

溶離液ジェネレーターを使用した シアン化物イオン、塩化シアン測定

キーワード

メタンカルボン酸溶離液、ポストカラム、シアン化物イオン、塩化シアン

はじめに

水質基準に関わる検査法で、シアン化物イオン、塩化シアンの測定には、イオンクロマトグラフ-ポストカラム法(IC-PC法)が規定されています。強酸性溶離液を用いて、イオン排除分離モードでシアン化物イオン、塩化シアンを分離した後、発色試薬を添加して紫外可視吸光度検出器で検出します。

本アプリケーションノートでは、EGCカートリッジを使用した溶離液ジェネレーターによりインラインで生成した溶離液を用いて、シアン化物イオンと塩化シアンを測定するシステムの構成と分析結果を示します。溶離液を調製する手間やミスがなくなり、従来の溶離液である硫酸溶離液を用いた場合と同じ結果が得られました。

装置の構成

溶離液ジェネレーターシステム(EGCシステム)を搭載したThermo Scientific™ Dionex™ イオンクロマトグラフは、EGC-MSAカートリッジを用いることにより、インラインでメタンカルボン酸溶離液を生成することができます。EGCシステムとポストカラムモジュールを組み合わせたシアン化物イオン(CN⁻) / 塩化シアン(CNCl)分析システムの構成を図1に示します。

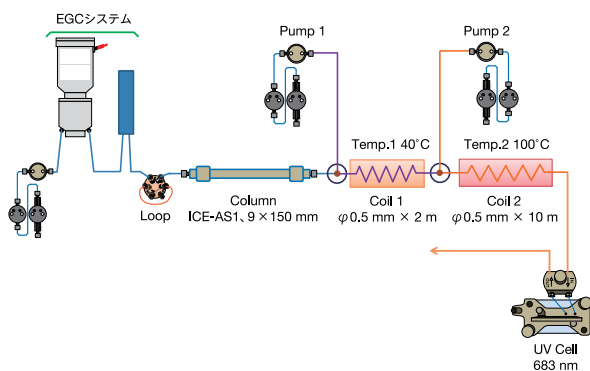


図1: EGC-MSAを使用するCN⁻/CNCl分析のシステム構成

EGCシステム

Thermo Scientific DionexイオンクロマトグラフEGCシステムは、専用のカートリッジを装着し、溶離液をインラインで生成するイオンクロマトグラフ用の溶離液ジェネレーターシステムです(図2)。カートリッジには、メタンカルボン酸カートリッジ(EGC-MSA)と水酸化カリウムカートリッジ(EGC-KOH)があります。シアン化物イオンと塩化シアンの分析では、酸性溶液を使用してイオン排除カラムThermo Scientific Dionex IonPac™ ICE-AS1カラムで分離を行うため、EGC-MSAを使用します。EGCシステムは、ソフトウェアから濃度を入力するだけで印加電流によるイオン泳動とイオン交換膜による泳動イオンの制御により、指定濃度の溶離液をインラインで生成することができます。MSAカートリッジ内の残量もソフトウェア上で確認でき、以下の利点があります。

- 超純水を供給するだけで溶離液が調製可能
- 0.1 ~ 100 mmol/Lまで任意の濃度設定が可能
- システムアップからクローズまでソフトウェアで制御可能

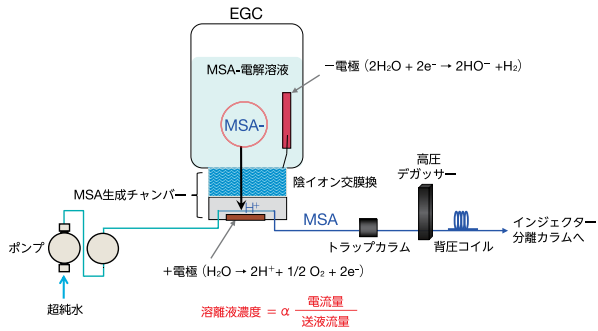


図2: EGCシステム

分析条件

システム: Dionex ICS-2100 /

Dionex AS-AP (トレイクーラー付)

カラム: Dionex IonPac ICE-AS1, 9 x 150 mm

溶離液: EGC-MSAシステムインライン生成溶離液

1 mmol/L メタンスルホン酸

流量: 1.0 mL/min

温度: 室温

ポストカラム

試薬 A: 0.1% クロラミンT / 0.02 mol/L リン酸緩衝液

反応コイル, 温度: 2 m, 40°C

試薬 B: ピリジンカルボン酸 / ピラゾロン混合液

反応コイル, 温度: 10 m, 100°C

ポンプ 1: 0.5 mL/min

ポンプ 2: 0.5 mL/min

検出器: 吸光光度検出器, 測定波長: 638 nm

導入量: 100 µL

従来法の硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液の比較

ベースラインノイズ

硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液のベースライン (図3) では、ノイズレベル、30分間のドリフトともに差がありませんでした (表1)。

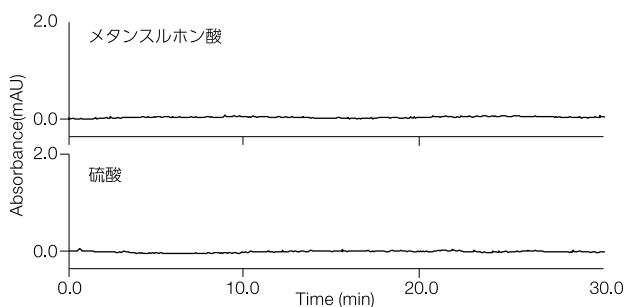


図3: 硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液のベースライン

表1: 硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液のドリフトとノイズレベルの比較

	ドリフト (mAU/30 min)	ノイズレベル (mAU)
メタンスルホン酸	0.052	0.017
硫酸	0.058	0.019

0.5 µg/L 再現性 (繰り返し測定、5回)

硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液を使用したときの0.5 µg/Lのシアニ化物イオン、塩化シアンのクロマトグラムを図4に示します。感度、再現性ともに差が見られませんでした (表2)。

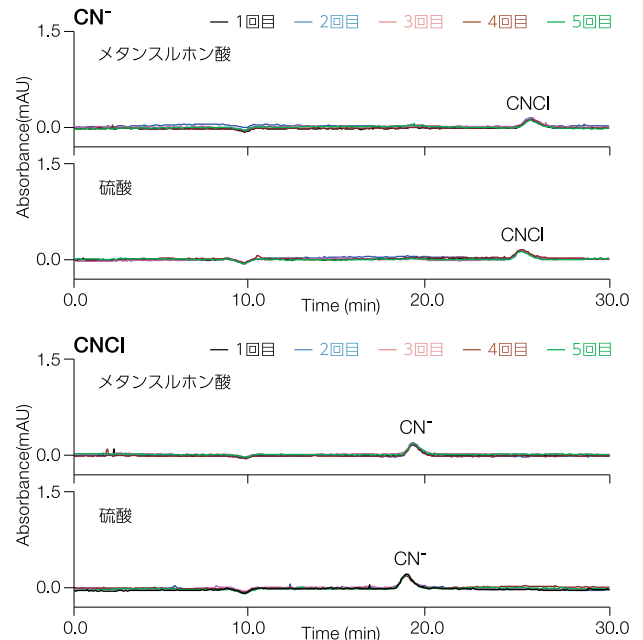


図4: 硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液使用時のシアニ化物イオン、塩化シアンのクロマトグラム

表2: 硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液使用時のシアニ化物イオン、塩化シアンの再現性比較

	CN ⁻		CNCI	
	メタンスルホン酸	硫酸	メタンスルホン酸	硫酸
平均値	0.080	0.0686	0.053	0.052
標準偏差	0.0032	0.0031	0.0035	0.0032
再現性	4.08%	4.45%	6.60%	6.03%

検量線

メタンスルホン酸溶離液を使用した場合のシア化物イオン、塩化シアンの検量線を図5に示します。決定係数は0.999以上と良好で、硫酸溶離液と比較して差は見られませんでした(表3)。

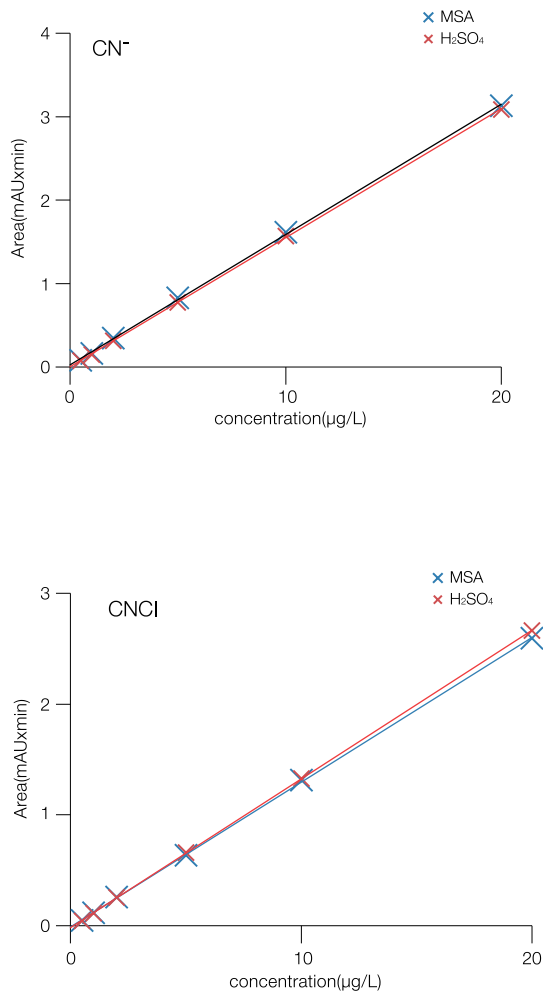


図5：硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液使用時のシア化物イオン、塩化シアンの検量線

表3：硫酸溶離液とメタンスルホン酸溶離液使用時の検量線比較

	CN ⁻		CNCl	
	メタンスルホン酸	硫酸	メタンスルホン酸	硫酸
近似法	直線	直線	直線	直線
校正点数	6	6	6	6
決定係数	0.9996	0.9999	0.9999	1.0000
オフセット	0.026	0.003	-0.012	-0.018
スロープ	0.156	0.155	0.131	0.134

まとめ


溶離液ジェネレーターで生成したメタンスルホン酸溶離液を使用して、IC-PC法によるシア化物イオン、塩化シアンの測定を行いました。従来法で使用している硫酸溶離液を用いた場合と同様の分離と感度を得ることができました。溶離液ジェネレーターを使用すると、溶離液調製の手間がいらず、調製時にミスも起こりません。また、メタンスルホン酸溶離液は陽イオン分析用溶離液としても用いられるため、陽イオン用カラムとサプレッサーを取り付けるだけでシア分析から陽イオン分析への変更が簡単に行えるようになります。

© 2017 Thermo Fisher Scientific K.K. 無断複写・転写を禁じます。 IC028_B1711SO
ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標または登録商標です。
ここに記載されている内容は予告なく変更することがあります。

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

www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC