IC 入門講座 「役に立つイオンクロマト分析」

イオンクロマトグラフィー研究懇談会

1. 最新の IC の動向 田中一彦 (たなかかずひこ) (広島大学院国際協力研究科)

2. IC の基礎技術 関口陽子(せきぐちようこ)(日本ダイオネクス(株))

3. IC の基本操作 家氏 淳 (いえうじじゅん) ((株) 島津製作所)

4. IC の実際分析への応用 野々村誠(ののむらまこと)(環境技術評価研究所)

1. 最新の IC の動向

1975 年に Small ら いにより発明・考案されたイオンクロマトグラフィー(Ion Chromatography: IC)は、環境水、排水処理工程水等の水質管理や様々な製造工程の品質管理等に有用な水質モニタリング法として国内外で広く適用されている。この IC は、特許に基づいて米国 Dionex 社により装置化(イオンクロマトグラフ TM)され、現在は国内外における様々な公定分析法に採用される等、世界的に広く普及している。このような背景から、初期の IC は、イオンクロマトグラフ TM を用い、「低交換容量のイオン交換樹脂分離カラムと溶離液中の電解質成分を弱電解質成分に変換するサプレッサーを用いて陰イオンをその酸に、一方、陽イオンをその水酸化物に各々変換し、導電率検出することを特徴としたイオン交換クロマトグラフィー」として定義されていたが、その後に様々なイオン種の同時計測を可能にする分離法(イオン排除、イオン対及び静電作用等)が導入された結果、現在では Fritz ら 20による定義「イオン種の同時分離計測を目的とした自動化された高速液体クロマトグラフィー」が広く受け入れられている。そこで、本講演では、これまでのイオン交換を用いたイオン種の分離法に加え、今後の発展が期待される新規な(温故知新な)IC 分離法として、イオン排除型 IC、イオン対型 IC、静電型 IC 及び陰及び陽イオンの同時分離型 IC 等についての今後を展望する。

2. IC の基礎技術

イオンクロマトグラフの基本的な構成は溶離液を送液するためのポンプを含む送液部、試料導入部、イオンの分離を行うカラム部、検出部、及び検出器からの信号を処理する記録部から構成される。送液部は脈流の少ないポンプが使用されるが、使用される接液材質からの流出が分析に影響を与えないものを用いる。溶存ガスの影響によって送液が不安定になる場合があるため、ポンプの前に自動脱気装置を付加することもある。分離に用いるカラムは通常イオン交換カラムが用いられるが、分析の対象節いつ、分離方法によって分配カラム、イオン排除カラムなどが使用される。また、カラム部にはカラム温度を一定の温度で制御する機構が組み込まれている場合もある。

検出器は一般的には電気伝導率検出器が用いられるが、方法によって、吸光光度計や電気化学検出器などの検出器を用いる場合がある。検出部では検出の感度等をあげるためにサプレッサー装置やポストカラム装置などが付加されることがある。特に、サプレッサー装置はベースを構成する溶離液の電気伝導率を下げ、各対象イオンの感度を上げる場合に有効である。通常は対象イオン群の対イオンを水素イオン又は水酸イオンに変換することで、これを達成する。得られた検出器からの信号は記録計に記録又はデータ処理装置によって波形処理される。基礎技術では基本的な構成と、各々

の役割等を説明する。

3. IC の基本操作

試料をイオンクロマトグラフで測定する場合、試料が対象イオンの分析に適正な状態か どうかを判断する必要がある。もし、適正でないと判断されたならば、何らかの形で適正 な状態にし、分析を始めなければならない。この操作を前処理と言う。粒子状成分が多く 含まれる試料は 0.45μm以下のフィルターでろ過をした後に測定することが必要である。 また、非常に濃度が高い塩を注入した場合は、目的成分の検出に妨害となるだけではなく、 分離カラムに対してダメージを与える場合がある。このような場合には適正濃度の希釈を する必要がある。他にも特定の物質群の除去のために固相抽出法を用いる、あるいは固体 処理のために燃焼法を組み合わせるなどの処置が必要な場合がある。これとは別個に装置 は適正な状態で稼働をさせておく必要がある。まず、イオンクロマトグラフの測定方法に 従い、溶離液を準備する。溶離液は、空気などが多く含まれると、ポンプによる送液が不 安定になるために、あらかじめ脱気をしておくことが望ましい。イオンクロマトグラフで、 対象イオンの定性・定量を行う場合はあらかじめ濃度のわかった溶液(標準液)を用いて 検量線の作成をする必要がある。分析の条件が一定であれば、各物質は同じ時間に流出し、 その時得られるピークの大きさ(高さ又は面積)が物質の濃度に依存する。あらかじめ。 既知濃度の標準液で、この関係式を導いておけば、未知試料の濃度を計測することが可能 となる。ここでは基本的な操作について説明を行う。

4. IC の実際分析への応用

イオンクロマトグラフィーは今日では非常に多くの分野で使用されており、JIS K0102 工場排水試験方法や上水試験方法など公定分析法などにも多く採用されている。また、海外においても ISO 規格など多くの国でも採用されており、信頼性の高い分析方法として高く評価をされている。環境分析への適用はイオンクロマトグラフィーの開発当初から行われており、非常に多くの文献が出されている。酸性雨の分析や河川水、地下水などの分析ではなくてはならない分析法として多くの研究者、実務者がイオンクロマトグラフィーによる環境の状態把握や環境管理に使用している。その他に、純水などの微量イオン測定や食品中のイオン測定など、非常に多くのアプリケーションが公開されている。ここでは、公定法を中心としたアプリケーションを紹介し、実際に使用する上での問題点等に関して述べる。

終わりに

この講習会は昨年発刊された「役に立つイオンクロマト分析」(医学評論社)を元に行われている。日本分析化学会に所属する、イオンクロマトグラフィー研究懇談会では IC の基礎と応用に関する研究の促進と技術の普及、会員相互の交流を目的に活動をしているが、IC をツールとして使用している実務者に対しても情報提供をしていくことが重要と考え、書籍の発行にいたった。今回はこの書籍を元に主にツールとして使用する技術者向けにも要したものであり、これを機会により深い理解を得られれば幸いである。詳細に関しては本書籍を参照いただきたい。