

E-learning Program

イオンクロマトグラフ (IC)

早稲田大学 環境保全センター



WASEDA University



イオンクロマトグラフの基礎

1. はじめに(イオンクロマトグラフとは)
2. 主に測定できる成分
3. イオンクロマトグラフの構成
4. 測定できる試料
5. イオンクロマトグラフの使用例



1. はじめに（イオンクロマトグラフとは）

イオンクロマトグラフは、液体クロマトグラフの一種

- 移動相（電解質溶離液）を送液ポンプを使用して、イオン交換体が充填された固定相（カラム）に送液
- カラム手前で試料注入装置から分析試料を注入
- 各種イオンは、カラム内を通過しながら選択的に分離
- 分離されたイオンは検出器を通過し、イオンの通過時間と信号強度から成分の同定と定量が可能

分析装置 =
イオンクロマトグラフ

分析手法 =
イオンクロマトグラフィー



2. 主に測定できる成分

1) 無機陰イオン

F^- , Cl^- , NO_2^- , Br^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , I^- , PO_4^{3-}

2) 無機陽イオン

Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+}

3) 有機酸陰イオン

ギ酸, 酢酸, クエン酸, シュウ酸

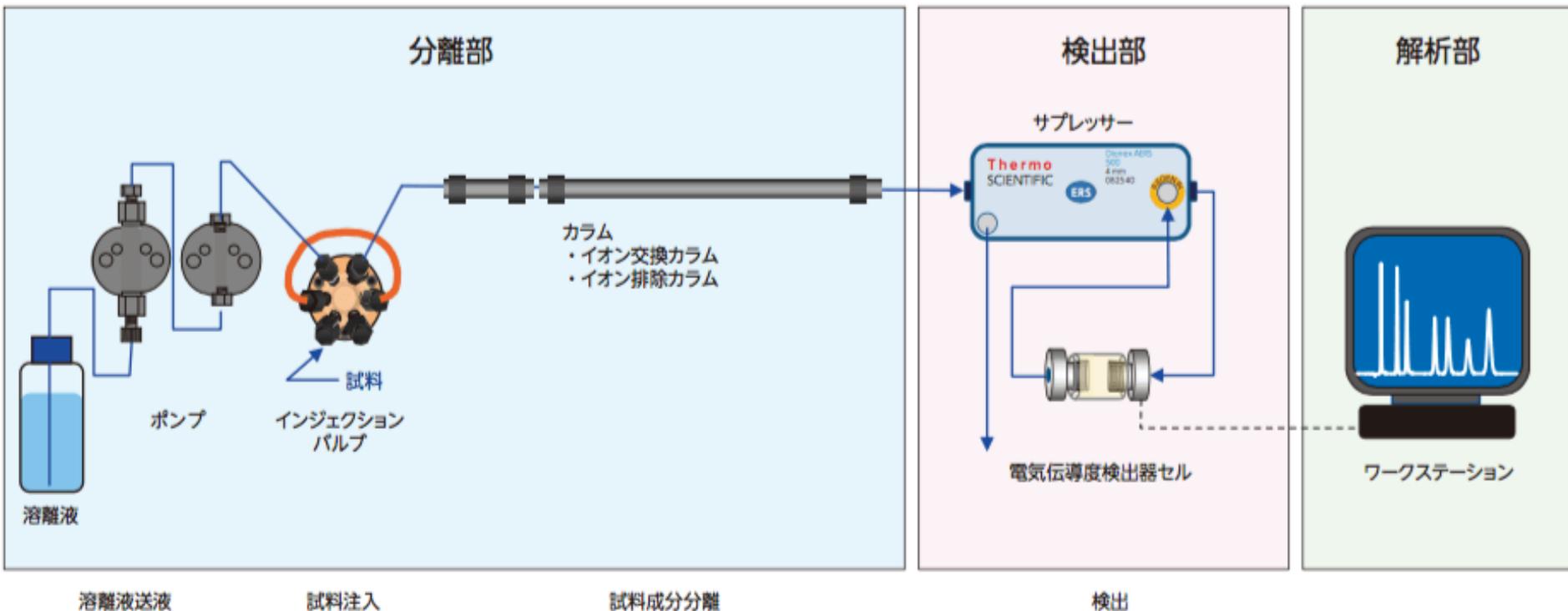
4) アミン類陽イオン

モノメチルアミン, ジメチルアミン, モノエチルアミン, ジエチルアミン,
モノエタノールアミン, ジエタノールアミン, トリエタノールアミン



3. イオンクロマトグラフの構成

1) 概略図



引用元 : <https://www.thermofisher.com/blog/learning-at-the-bench/ion-chromatography-basic/>



2) 送液部

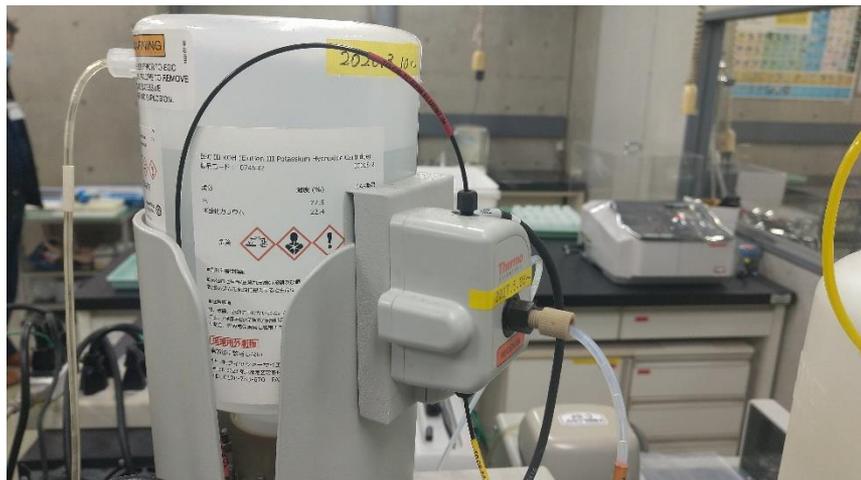
ポンプを使用して溶離液をカラムに送り出す部分

プランジャー（棒状のピストン）が往復運動することにより、溶液を吸入側から吐出側へ押し出す仕組み。二本のプランジャーを使用して脈流を抑えるように工夫されたデュアルポンプタイプが主流。

溶離液

陰イオン分析：炭酸緩衝液やKOH・NaOHなどのアルカリ性の水溶液

陽イオン分析：メタンサルホン酸や硫酸などの酸性水溶液



3) 試料注入部

測定試料を装置に注入する部分

バイアル瓶に充填した水溶液試料をシリンジで適量採取し、自動で装置に注入できる**オートサンプラー**。一度のセットで数十試料を終夜運転で分析可能。



4) 分離部

混合状態の試料を
イオン種毎に分離する部分

イオン交換樹脂が充填されたカラム（固定相）が装着されており、内部を流れる溶離液（移動相）とイオン交換樹脂との相互作用により各種イオン成分が分離される

カラム入口では混在している各種イオンがカラムを通過すると分離されて、イオンごとに異なる時間（リテンションタイム）で溶出される

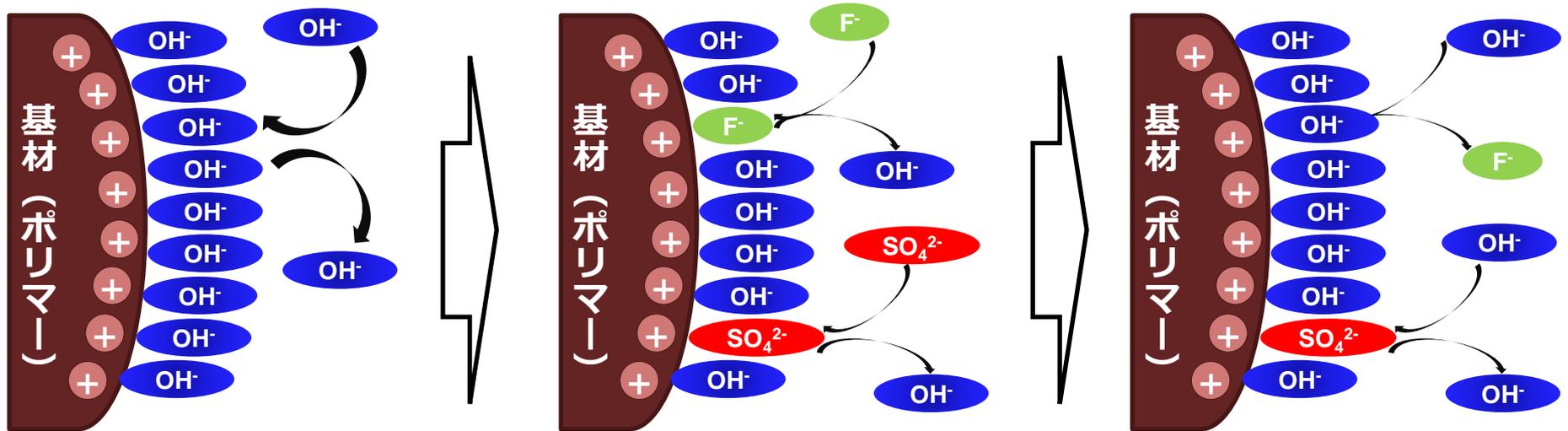


4) 分離の原理 (陰イオンを例に)

1. カラム内の粒子表面は、溶離液由来の OH^- で覆われている
2. 各種陰イオンが入ると、 OH^- と各種陰イオンが交換される
3. 溶離液が流れてくると、吸着力の弱いイオンから出口に流れる

Point!

イオン価数が大きいほど吸着が強い
イオン半径が大きいほど吸着が強い

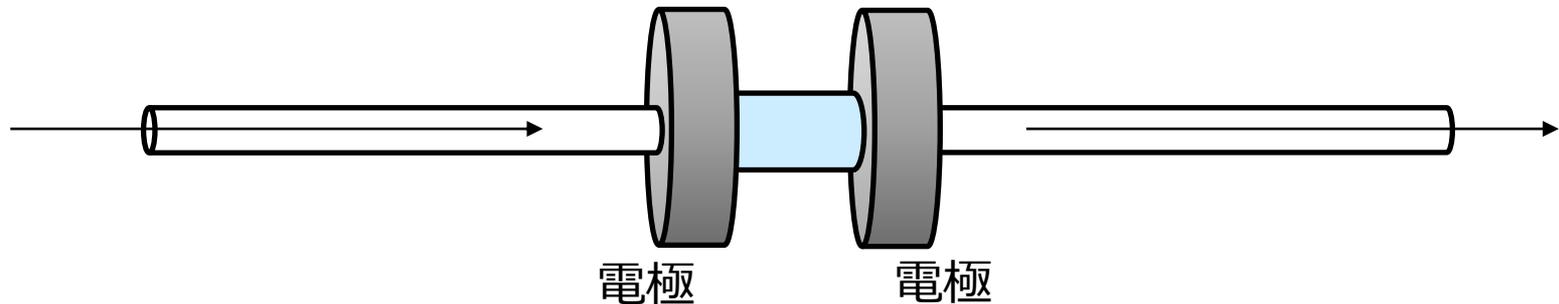


5) 検出部

電気伝導度検出器

イオン濃度と電気の流れやすさは比例

➡ 電気伝導度セル電極間の抵抗を測定し、その逆数を電気伝導度として出力



利点

- イオン成分の一斉測定が可能
- 比較的高感度な測定が可能
- メンテナンスが容易

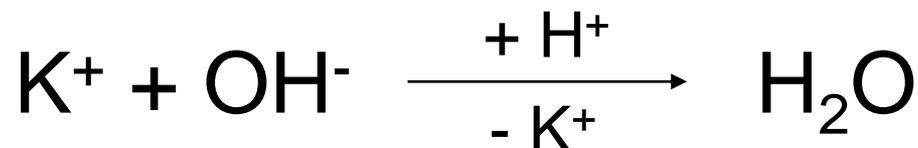
欠点

- 選択性がない⇒ 分離が重要
- 温度影響を受けやすい⇒ セル恒温機能必要
- 溶離液の電気伝導度も検出

5) 検出部

サプレッサーの役割 (陰イオンを例に)

溶離液から導電性イオンを除去し、バックグラウンドのシグナルやノイズを低減しながら同時に分析物のシグナルを増強



溶離液の組成をKOHからH₂Oに変換
→非解離性なのでベースラインノイズの低減

無限希釈モル伝導率

H⁺: 350 (S m² mol⁻¹)

K⁺: 74 (S m² mol⁻¹)

測定イオンの対イオンをH⁺に変換
→総電気伝導度の向上による感度上昇

K⁺Cl⁻: 74+76 = 150

H⁺Cl⁻: 350+76 = 426



イオンクロマトグラフの使用例

分析条件 (陰イオン)

装置	イオンクロマトグラフ ICS-2100 システム (ThermoFisher Scientific Inc.)
溶離液	KOH 溶液 (溶離液ジェネレータ使用)
グラジエント条件	15 mmol/L (0~10 min) 15~40 mmol/L (10~20 min) 40 mmol/L (20min~)
流速	1.0 mL/min
試料注入量	25 μ L
ガードカラム	IonPac AG19 (4 mm I.D. \times 50 mm)
分離カラム	IonPac AS19 (4 mm I.D. \times 250 mm)
恒温槽	35 $^{\circ}$ C
サプレッサー	100 mA (AERS500, リサイクルモード)
検出器	電気伝導度検出器



イオンクロマトグラフの使用例

分析条件 (陽イオン)

装置	イオンクロマトグラフ ICS-1100 システム (ThermoFisher Scientific Inc.)
溶離液	20 mmol/L メタンサルホン酸
グラジエント条件	なし (アイソクラティック分析)
流速	1.0 mL/min
試料注入量	25 μ L
ガードカラム	IonPac CG12A (4 mm I.D. \times 50 mm)
分離カラム	IonPac CS12A (4 mm I.D. \times 250 mm)
恒温槽	35 $^{\circ}$ C
サプレッサー	60 mA (CSRS300, リサイクルモード)
検出器	電気伝導度検出器



試料の準備

試料は水に溶解していることが必要

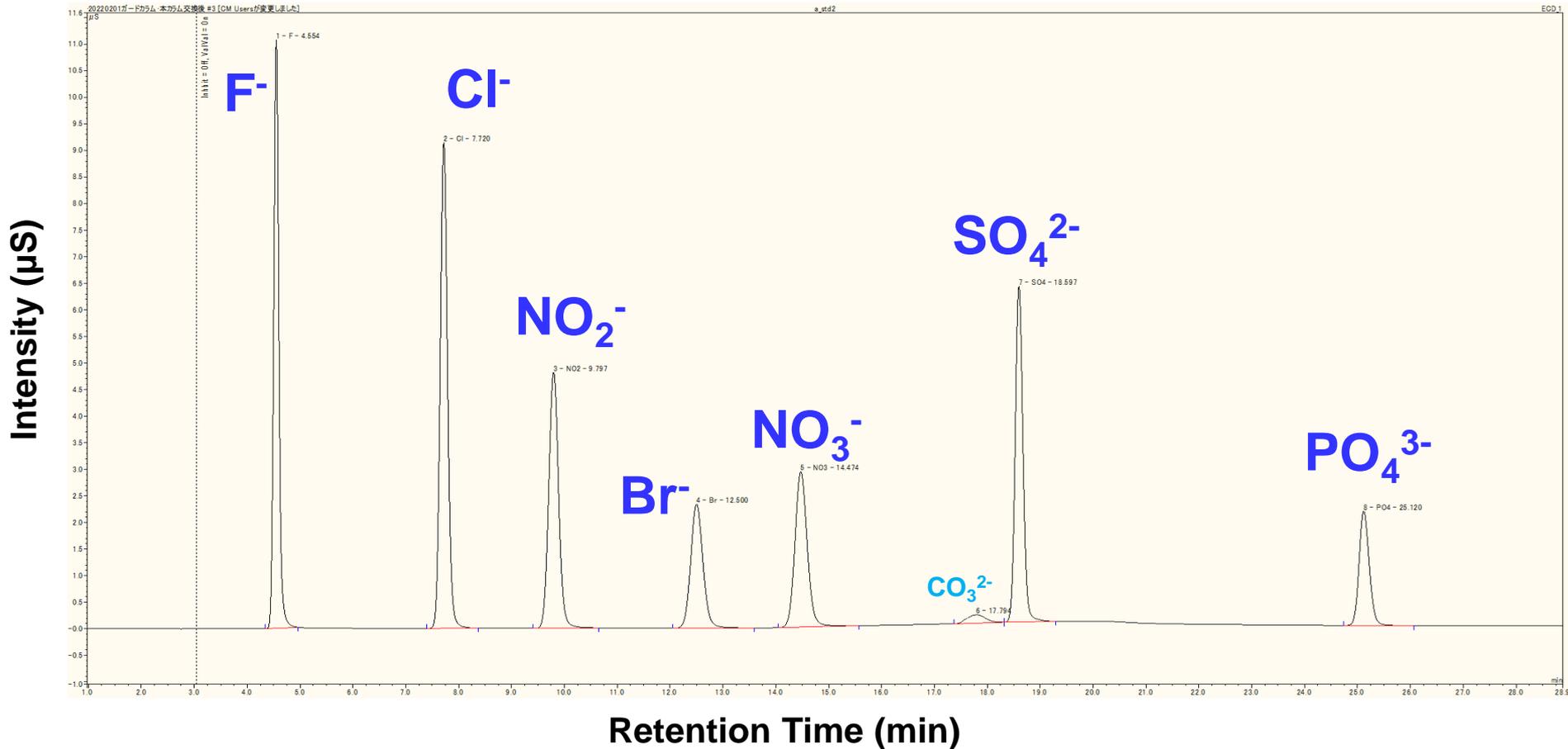
懸濁物は、孔径 $0.1\sim 0.4\mu\text{m}$ のディスクフィルターでろ過
油脂、有機溶媒、タンパク質、多糖類も、**前処理**
(液液分離・抽出・共沈等)で取り除く必要あり
(カラムが不純物で詰まり、適切な分離が不能となる)

酸性・アルカリ性溶液の試料は、原則**中和**



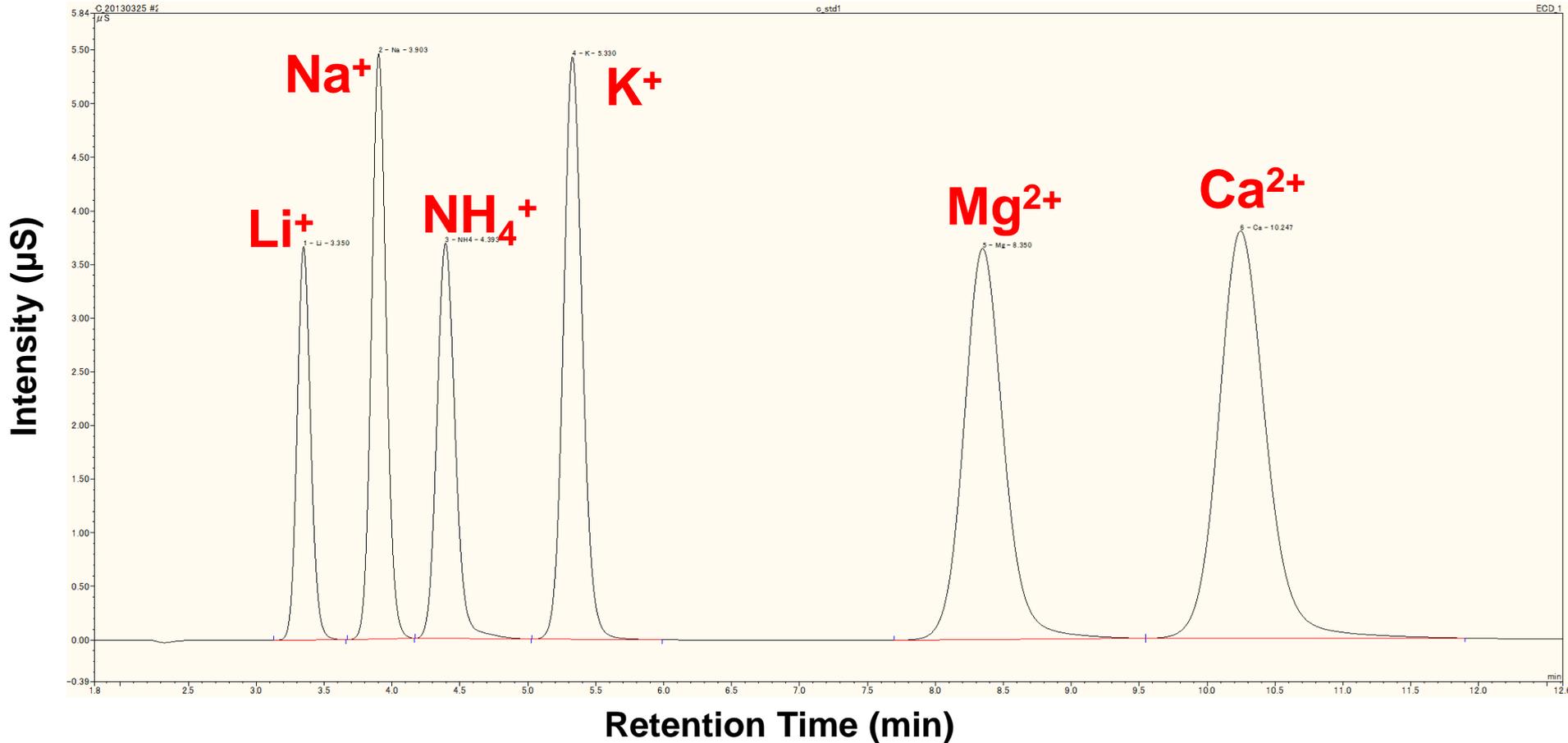
分析結果の例（1）

無機陰イオンのクロマトグラム

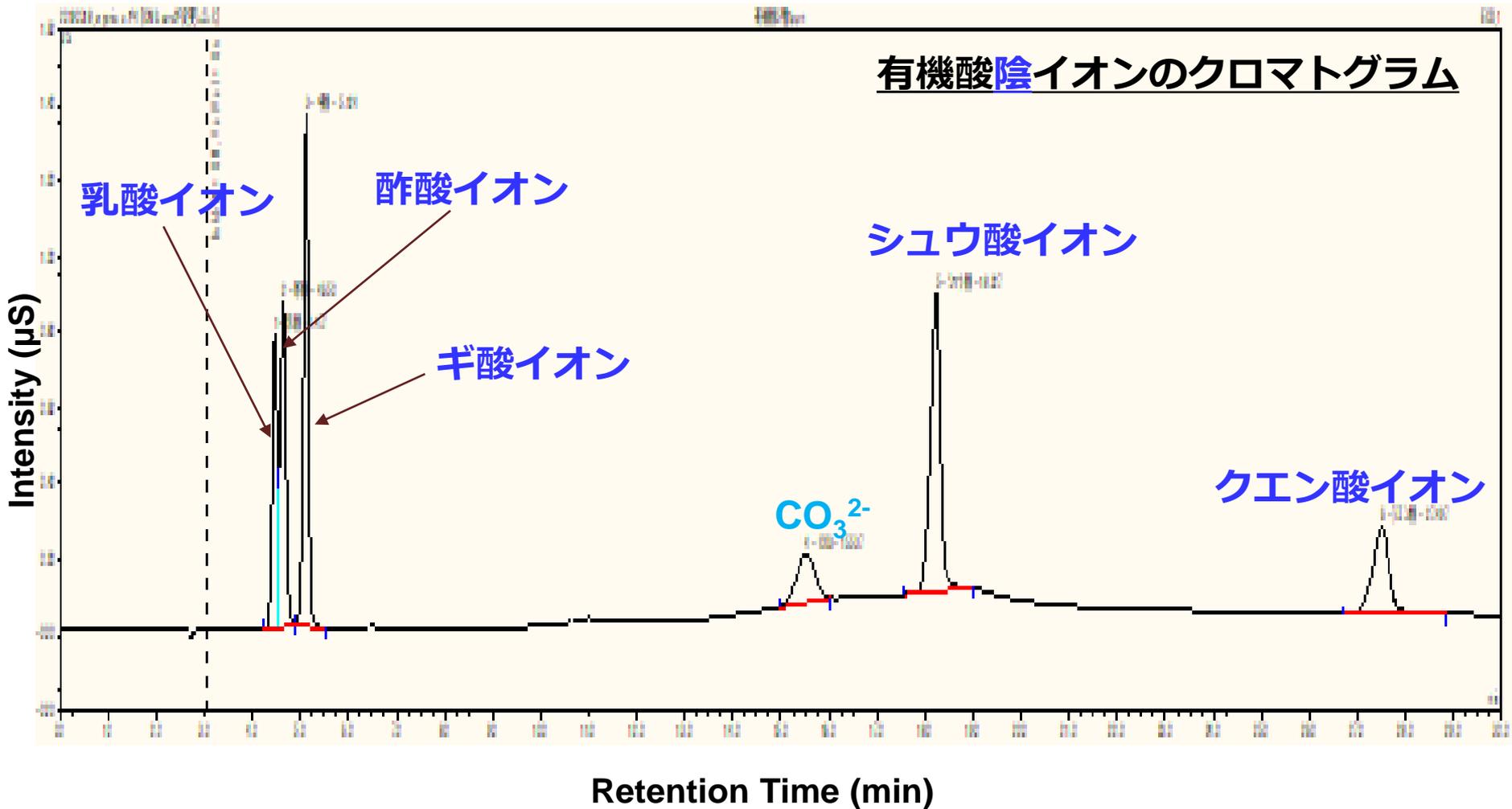


分析結果の例（2）

無機陽イオンのクロマトグラム

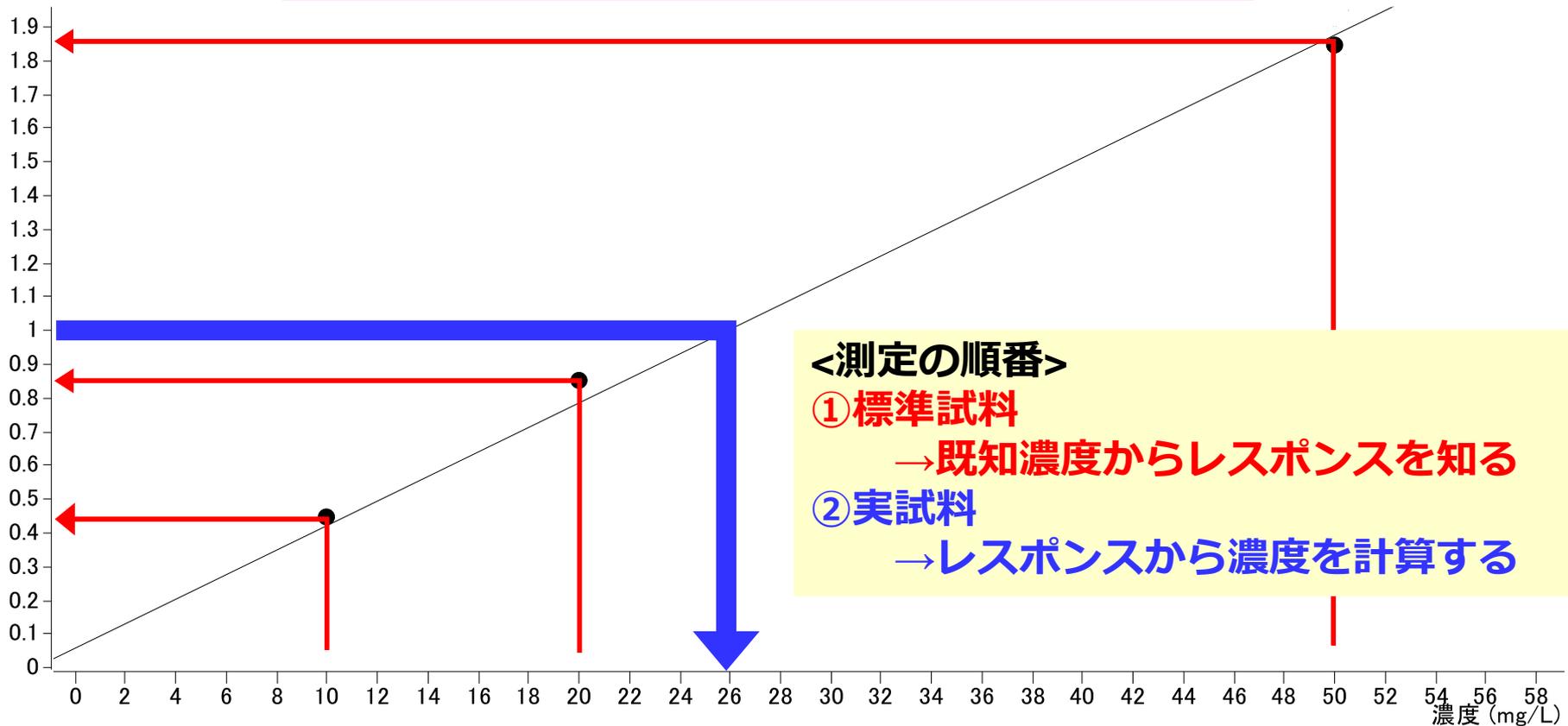


分析結果の例（3）



定性・定量の方法

- 定性 = 時間のみ
- 定量 = ピーク面積の比較 (検量線法)



最後に

- この資料では、測定に最低限必要な技術情報のみ示しています。より詳しく知りたい方は、専門書を閲覧することをお勧めします。
- 分析相談には、まずはメールで詳細な状況をお知らせください。

<参考>

初心者必見！イオンクロマトグラフィーの基礎知識（ThermoFisher Scientific社 HP）

<https://www.thermofisher.com/blog/learning-at-the-bench/ion-chromatography-basic/>

