



Application Note AN-S-395

法医学研究におけるイオンクロマトグラフィーの応用例

Determining low concentrations of chlorate, thiosulfate, thiocyanate, and perchlorate beside major anions in explosives and explosion residues

法医学の研究機関は、テロ攻撃や戦闘剤の犯罪行為を追跡するために、使用された爆発物とその残留物の微量検出分析を行います。爆発物の主成分は、酸化剤と燃料であり、これには酸化物(塩素酸塩、過塩素酸塩など)や硝酸塩、硫黄、リンを含む化合物、金属、糖類、炭化水素などが含まれます[1]。典型的な無機後爆発残渣には、チオシアン酸塩やチオ硫酸塩が含まれます。特に重要なのは、犯罪捜査部門や政府の安全保障機関が「化学的な指紋」を取得するこ

とです。公衆衛生機関や環境保護機関は、これらの化合物が基盤となる土壌を汚染し、地下水に浸透する可能性があるため、これらの化合物を分析します。サプレッサを伴った伝導度検出器を搭載したイオンクロマトグラフィー(IC)では、一般的な無機アニオンに加えて、塩酸塩、チオ硫酸塩、チオシアン酸塩、過塩素酸塩などの陰イオン汚染物質を広範囲の濃度範囲で感度良く、堅牢に定量することができます。

実験

人工試料は10%メタノールに溶解され、インラインウルトラフィルトレーションを用いて自動的にろ過されました。メトロームのインテリジェントパーシャルループ注入テクニック(MiPT)は、試料負荷に応じて正確な可変量を注入し、自動キャリブレーションを可能にします。

アニオンは、炭酸ナトリウム/炭酸水素ナトリウム溶離液と流量グラジエントを使用して、分析カラム Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 上で分離されます(図1)。

化学サプレッサとCO2サプレッサを含む連続サプレッサにより、バックグラウンドの伝導度が約1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ まで低減され、信号対雑音比が大幅に向上します。すべてのアニオンは電導度検出器で測定され、MagIC Netソフトウェアを用いて定量されます。



Figure 1. Compact, user-friendly Metrohm IC instrumentation to quantify various anions in explosives and explosion residues.

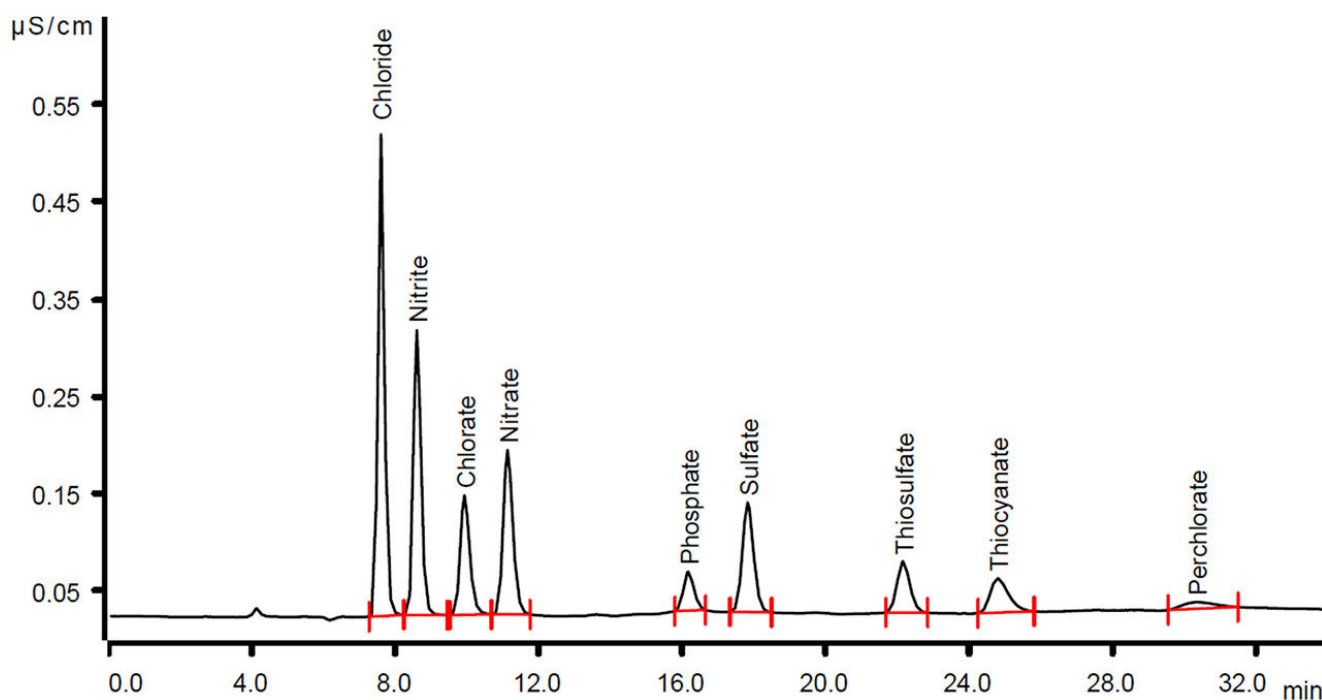


図2. 無機アニオン (1 mg/L) のサプレッサ付き伝導度検出器。Metrosep A Supp 4 - 250/4.0カラムで分離 (溶離液: 1.8 mmol/L 炭酸ナトリウム、1.7 mmol/L 炭酸水素ナトリウム、流量グラジエント: 0.7–1.5 mL/min、カラム温度: 30°C、試料量: 10 μL)。

結果

開発されたイオンクロマトグラフィ法は、爆発物に関連するアニオン性添加物や残留物を簡便かつ堅牢で迅速に分析する手法を提供します。図2は、1

mg/L標準溶液のクロマトグラムを示しています。この方法は、表1に示されている仕様に対応しています。

表1. 手法の仕様

項目	仕様
LOQ(定量下限)	各アニオン 1mg/L, RSD 25%
キャリブレーション範囲	各アニオン:1–100 mg/L 過塩素酸塩:1–50 mg/L
分解能	各分離 2
ブランク	<0.1 mg/L
分析時間	32 分

結論

流量グラジエントは、遅延する成分を加速させ、分析時間を32分に短縮するとともに、ピーク形状を改善します。試料マトリックスに加えられたメタノールは、分析には一切干渉しませんでした。すべての成分について、定量下限は1 mg/L未満で、キャリブレーション範囲全体で分離能は2以上でした。Metrosep A Supp 4カラムを常温で使用することで、コンパクトなICシステムで分析が可能です。指定

されたアニオンに加えてカチオンを含む爆発物の包括的な特性評価には、二重チャンネルのプロフェッショナルシステムが有益な解決策を提供します。爆発物の残留物に関する高度な研究は、IC-MS(イオンクロマトグラフ-質量分析計)を用いて行われ、質量検出器によって分析物の同定がさらに確認されます【2】。

参考文献

1. Dicoski et al. (2006), Analytical Letters, 39(4), 639–657.

2. Barron et al. (2014), Analytica Chimica Acta 806 (2014) 27–54.

Internal reference: AW IC FR6-0100-062017

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平
和島6-1-1
null 東京流通センター アネ
ックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成

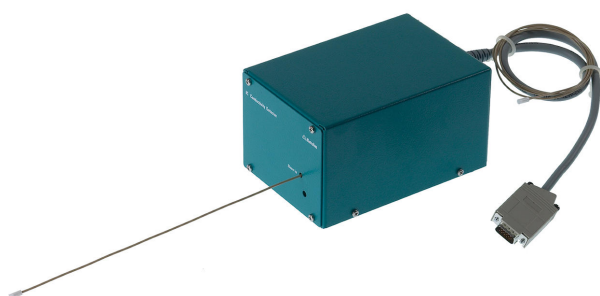


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

930 コンパクト IC Flex Oven/SeS/Deg はカラムオープン、連続サプレッション、内蔵式脱気装置を備えたインテリジェントコンパクトIC装置です。サプレッサーの再生には800 ドジーノ電動ビュレットを使用することができます。この装置は任意の分離メソッドおよび検出メソッドによって使用することができます。

典型的な使用領域:

- 連続サプレッションおよび電気伝導度検出器による陰イオンの測定



IC Conductivity Detector

インテリジェントIC装置のためのコンパクトかつインテリジェントな高出力電気伝導度検出器。優れた温度安定性、保護された検出器ブロック内の総合的な信号処理、最新版のDSP (Digital Signal Processing) が高精度の測定を保証します。稼動範囲がダイナミックなので測定範囲の変更は(自動のものも含めて)必要ありません。



Metrosep A Supp 4 - 250/4.0

Metrosep A Supp 4 - 250/4.0は、非常に高い分離特性を提供する、大変頑丈なカラムです。分離フェーズは、4級アンモニウム基を持ち、かつ直径が9 μm であるポリビニルアルコールの粒子から成ります。この構造により、高い安定性と、ビルトインのフィルタープレートを通過する可能性のある超微粒子に対するより高い耐性が保証されます。Metrosep A Supp 4 - 250/4.0は、中程度のイオン交換容量を有します; 12分半後に硫酸塩を溶出。この分離カラムで得られる理論段数は、Metrosep Anion Dual 2 - 75/4.6におけるものよりもより高いものとなっています。A Supp 4 - 250/4.0は、水質分析におけるあらゆるルーチン作業に特に適しています。



858 Professional Sample Processor – Pump

858 プロフェッショナルサンプルプロセッサ - ポンプは、500 μL から500 mLまでのサンプルを処理します。サンプルは内蔵式双方向性の2チャンネルのペリスタリックポンプまたは800 ドジーノ電動ビュレットによって転送されます。



MSM Rotor A

Suppressor rotor for all IC instruments with MSM (Metrohm Suppressor Module)