

リン酸、亜リン酸、次亜リン酸イオンのイオンクロマトグラフィー

リン酸、亜リン酸、次亜リン酸イオンを分離するにはカラムにTSKgel IC-Anion-SW(4.6mmi.d. ×5cm), 溶離液として2mM 酒石酸を用いる方法があります(「イオンクロマトグラフィーデータ集」 p11)。この分析法は、これらリンオキソ酸イオンの分離には優れていますが、硫酸イオンが共存した場合、 SO_4^{2-} は溶出しにくい(> 2hr)という難点がありました。

今回、溶離液として同じ2mM 酒石酸を用い、TSKgel IC-Anion-PW_{XL}(4.6mmi.d. ×3.5cm)をカラムとした場合のリンオキソ酸イオンを含む他の陰イオンの分離について検討しました。

図-1に、酒石酸のpH 3.2におけるクロマトグラムを示します。リン酸、亜リン酸及び次亜リン酸イオンは5分以内に分離し、それぞれ0.5~50 mg/lの濃度範囲における検量線は原点を通る良好な直線となり、 SO_4^{2-} は約80分後に溶出しました。

注目すべきは亜硝酸イオンで、TSKeluent IC-Anion-A(グルコン酸緩衝液)あるいは炭酸緩衝液を溶離液とした場合には、 NO_2^- は Cl^- の後に溶出しますが、この測定条件下では Cl^- の前に溶出します。図-2に、pH 3.05, 3.2, 3.5の2mM 酒石酸における各陰イオンの溶出時間のプロットを示します。pH 3.5の条件で、 NO_2^- と Cl^- の溶出時間が逆転し、 NO_2^- は Cl^- の後に溶出することがわかりました。従って、溶離液のpHの調整には十分注意する必要があります。

測定条件

カラム: TSKgel IC-Anion-PW_{XL} (4.6mmi.d. ×3.5cm)

溶離液: 2mM 酒石酸 (1M NaOH aq. で pH 3.2に調整)

流速: 1.0 ml/min, 温度: 40°C, 注入量: 20 μ l

標準: 1 $H_2PO_4^-$ (リン酸イオン) 2 $H_2PO_3^-$ (亜リン酸イオン)

3 $H_2PO_2^-$ (次亜リン酸イオン) 4 NO_2^- (亜硝酸イオン)

5 Cl^- (塩化物イオン)

6 Br^- (臭化物イオン)

7 NO_3^- (硝酸イオン)

濃度: 各陰イオンとも 10 mg/l (0.2 μ g)

検出: 電気伝導度 (バックグラウンド電気伝導 280 μ S cm^{-1} , ポラリティ +)

装置構成

送液ポンプ: CCPS, 検出器: CM-8020, カラムオープン: CO-8020

オートサンプラ: AS-8020, システム制御及びデータ処理: SC-8020

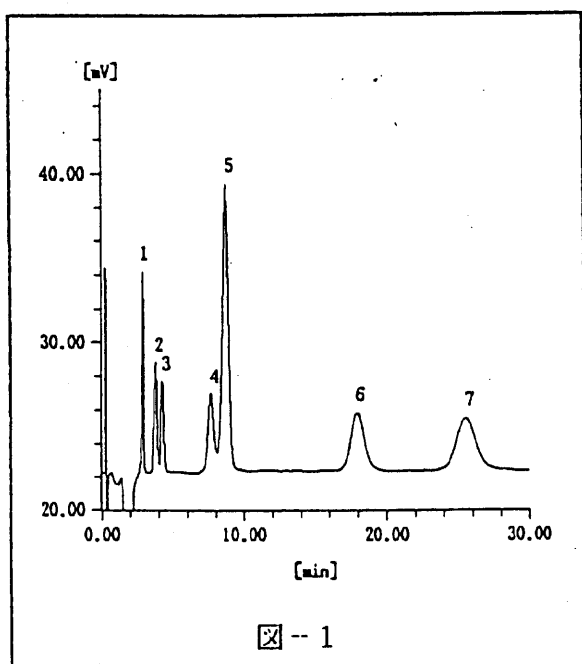


図-1

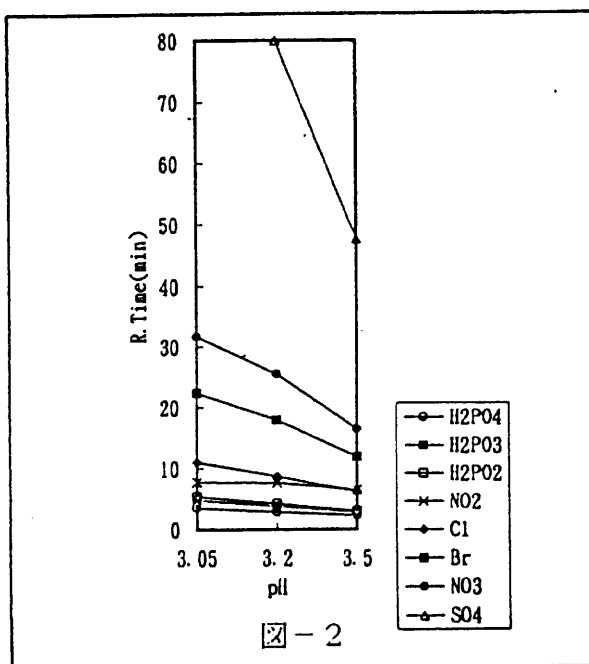


図-2