

環境水中の無機陽イオンとアンモニウムの測定

筆者

Hua Yang and Jeffrey Rohrer
Thermo Fisher Scientific,
Sunnyvale, CA, USA

キーワード

Easion, U.S. EPA 300.1,
Dionex IonPac CS16 Analytical column,
AS-DV autosampler

はじめに

米国では、水質は飲料水安全法（SDWA）と水質浄化法（CWA）で規制されており、米国環境保護庁（EPA）が管轄しています¹。地表水、地下水、飲料水、廃水などの水中に含まれる無機陰イオンがU.S. EPA Methods 300および300.1²に準拠していることをモニタリングするために、広く受け入れられた手法としてイオンクロマトグラフィー（IC）が使用されています。米国では、一般的なアルカリ金属、アルカリ土類金属の陽イオン、およびアンモニウムは、飲料水の主要汚染物質とは考えられていませんが、欧州や日本では日常的にモニタリングや報告が行われ、規制されています。アンモニウムは、米国ではU.S. EPAが2013年に発表した淡水におけるアンモニアの有毒作用から水生生物を保護するための基準に従い、排水の順守のために測定されています³。

本アプリケーションブリーフでは、ICによる環境水中の陽イオンおよびアンモニウムの測定を行うため、Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ CS16カラムを用いて、Thermo Scientific™ Dionex™ Easion™ クロマトグラフィーシステム



を化学再生（DCR）サプレッションモードで使用します。図1にこのシステムの構成を示します。Dionex Easion ICシステムは、サプレッサー式電気伝導度検出を使用するイソクラティックアプリケーション用に設計された、一体型シングルチャンネルのICシステムです。Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DVオートサンプラーと組み合わせることで、自動での日常の水分析を実現します。

機器および消耗品

- Dionex Easion ICシステム
- Dionex AS-DV オートサンプラー
- Thermo Scientific™ Dionex™ Chromeleon™ 7.2.10 MuA クロマトグラフィーワークステーション

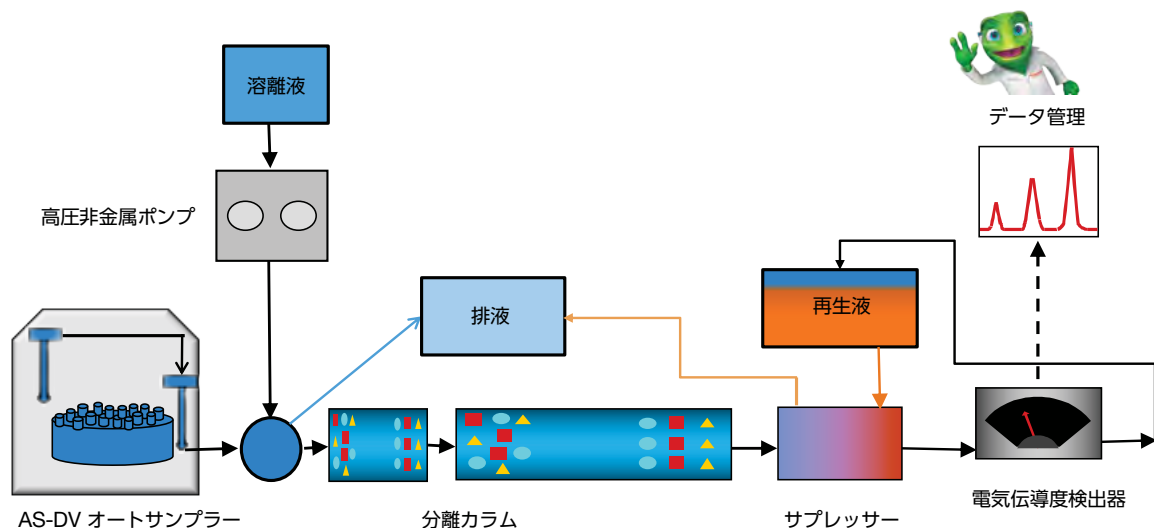


図1. DCRモードのICシステム

表1. 消耗品リスト

製品名	製品番号
Thermo Scientific™ Dionex™ DCRキット (2 mmカラム用)	056882
Thermo Scientific™ Dionex™ CCRS 500 化学再生サプレッサー (2 mm)	085093
Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ CS16 ガードカラム (3 x 50 mm)	079931
Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ CS16 分析カラム (3 x 250 mm)	059596
Thermo Scientific™ 化学再生 (DCR) 試薬、陽イオン再生濃縮液 (2.06 M水酸化テトラブチルアンモニウム)	057556
Thermo Scientific™ Dionex™ 陽イオン溶離液濃縮液	057558
Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DV オートサンプラーポリプロピレンバイアル (5 mL)、フィルターキャップ付 (20 μm)、250パック	038141
Thermo Scientific™ Dionex™ 6種陽イオン混合標準液II	046070

実験

すべての試薬（溶離液、再生液、標準液）は、比抵抗18 MΩ cm 以上超純水で調製しました。

それぞれの陽イオン標準原液 (1000 mg/L) は、超純水で水溶性塩（塩化物、硝酸塩、または硫酸塩、特級グレード以上）を溶解して調製しました。これらの各標準原液を混合して超純水で

希釈し、検量線用混合標準液を調製しました（表2）。

飲料水サンプルは現地で採取しました。環境水サンプルは、現地の水道局のラボから入手しました。Dionex AS-DVオートサンプラーにはフィルターキャップを使用したため、サンプルのろ過は不要でした。

分析条件を図2と3に示します。

表2. 検量線用標準液 (mg/L)

レベル	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
リチウム	0.01	0.05	0.25	0.5	1	6.25	12.5	25	-	-
ナトリウム	0.04	0.2	1	2	4	25	50	100	250	500
アンモニウム	0.05	0.25	1.25	2.5	5	31.25	62.5	125	-	-
マグネシウム	0.05	0.25	1.25	2.5	5	31.25	62.5	125	-	-
カリウム	0.1	0.5	2.5	5	10	62.5	125	250	-	-
カルシウム	0.1	0.5	2.5	5	10	62.5	125	250	-	-

結果と考察

図2に、Dionex IonPac CS16カラムを使用して25分以内に一般的な無機陽イオンとアンモニウムが分離された結果を示します。この方法は、AN 141の方法を一部変更したものです⁴。この図に示すように、6種の陽イオンは十分に分離されます。水中の一般的な無機陽イオンとアンモニウムのモニタリングには、Dionex IonPac CS16カラムを使用できます。

図3は、飲料水サンプルと排水サンプル内の一般的な無機陽イオンとアンモニウムを測定したものです。この結果によると、飲料水サンプルには低レベルのナトリウム (20.3 mg/L)、マグ

ネシウム (2.4 mg/L)、カルシウム (10.9 mg/L) と、1 mg/L 未満のアンモニウム (0.8 mg/L) とカリウム (0.7 mg/L) が含まれています。廃水には、高レベルのナトリウム (146.0 mg/L)、マグネシウム (28.3 mg/L)、カリウム (13.9 mg/L)、カルシウム (24.8 mg/L) と、1 mg/L 未満のアンモニウム (0.4 mg/L) が含まれています。どちらの水サンプルも安全であり、CCC (Criterion Continuous Concentration、30日間平均が1.9 mg TAN/L未満) とCMC (Criterion Maximum Concentration、1日平均が17 mg TAN/L未満) の両方で、淡水に含まれるアンモニウムの水生生物環境水質基準を満たしています。TANは総アンモニア態窒素を意味します。

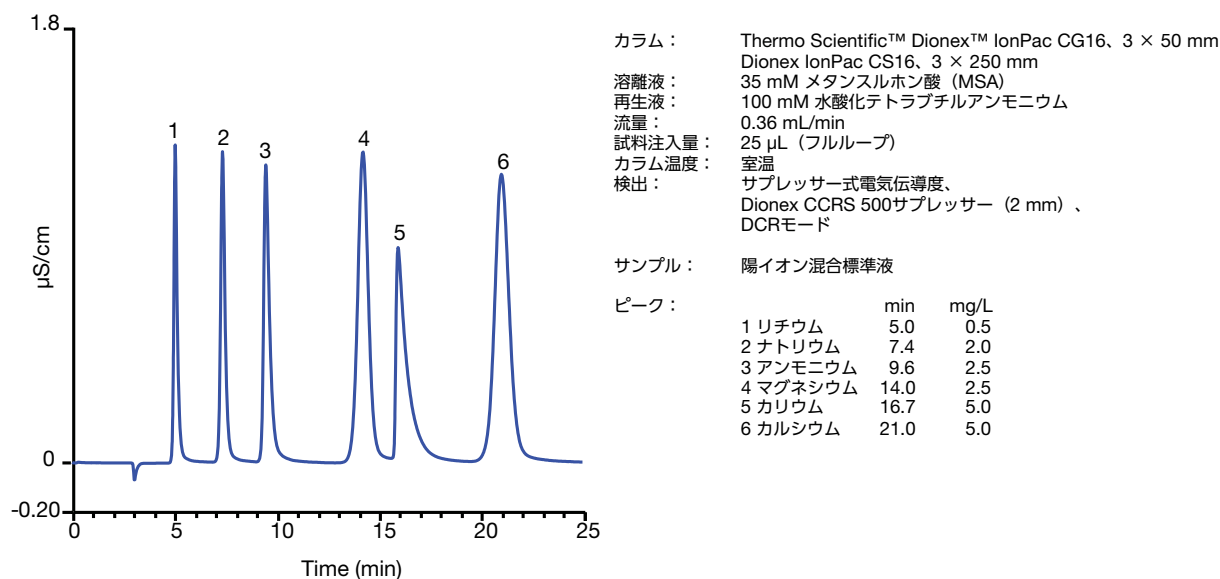


図2. Dionex IonPac CS16カラムを使用した一般的な無機陽イオンとアンモニウムの分離

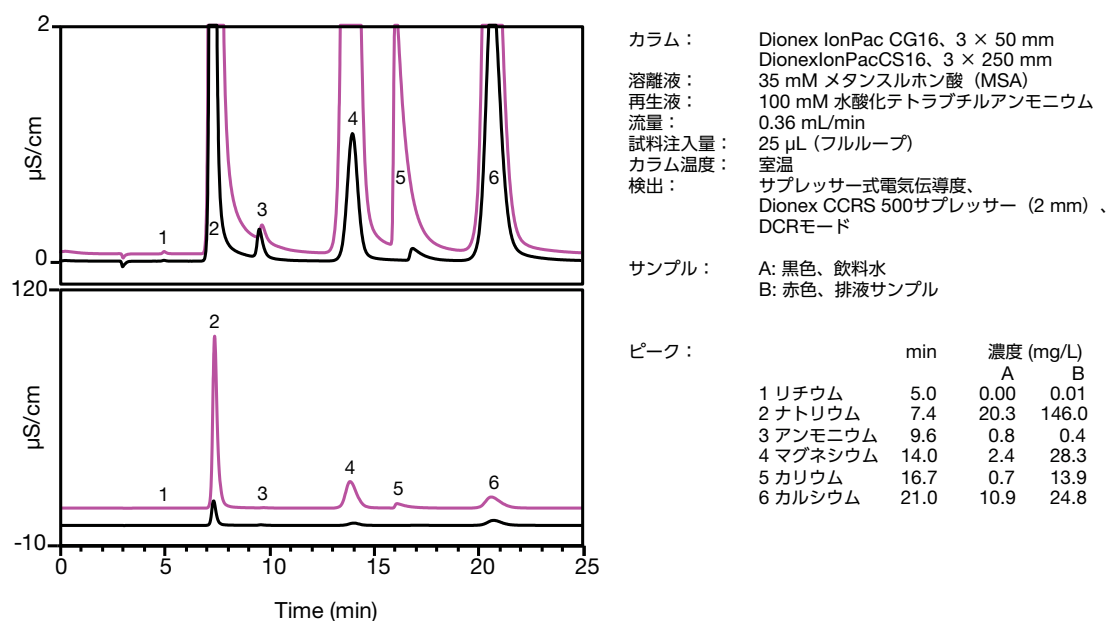


図3. Dionex IonPac CS16カラムを使用した飲料水および廃水の分析

直線性

表3. 25.0 µL注入でDionex IonPac CS16カラムを使用して得られた直線性

分析物	範囲 (mg/L)	決定係数 r^2
リチウム	0.01~25	0.999
ナトリウム	0.04~500	0.999
アンモニウム	0.05~125	0.997**
マグネシウム	0.05~125	1.000
カリウム	0.1~250	1.000
カルシウム	0.1~250	1.000

* 検量線は直線近似、原点強制通過

** 検量線は二次近似、原点強制通過

図3は、一般的な無機陽イオン（リチウム、ナトリウム、マグネシウム、カリウム、カルシウム）に関して、 r^2 が0.999~1であり、検量線が直線的であることを示しています。アンモニウムの検量線は0.05~125 mg/Lの範囲では直線的ではないため、二次近似曲線の使用が適しています。

結論

Dionex Easion ICシステムをDCRモードで使用して、飲料水と廃水のサンプル中に含まれる無機陽イオンとアンモニウムを測定しました。Dionex AS-DVオートサンプラーを組み合わせた一体型Dionex Easion ICシステムは、水サンプルに含まれる無機陽イオンとアンモニウムの日常的な測定に適した、シンプルで低コストを実現するICシステムです。

参考文献

1. National Primary Drinking Water Regulations <https://www.epa.gov/ground-water-and-drinking-water/national-primary-drinking-water-regulations> (Accessed May 27, 2020.)
2. Method 300.1. The Determination of Inorganic Anions in Water by Ion Chromatography; rev 1.0; USEPA, Office of Water: Cincinnati, OH, 1997. <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-06/documents/epa-300.1.pdf> (Accessed May 27, 2020.)
3. Aquatic Life Criteria - Ammonia <https://www.epa.gov/wqc/aquatic-life-criteria-ammonia> (Accessed June 29, 2020.)
4. Thermo Scientific Application Note 141: Determination of Inorganic Cations and Ammonium in Environmental Waters by Ion Chromatography Using the IonPac CS16 Column. Sunnyvale, CA, USA, 2001. <https://applslab.thermofisher.com/App/1447/inorganic-cations-ammonium-water> (Accessed June 29, 2020.)

詳細はこちらをご覧ください thermofisher.com/easion

© 2020 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転載を禁じます。 IC242_A20110B
ここに記載の会社名、製品名は各社の商標または登録商標です。
また、記載されている製品は研究用機器であり、診断目的およびその手続き上での使用はできません。
記載の価格は 2020 年 11 月現在のメーカー希望小売価格です。消費税は含まれておりません。
価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。
実際の販売価格は、当社販売代理店までお問い合わせください。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL: 0120-753-670 FAX: 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC