

イオンクロマトグラフィーによる水道水中の亜硝酸態窒素の測定 (2)
 Determination of Nitrite nitrogen in tap water by ion chromatography (2)

既報 (IC インフォメーション No.001) において、水道水中の亜硝酸態窒素の分析例を紹介しました。試料中に含まれる夾雑イオン種の中で、特に、塩化物イオンは、亜硝酸態窒素の前に溶出し、試料によっては大過剰に含まれることも多いため測定に影響を及ぼす場合があります。

本報では、微量の亜硝酸態窒素の測定における、試料中に含まれる過剰の塩化物イオンによる影響を確認した結果を紹介します。なお、分析カラムには、ハイスループットカラム及び汎用カラムの 2 種類を使用しました。

1. ハイスループットカラムを使用した分離例

既報 (IC インフォメーション No.001) と同様のカラムを用いました。亜硝酸態窒素 0.004 mg/L (水質基準値の 1/10 濃度) に、塩化物イオン 0~200 mg/L を添加して測定を行い、亜硝酸態窒素のピーク面積の回収率と再現性の確認を行いました (表 1、表 2、図 1)。

電気伝導度検出器を用いた場合、塩化物イオン濃度が 20 mg/L を超えると、亜硝酸態窒素のピークのベースラインに影響を及ぼし、50 mg/L 以上でピーク面積の低下が認められました。一方、紫外吸光度検出器を用いた場合、200 mg/L においても十分な回収率が得られました。

表 2 亜硝酸態窒素(0.004 mg/L)の回収率及び再現性 (n=10)

Cl 濃度 (mg/L)	電気伝導度検出		紫外吸光度検出	
	回収率	再現性	回収率	再現性
0	-	2.1	-	0.8
10	102	2.8	102	1.5
20	101	2.9	100	3.4
30	101	2.0	102	3.2
50	97	2.7	101	3.3
100	86	8.0	102	5.8
200	46	3.4	104	4.5

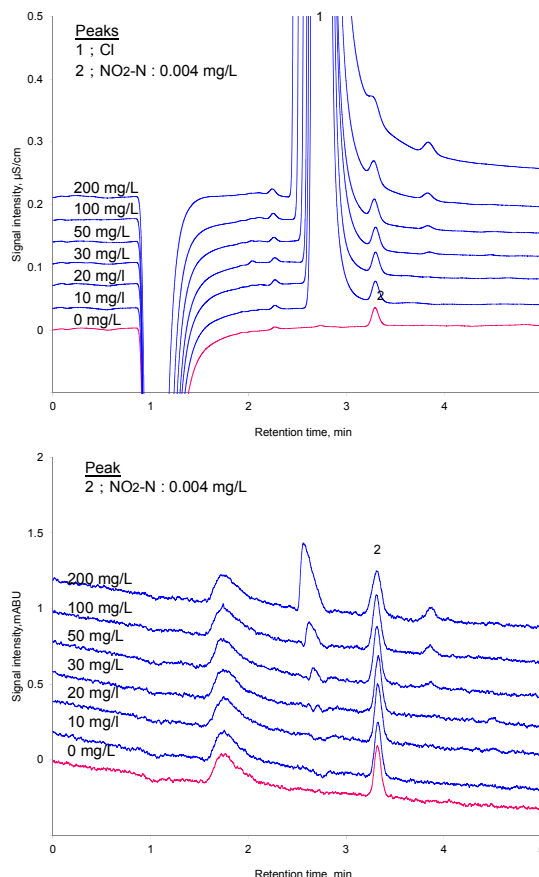


図 1 塩化物イオン濃度の影響 (上段: 電気伝導度検出、下段: 紫外吸光度検出)

表 1 分析条件

カラム: TSKgel SuperIC-Anion HS (4.6 mmI.D. × 10 cm)
 ガードカラム: TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS (4.6 mmI.D. × 1 cm)
 溶離液: 7.5 mmol/L NaHCO₃ + 0.8 mmol/L Na₂CO₃
 流速: 1.5 mL/min
 検出: 電気伝導度検出 (サブレッサー使用)
 紫外吸光度検出 (210 nm)
 温度: 40°C
 注入量: 100 μL

2. 汎用カラムを使用した分離例

汎用的なカラムを使用して、同様の検討を行いました(表 3、表 4、図 2)。

ハイスループットカラムを用いた場合と同様に、電気伝導度検出器を用いた場合、塩化物イオン濃度が 20 mg/L を超えると、亜硝酸態窒素のピークのベースラインに影響を及ぼし、50 mg/L 以上でピーク面積の低下が認められました。一方、紫外吸光度検出器を用いた場合、100 mg/L においても十分な回収率が得られましたが、200 mg/L においては、塩化物イオンの夾雑成分に由来すると思われるピークの影響により、ピーク面積の増加が認められました。

表 3 分析条件

カラム: TSKgel SuperIC-AZ (4.6 mmI.D. × 15 cm)
ガードカラム: TSKgel guardcolumn SuperIC-AZ (4.6 mmI.D. × 1 cm)
溶離液: 1.9 mmol/L NaHCO ₃ + 3.2 mmol/L Na ₂ CO ₃
流速: 0.8 mL/min
検出: 電気伝導度検出(サプレッサー使用) 紫外吸光度検出(210 nm)
温度: 40°C
注入量: 100 μL

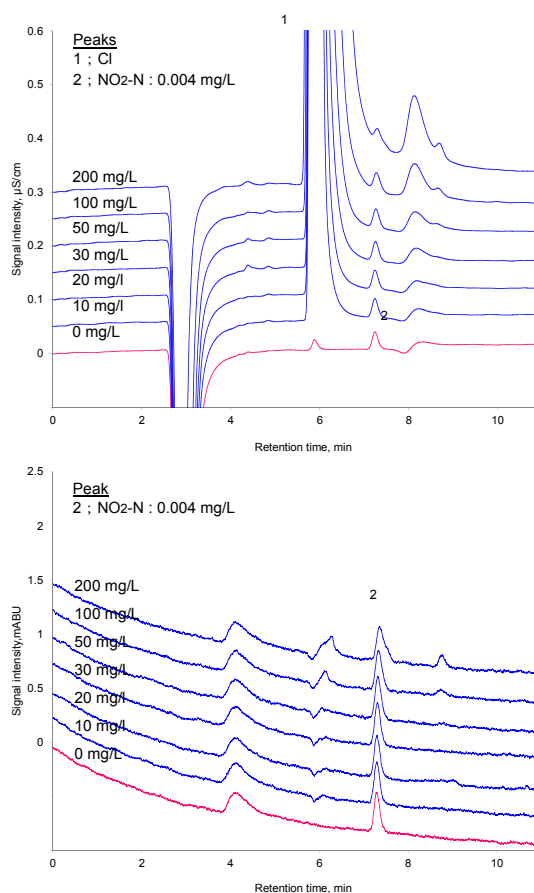


図 2 塩化物イオン濃度の影響
(上段: 電気伝導度検出、下段: 紫外吸光度検出)

表 4 亜硝酸態窒素(0.004 mg/L)の回収率及び再現性(n=10)

Cl 濃度 (mg/L)	電気伝導度検出		紫外吸光度検出	
	回収率	再現性	回収率	再現性
0	-	4.4	-	4.3
10	104	3.8	100	3.9
20	103	2.3	100	3.0
30	103	3.7	102	2.0
50	104	5.2	101	5.2
100	94	4.5	100	5.4
200	61	4.4	113	-

以上の結果より、電気伝導度検出器を用いた場合においても、20 mg/L 以下の塩化物イオンは、微量の亜硝酸の定量には影響を及ぼさないことが判りました。また、20 mg/L 以上の過剰な塩化物イオンを含有する試料に対しては、紫外吸光度検出器の使用が有効です。