

ノート

微量分析のためのイオンクロマトグラフ用バイアルキャップの検討

安藤 恵理*¹⁾ 栗田 恵子*²⁾ 荒川 豊*³⁾ 杉森 博和*¹⁾ 田熊 保彦*¹⁾

Investigation of vial cap for microanalysis by ion chromatography

Eri Ando*¹⁾, Keiko Kurita*²⁾, Yutaka Arakawa*³⁾, Hirokazu Sugimori*¹⁾, Yasuhiko Takuma*¹⁾

キーワード: イオンクロマトグラフ, 水, 微量分析, バイアルキャップ

Keywords: ion chromatography, water, microanalysis, vial cap

1. はじめに

産業において、水道水や工業用水は冷却や洗浄など様々な用途で使用されている。これらの水は多くのイオン成分を含んでおり、その種類や濃度によってはスケールの沈着や金属の腐食を引き起こす⁽¹⁾。このため品質管理や事故の防止・解析において、水中の微量イオン成分の分析・把握が非常に重要である。イオンクロマトグラフ（以下 IC、図 1）は、このような水中の微量成分分析を得意とする装置である⁽²⁾。

多試料の分析に有効であるオートサンプラー（AS）分析では、バイアルのキャップとして一般にセプタムが使用されるが、ディスポーザブルかつ高価であるため、多数のサンプルを分析する場合には高コストとなる。そこで本研究では、比較的安価な代替品（PTFE シートおよび食品用フィルム）について、バイアルキャップとしての有効性を確認するため検討を行った。



図 1. イオンクロマトグラフ分析装置

2. 実験方法

2. 1 実験に用いた水の成分分析

まず初めに予備実験として、マニュアルサンプリングで

の IC 分析にて、バイアルキャップの検討で使用する水の成分分析を行った。所定濃度に希釈した陰イオン標準液（和光純薬工業（株）、陰イオン混合標準液 IV（F⁻, Cl⁻, NO₂⁻, Br⁻, NO₃⁻, PO₄³⁻, SO₄²⁻）と有機酸（CH₃COO⁻, HCOO⁻）の混合液）または陽イオン標準液（和光純薬工業（株）、陽イオン混合標準液 II（Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Ca²⁺, Mg²⁺））を、シリンジを用いてサンプルループ（25 μL）に注入し、IC（DIONEX（株）、ICS3000）により検量線を作成ののち、サンプルの分析を行った。対象サンプルは都産技研内で使用している蒸留水、純水、超純水（表 1）とし、試料採取後直ちに計測を行った。なお、分析条件は表 2 に示したとおりである。

表 1. 水の精製方法

サンプル* ¹⁾	蒸留水	純水	超純水
比抵抗値 (MΩ・cm)	8.85	12.7	18.2
紫外線	—	—	○
活性炭	—	○	○
イオン交換樹脂	○	○	○
逆浸透膜	—	○	○
メンブレンフィルター	—	—	○
中空糸フィルター	○	—	—
蒸留	○	—	—

*¹⁾ 蒸留水, 純水は水道水, 超純水は純水を精製したもの

表 2. イオンクロマトグラフの分析条件

	陽イオン	陰イオン
カラム	IonPac CG12A/CS12A	IonPac AG17C/AS17C
サブレッサ	CSRS300	ASRS300
溶離液	18 mM MSA 溶液* ¹⁾	3~45 mM KOH 溶液
溶離法	アイソクラティック	グラジエント
流量	1.0 ml/min	1.3 ml/min

*¹⁾MSA: メタンスルホン酸

2. 2 バイアルキャップの種類検討

2.1 と同様に調製した各標準液をバイアルに 5 ml ずつ取り、表 3 に示すセプタム、PTFE シート（ポリテトラフルオロエチレン（PTFE））、食品用フィルム（ポリ塩化ビニリデ

*¹⁾ 環境技術グループ*²⁾ 前東京都立産業技術研究センター資源環境グループ*³⁾ 技術経営支援室

ン (PVDC) をそれぞれ取り付け、AS (DIONEX (株), AS) を用いて分析を行った。分析後、各濃度における変動係数 (C.V.) を算出し、C.V.=10%時の濃度を比較した。

表 3. 実験に使用したキャップの種類

	セプタム	PTFE シート	食品用フィルム
材質	PTFE, シリコン	PTFE	PVDC
厚み	1.0 mm	0.05 mm	0.01 mm
価格	約 100 円/回	約 1 円/回	約 0.03 円/回

3. 結果および考察

3. 1 都産技研で使用している水の成分

図 2 に都産技研で使用している蒸留水、純水、超純水の成分分析の結果を示す。グラフから、精製方法により水質が大きく異なることがわかった。また、超純水が最も積算イオン濃度が低く微量分析に適していることから、次の検討では超純水を使用することとした。

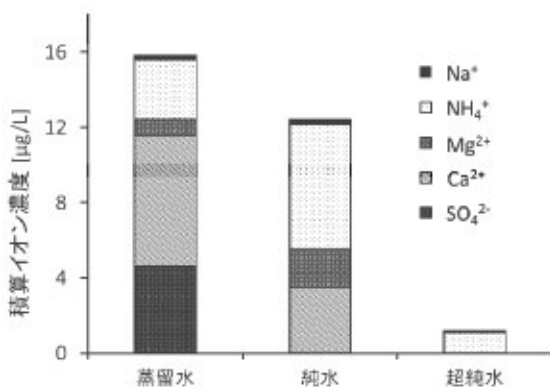


図 2. 都産技研で使用する水のイオン積算濃度の比較

3. 2 バイアルキャップの検討

AS 分析において、各キャップを使用した場合の C.V.=10% 時の濃度を比較した (図 3)。ここでは、特に空気中からの汚染が懸念される、NH₄⁺、CH₃COO⁻、HCOO⁻、NO₂⁻、NO₃⁻ について検討した。グラフより、食品用フィルムはセプタムに比べ C.V.=10%時の濃度が高く、PTFE シートではセプタムと同様かそれ以下となることが明らかになった。

AS 分析では、予め全てのサンプルをホルダーに設置し、順に分析を行う。そのため、サンプル数が多い場合には最初のサンプルと最後のサンプルの測定開始時間は大きく異なる。サンプルの汚染度は時間経過に伴い高まると予測されることから、セプタム代替品としての条件として、サンプル放置時の汚染が少ないことも必要であると考えられる。そこで、超純水の放置時間と空気中からの汚染物質の一つである NH₄⁺濃度の変化の関係を調査した結果を図 4 に

示す。グラフより、キャップがない状態では、大気中の NH₃ (NH₄⁺) により容易に汚染されるものの、キャップをすればその影響を大幅に抑制することが可能であった。特に、PTFE シートに関しては、セプタムとほぼ同等の効果を示した。以上より、PTFE シートはセプタムの代替として有効である。

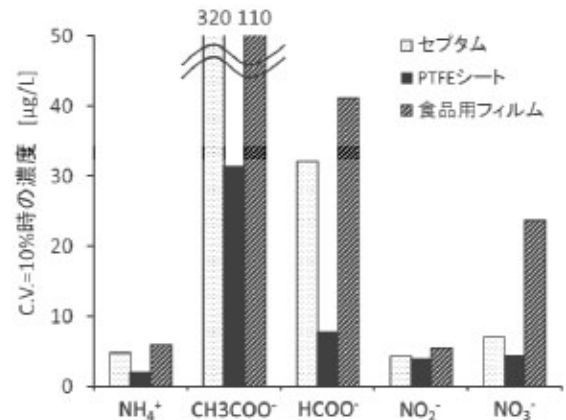


図 3. キャップの種類による C.V.=10%時の濃度の比較

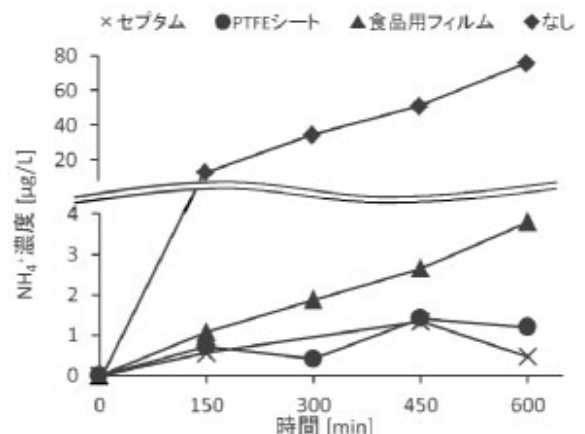


図 4. 各キャップにおける NH₄⁺濃度の経時変化

4. まとめ

バイアルキャップについて、一般に使用されるセプタムと、その代替品として安価な PTFE シートおよび食品用フィルムの比較検討を行った。その結果、特に PTFE シートは C.V.=10%時のイオン濃度および時間経過に伴う汚染度がセプタムとほぼ同程度であることから、セプタムの代替として利用可能であることが示された。

(平成 21 年 5 月 20 日受付, 平成 23 年 6 月 15 日再受付)

文 献

- (1) 藤井哲雄:「金属の腐食事例と対策」, (株) 工業調査会, pp15-39, (2004)
- (2) (社) 日本分析化学会イオンクロマトグラフィー研究懇談会: 「役に立つイオンクロマト分析」, (株) みみずく舎, pp112-174(2009).