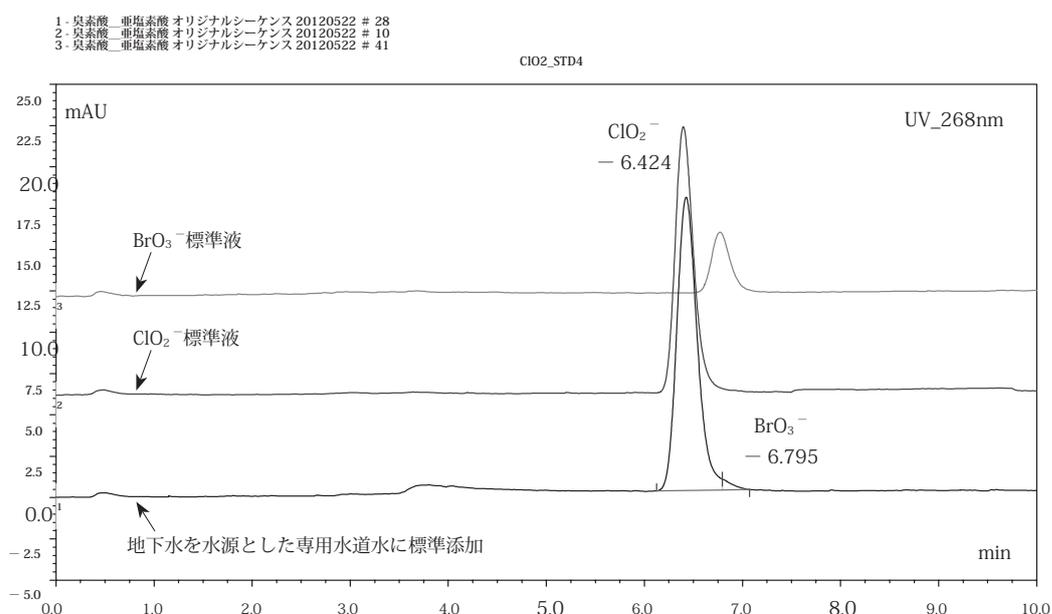
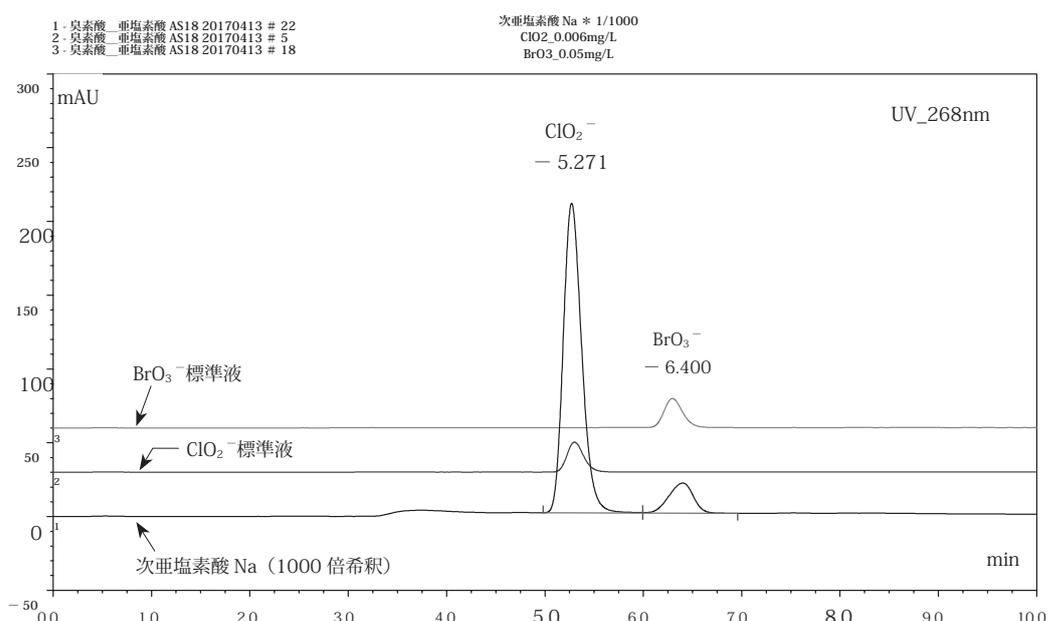


図 4 陰イオン交換カラム AS18 と AS23 を用いた臭素酸・亜塩素酸分析 (紫外可視吸光度検出器)  
AS18 カラム (上), AS23 カラム (下) 横軸 (分), 縦軸 (mAU)  
次亜塩素酸 Na (1000 倍希釈) 分析例 (上) 成分 (ClO<sub>2</sub><sup>-</sup>: 580, BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>: 68 mg/L)  
亜塩素酸イオン標準液 08170-26 関東化学 (ClO<sub>2</sub><sup>-</sup>: 0.060 mg/L), 臭素酸イオン標準液 05807-26 関東 (BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>: 0.050 mg/L) と重ね書き  
地下水を水源とする専用水道水に標準添加した分析例 (下), (ClO<sub>2</sub><sup>-</sup>: 0.058, BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>: 0.00081 mg/L)  
亜塩素酸イオン標準液 (ClO<sub>2</sub><sup>-</sup>: 0.050 mg/L), 臭素酸イオン標準液 (BrO<sub>3</sub><sup>-</sup>: 0.010 mg/L) と重ね書き

## 2. 陽イオン交換カラム

陽イオン交換カラムは陽イオン交換基を被覆したポリマー系充填剤が充填されている。イオンクロマトグラフを使用して陽イオンの検査に利用する。溶出順は1価イオンの次に2価イオンである。リチウム ( $\text{Li}^+$ )、ナトリウム ( $\text{Na}^+$ )、アンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ )、カリウム ( $\text{K}^+$ )、マグネシウム ( $\text{Mg}^{2+}$ )、カルシウム ( $\text{Ca}^{2+}$ )、バリウム ( $\text{Ba}^{2+}$ ) の順に溶出する。

Dionex IonPac CS16 カラムを用いた陽イオン一斉分析例を図5に示す。分析条件を表5に示す。

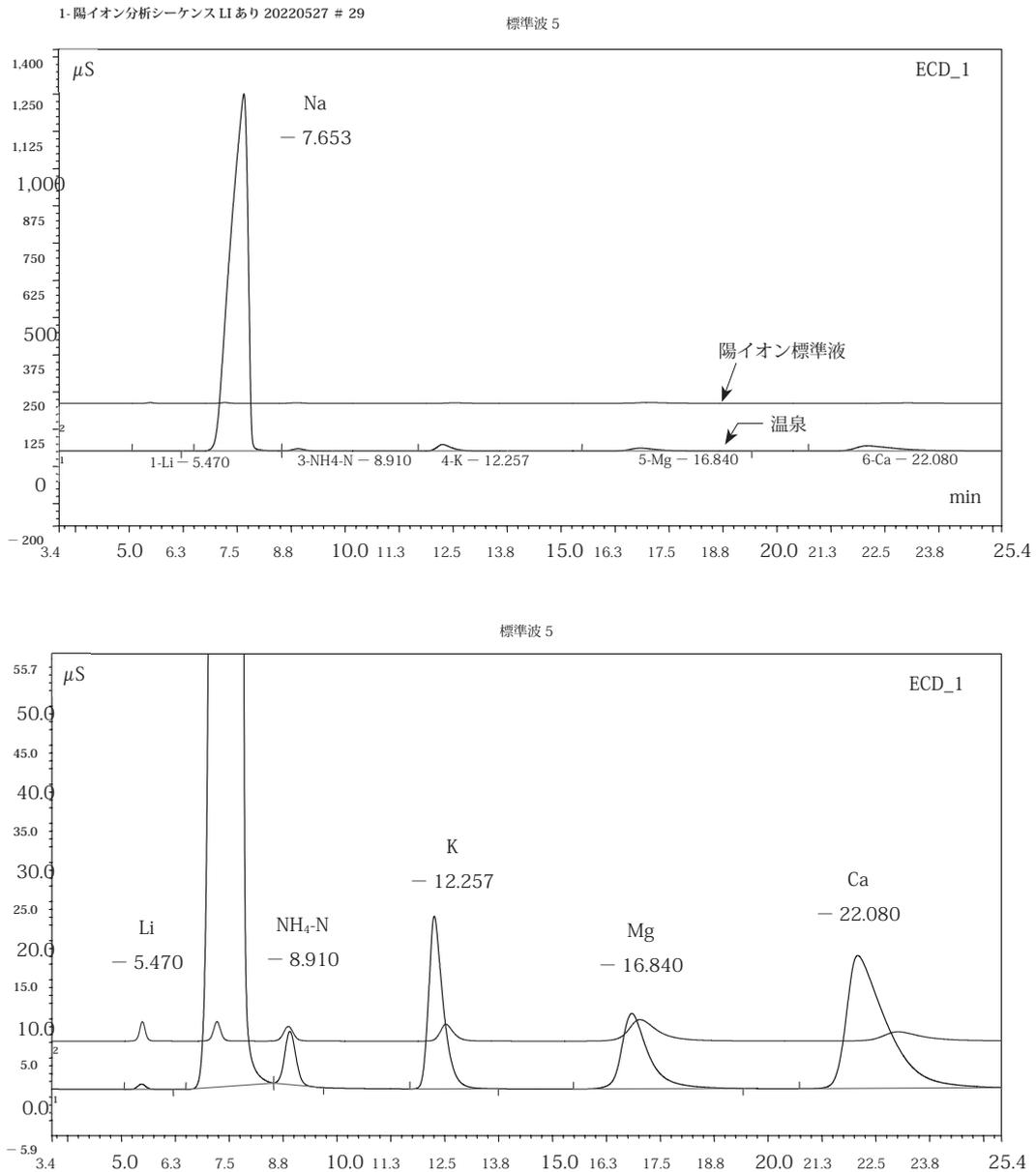


図5 陽イオン交換カラム CS16 を用いた陽イオン一斉分析 (電気伝導度検出器)  
 温泉分析例 (上), 縦軸拡大図 (下), 横軸 (分), 縦軸 ( $\mu\text{S}$ )  
 温泉成分 (Li: 0.18, Na: 2300,  $\text{NH}_4\text{-N}$ : 9.1, K: 53, Mg: 16, Ca: 54mg/L)  
 陽イオン標準液 07197-96 関東化学 (Li: 0.5, Na: 2,  $\text{NH}_4\text{-N}$ : 1.556, K: 5, Mg: 5, Ca: 5mg/L) と重ね書き

表5 陽イオンー斉分析 分析条件

カラム カラム温度 (40°C)	Dionex IonPac CS16 (5mmID × 250mm) イオン交換容量 8400 $\mu\text{eq}$ Dionex IonPac CG16 (5mmID × 50mm)
溶離液 流速 1.0mL/min	0.03mol/L メタンスルホン酸溶液 メタンスルホン酸 2mL/L
試料注入量	25 $\mu\text{L}$
検出器	電気伝導度 セル温度 (35°C)
サブレッサー	Dionex CDRS-600, エクスターナルモード (窒素ガス約 14psi で除去液を注入する), 電流値 90mA
検量線範囲 (mg/L)	リチウム 0.01-5, ナトリウム 0.04-20, アンモニア態窒素 0.03112-19.45, カリウム 0.1-50, マグネシウム 0.1-30, カルシウム 0.1-50

先の温泉ではナトリウム ( $\text{Na}^+$ ) が 2300mg/L, アンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) が 9.1mg/L で濃度差が 250 倍になっている。このような濃度差のある試料ではナトリウム ( $\text{Na}^+$ ) がテーリングするため、次に溶出するアンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) の回収率が悪くなる。そのため、1 試料あたりの分析時間は 30 分と長くなるが、イオン交換容量 (8400  $\mu\text{eq}$  / カラム) の大きい高分離カラムを選択している。リテンションタイムの早い 1 価イオンであるナトリウム ( $\text{Na}^+$ ) とアンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) の定量には適している。アンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) の検量線はサブレッサーの影響を受け直線にならないので放物線で近似している (図 6)。この際、縦軸に濃度 (mg/L) を横軸に面積 ( $\mu\text{S} \times \text{分}$ ) にしている。

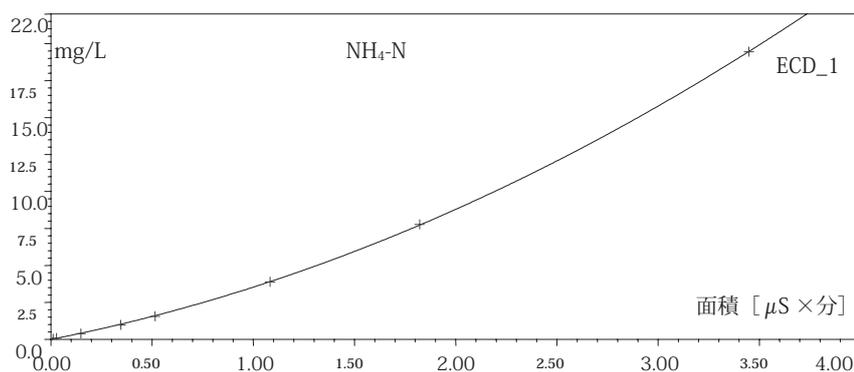
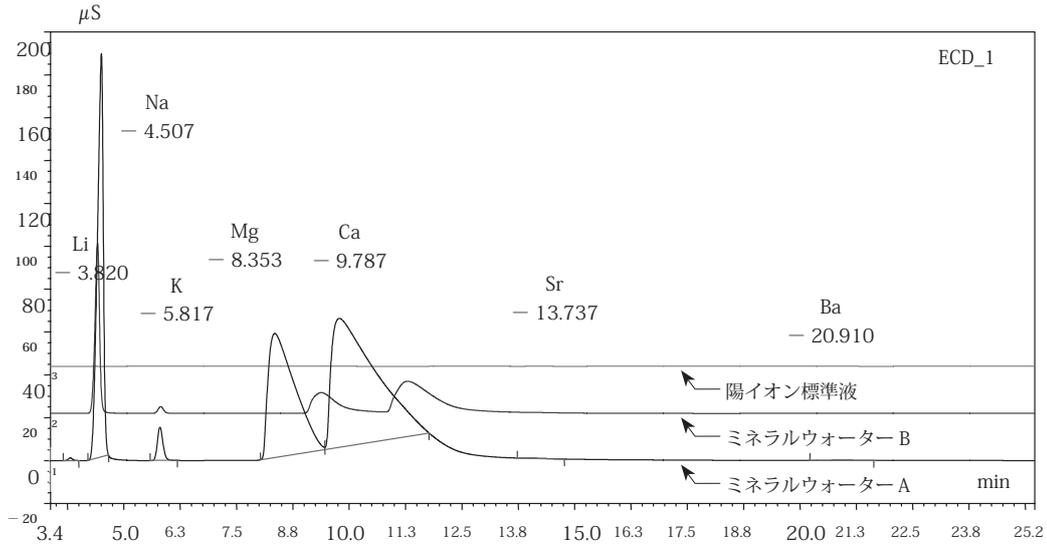


図6 アンモニア態窒素の検量線  
検量 8 点 (0.0311, 0.0778, 0.3890, 0.9725, 1.556, 3.89, 7.78, 19.45mg/L) 放物線近似  
定量下限 0.1mg/L

次に、Dionex IonPac CS19 カラムを用いた陽イオンー斉分析例を図 7 に示す。分析条件を表 6 に示す。メタンスルホン酸の濃度を 0.007mol/L に減らすことで、リテンションタイムの遅い 2 価イオンのストロンチウム ( $\text{Sr}^{2+}$ ), バリウム ( $\text{Ba}^{2+}$ ) を早く溶出させて定量している。ミネラルウォーター類のバリウムの検査に使用している。しかし、イオン交換容量 (2410  $\mu\text{eq}$  / カラム) が小さいため、ミネラルウォーター類に多く含まれるマグネシウム ( $\text{Mg}^{2+}$ ), カルシウム ( $\text{Ca}^{2+}$ ) は標準液と比べてリテンションタイムが前に動き、ナトリウム ( $\text{Na}^+$ ) とアンモニア態窒素 ( $\text{NH}_4\text{-N}$ ) の分離は悪い。

1-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 17  
 2-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 27  
 3-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 4

J + MSA + Ba 1mg/L



1-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 17  
 2-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 27  
 3-陽イオン SR\_BA\_20200610 # 4

J + MSA + Ba 1mg/L

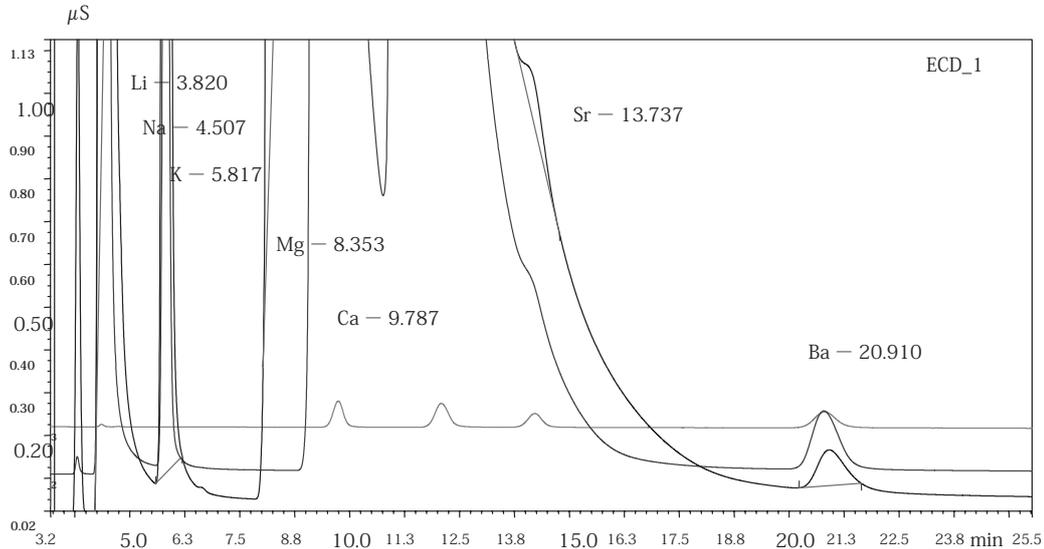


図7 陽イオン交換カラムCS19を用いた陽イオン一斉分析（電気伝導度検出器）  
 ミネラルウォーター類AおよびB分析例（上），縦軸拡大図（下），横軸（分），縦軸（ $\mu\text{S}$ ）  
 ミネラルウォーター類A成分（Li:0.17, Na:110, K:14, Mg:86, Ca:270, Ba:1.1 mg/L）  
 ミネラルウォーター類B成分（Li:0.01, Na:37, K:2.8, Mg:12, Ca:51, Ba:1.6 mg/L）  
 陽イオン標準液 IC-MCA-04-01 AccuStandard（Mg:0.0625, Ca:0.125, Sr:0.1875, Ba:0.5 mg/L）と重ね書き

表6 陽イオン一斉分析 分析条件

カラム カラム温度 (30°C)	Dionex IonPac CS19 (5mmID × 250mm) イオン交換容量 2410 $\mu\text{eq}$ Dionex IonPac CG19 (5mmID × 50mm)
溶離液 流速 1.0mL/min	0.007mol/L メタンスルホン酸溶液 メタンスルホン酸 0.455mL/L
試料注入量	25 $\mu\text{L}$
検出器	電気伝導度 セル温度 (35°C)
サブプレッサー	Dionex CDRS-600, エクスターナルモード(窒素ガス約 14psi で除去液を注入する), 電流値 21mA
検量線範囲 (mg/L)	マグネシウム 0.0125-0.15, カルシウム 0.025-0.3, ストロンチウム 0.0375-0.45, バリウム 0.1-1.2

### 3. イオン排除カラム

イオンクロマトグラフポストカラム法を用いるシアヌ化物イオン (CN<sup>-</sup>) 及び塩化シアン (CICN) の検査<sup>1)</sup>に指定されているカラムは、「多孔性のポリマー系充填剤にスルホン酸 (-SO<sub>3</sub>H) 基をイオン交換基として 2～4meq/g 被覆したもの」である。このカラムはイオン排除カラムと言われている。Dionex IonPac ICE-AS1 カラムを用いた遊泳用プールの分析例を図 8 に示す。分析条件を表 7 に示す。

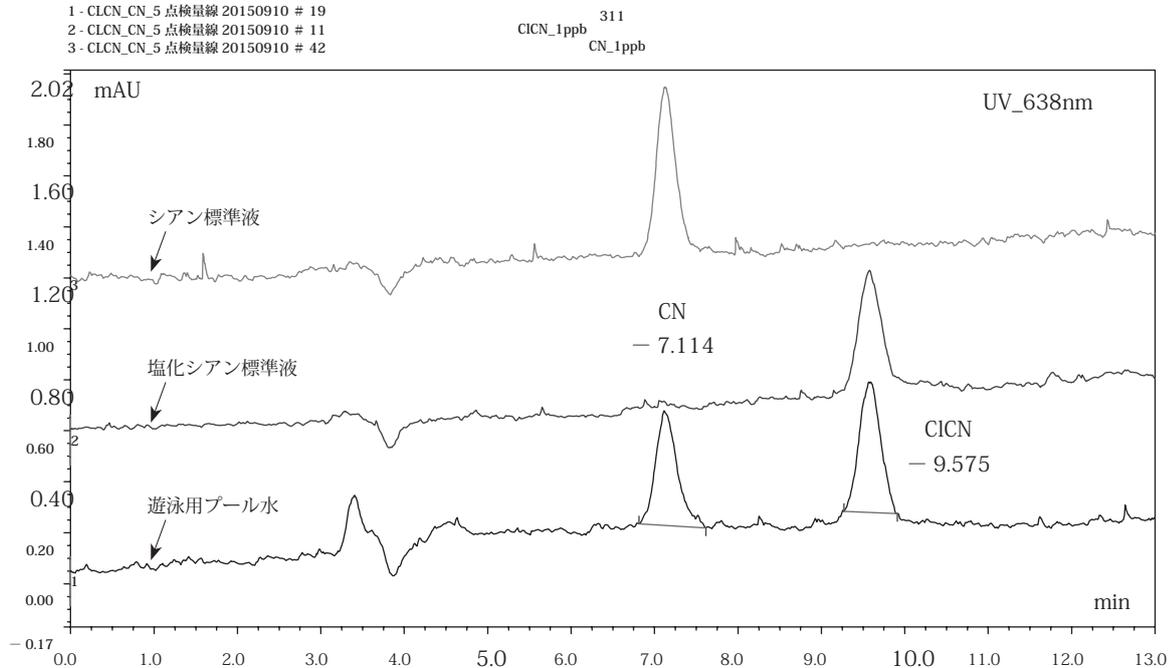


図 8 イオン排除カラム ICE-AS1 を用いたシアヌ化物イオン及び塩化シアン分析 (紫外可視吸光度検出器) 遊泳用 25m プール分析例, 横軸 (分), 縦軸 (mAU) 地下水利用遊泳用 25m プール中の濃度 (CN: 0.00077, CICN: 0.0010 mg/L) 塩化シアン標準液 (CICN: 0.001 mg/L), シアン標準液 05-6914-6 シグマアルドリッチ (CN: 0.001 mg/L) と重ね書き

表 7 シアヌ化物イオン, 塩化シアン 分析条件

カラム カラム温度 (室温)	Dionex IonPac ICE-AS1 (9mmID × 150mm)
溶離液 流速 1.2mL/min	0.001mol/L 硫酸 1mol/L 硫酸 1.0mL/L
反応液 A 流速 0.5mL/min	0.1% クロラミン T in 0.02mol/L りん酸緩衝液 pH7.5 反応コイル 0.51mmID × 2.0m 温度 (40°C)
反応液 B 流速 0.5mL/min	ピリジンカルボン酸-ピラゾロン混合溶液 (4°C冷却) 反応コイル 0.51mmID × 10.0m 温度 (100°C)
試料注入量	200 μL
検出器	紫外可視吸光度 (波長 638nm)
検量線範囲 (mg/L)	シアヌ化物イオン 0.0005-0.01, 塩化シアン 0.0005-0.01

おわりに

水道法の水質検査にイオンクロマトグラフ法が紹介されたのは 1985 年版上水試験方法である。その後, 1992 年 12 月の水道法に基づく水質基準に関する省令 (厚生省令第 69 号) でイオンクロマトグラフ法が「硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素」「フッ素及びその化合物」「塩素イオン」の 3 項目に採用された。「ナトリウム及びその化合物」と「カ

ルシウム、マグネシウム等（硬度）」など陽イオンにイオンクロマトグラフ法が、「臭素酸」にイオンクロマトグラフーポストカラム法が採用されたのは2001年版上水試験方法である。2003年には水質基準に関する省令<sup>5)</sup>で「シアン化物イオン及び塩化シアン」にイオンクロマトグラフーポストカラム法が初めて採用された。2008年には「塩素酸」が水質基準に追加され、分析法にイオンクロマトグラフ法が採用されて現在に至っている。

近年、各種イオン性成分の検査に応用されてきたのはカラムの開発によるところが大きいと思われる。カラムの詳細や分析例は総説<sup>6,7)</sup>やイオンクロマトグラフカラムカタログ（ThermoFisher SCIENTIFIC）を参考にされたい。

## 文 献

- 1) 水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法 平成15年7月22日 厚生労働省告示第261号（最終改正 令和5年3月24日 厚生労働省告示第85号）
- 2) 水質管理目標設定項目の検査方法 平成15年10月10日付け健水発第1010001号（最終改正 令和5年3月24日）、厚生労働省医薬・生活衛生局 水道課、水質基準に関する省令の制定及び水道法施行規則の一部改正等並びに水道水質管理における留意事項について 別添4
- 3) 「清涼飲料水等の規格基準の一部改正に係る試験法について」の一部改正について、厚生労働省大臣官房生活衛生・食品安全審議官通知 生食発0831第11号、令和3年8月31日、平成26年12月22日付け食安発1222第4号厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知
- 4) JWWA K 120 : 2008-2（水道用次亜塩素酸ナトリウム）の一部改正、日本水道協会、平成30年4月6日、水道用次亜塩素酸ナトリウム規格（JWWA K 120 2008）平成20年1月11日
- 5) 水質基準に関する省令 平成15年5月30日 厚生労働省令101号（最終改正 令和2年3月25日 厚生労働省令第38号）、厚生労働省、2003
- 6) イオンクロマトグラフィー ー分離技術の基礎と応用ー、竹内政樹、出版地不明：ぶんせき、2021年、第3、pp102-107
- 7) イオンクロマトグラフィー、野々村誠、竹内豊英、出版地不明：ぶんせき、2007年、第4 pp192-201