

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
 Determination of Nitrite nitrogen in tap water by ion chromatography

亜硝酸性窒素は、環境中においては、動植物の腐敗や排水の流入に起因するアンモニア性窒素が硝化される中間過程で主に生成されます。硝酸性窒素に変化しやすく、環境水中での存在量は極めて微量です。しかしながら、最近の調査により、低濃度であっても血圧低下や脈拍増加、頭痛等の人体への影響があるとの知見が得られています。

厚生労働省は、食品安全委員会による食品健康影響評価を受け、「水質基準に関する省令(平成15年厚生労働省令第101号)」の一部を改正し、水質基準項目として、“亜硝酸態窒素に係る基準(0.04 mg/L)”を追加しました(2014年4月施行)。また、「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年厚生労働省令第261号)」の一部が改正され、試料中に残留塩素が含まれている場合には、エチレンジアミンを試料中に添加した後に陰イオン一斉分析を行う方法が示されています。この方法での亜硝酸態窒素の定量範囲は、0.004~0.4 mg/Lとされています。

本報では、今回の改正に準拠した測定方法を用いた水道水中の亜硝酸態窒素の分析例を紹介します。

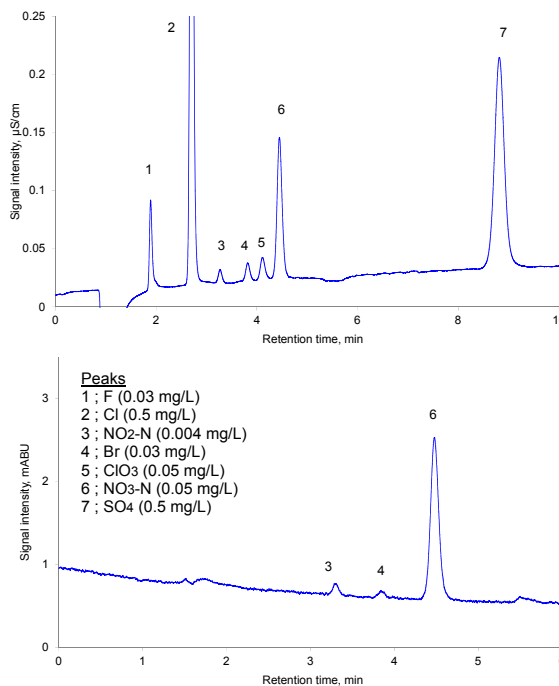


図1 標準試料のクロマトグラム
 (上段:電気伝導度検出、下段:紫外吸光度検出)

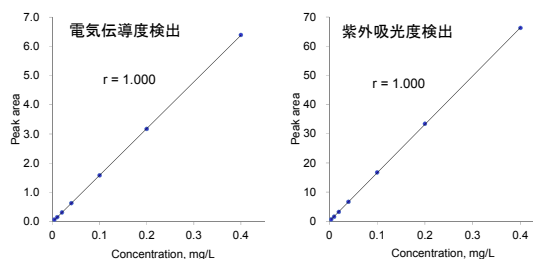


図2 亜硝酸態窒素の検量線

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 NaHCO ₃ + 0.8 mmol/L Na ₂ CO ₃
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: 30 μL

表2 亜硝酸態窒素(0.004 mg/L)の再現性

検出器	RSD(%), n=10	
	保持時間	ピーク面積
電気伝導度検出	0.1	6.2
紫外吸光度検出	0.3	6.8

1. 亜硝酸態窒素の分離と定量性

分析カラムには、TSKgel SuperIC-Anion HS を使用しました。亜硝酸態窒素を含む、水道水中に存在が予想されるイオン種のクロマトグラムを図 1 に示します。各イオン種は十分に相互分離され、6 分付近の炭酸イオンに由来する負ピークの影響も受けていないことが確認されました。

図 2 に、告示法で定量域とされた 0.004~0.4 mg/L の濃度範囲において、7 濃度レベルで作成した検量線を示します。いずれの検出条件においても良好な直線性が確認されています。亜硝酸態窒素 0.004 mg/L における測定再現性を確認した結果、RSD(%)として、保持時間で 0.3%以下、ピーク面積で 7.0 %以下となりました。

2. 水道水中の亜硝酸態窒素の測定

本告示法では、水道水等、試料中に残存塩素が含まれている場合、残留塩素による亜硝酸イオンから硝酸イオンへの酸化を抑制する目的で、試料の採取と保存時にエチレンジアミンを添加(試料 1 L につきエチレンジアミン溶液(50 mg/mL)を 1 mL)するとされています。

図 3 に、水道水、亜硝酸イオンを添加した水道水、亜硝酸イオン標準試料のクロマトグラムを示します。いずれの試料溶液にも、規定濃度のエチレンジアミンを添加しています。また、水道水に亜硝酸イオンを 0.004 mg/L、0.04 mg/L の濃度に添加した場合の添加回収率を確認した結果を表 3 に示します。水道水中の夾雑イオン成分の影響を受けることなく、いずれの添加濃度においても、97~101 %の良好な回収率が得られています。

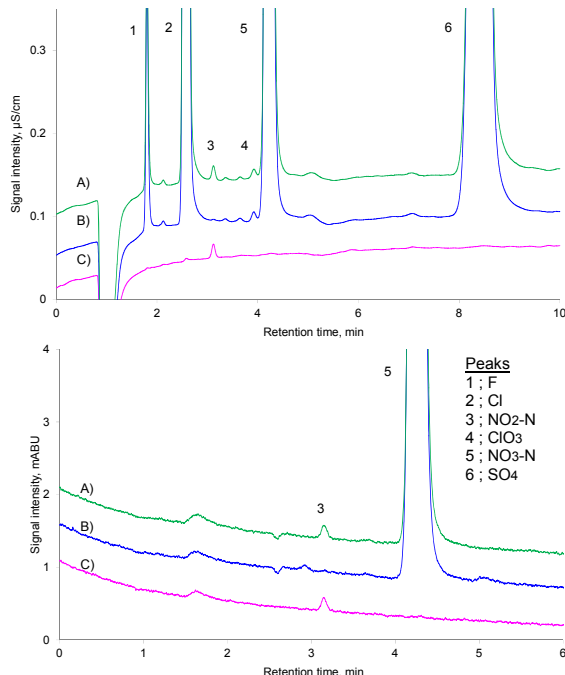


図 3 亜硝酸イオンを添加した水道水のクロマトグラム

(上段;電気伝導度検出、下段;紫外吸光度検出)

- A) 亜硝酸イオンを添加した水道水 (NO₂-N として 0.004mg/L)
- B) 水道水
- C) 亜硝酸イオン標準試料 (NO₂-N として 0.004mg/L)

表 3 亜硝酸態窒素の回収率

検出器	回収率(%)	
	0.004 mg/L 添加	0.04 mg/L 添加
電気伝導度検出	97	98
紫外吸光度検出	101	101



東ソー株式会社 バイオサイエンス事業部

品番	品名	仕様
0022400	イオンクロマトグラフ IC-2010	
0022403	紫外吸光検出器 IC-2010 用 UV-8320IC	
0022766	TSKgel SuperIC-Anion HS	4.6 mmI.D. × 10 cm
0022767	TSKgel guardcolumn SuperIC-A HS	4.6 mmI.D. × 1 cm
0022771	TSKgel suppress IC-A	60 mL × 5 本

〒105-8623 東京都港区芝 3-8-2

TEL 03-5327-5180

<http://www.separations.asia.tosohbioscience.com>