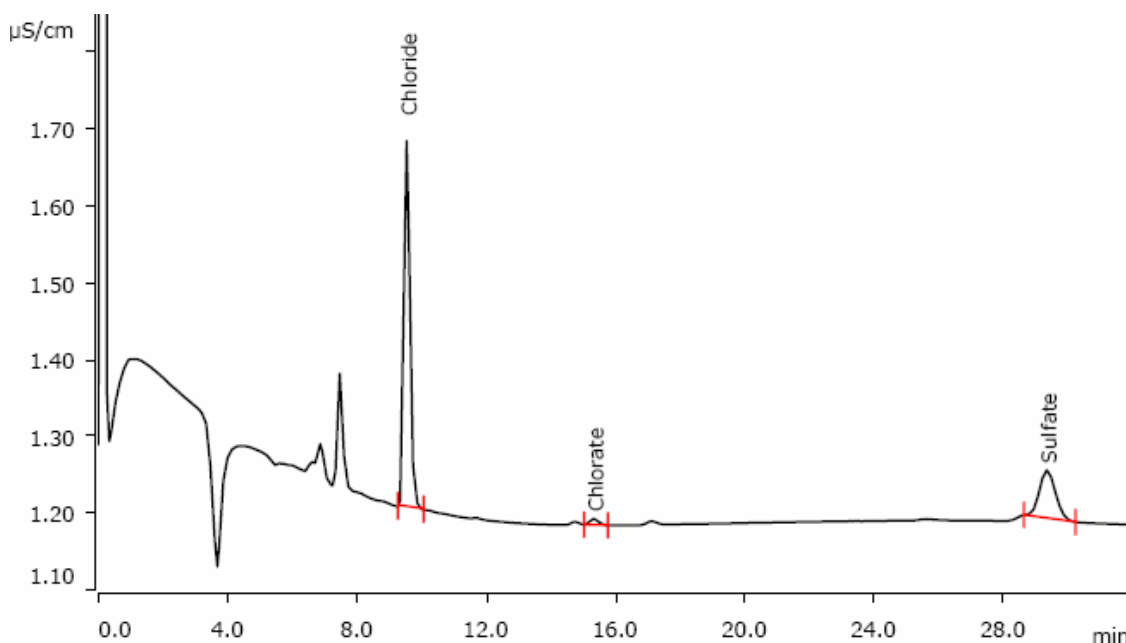


インライン中和及びパーシャルループ インジェクションテクニック (MiPT) による 50% KOH 中の陰イオン測定



インライン中和テクニックは、水酸化物溶液中のアニオン測定のための確立されたサンプル前処理法です。パーシャルループインジェクションテクニック (MiPT) により、1種類の標準溶液でシステムを校正し、サンプル中のアニオン濃度に応じて注入量を調整することが可能です。この方法は、水酸化カリウム (50%/85%) 及び炭酸カリウム溶液 (83%) 中のアニオン分析に適用されました。

結果

	濃度 [$\mu\text{g/L}$]
塩化物イオン	13.0
塩素酸イオン	6.9
硫酸イオン	n.q.

サンプル

水酸化カリウム (50%)

サンプル調製

インライン中和&パーシャルループインジェクションテクニック (MiPT)

カラム

Metrosep A Supp 7 - 250/4.0	6.1006.630
Metrosep RP 2 Guard/3.5	6.1011.030

溶液

溶離液	3.6 mmol/L 炭酸ナトリウム
サブレッサ再生液	100 mmol/L 硫酸
SPM (中和モジュール) 再生液	100 mmol/L 過塩素酸
洗浄液	超純水

分析

連続サブプレッション後に電気伝導度検出

パラメータ

流速	0.8 mL/min
注入量	100 μ L
最大圧力 (Pmax)	15 MPa
測定時間	30 min
カラム温度	60 $^{\circ}$ C

装置

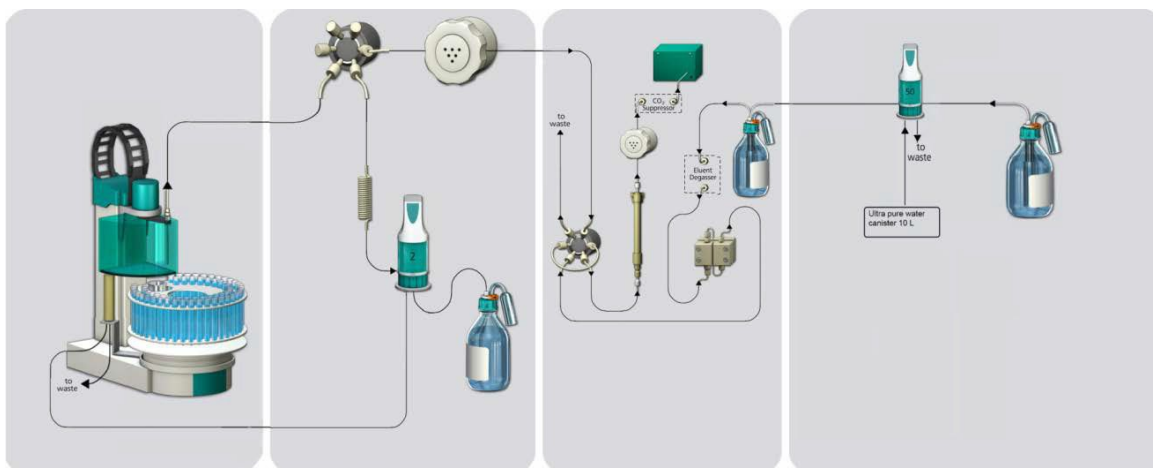
850 Professional IC Anion -MCS- Prep 3	2.850.2190
IC Conductivity Detector	2.850.9010
858 Professional Sample Processor - Pump- Injector	2.858.0030
800 Dosino (liquid handling)	2.800.0010
849 Level Control for Inline Eluent Preparation	2.849.1030

MiPTによる4点検量線の作成

校正範囲	10 - 100 μ L
標準溶液:	
フッ化物イオン	10 μ g/L
塩化物イオン	500 μ g/L
塩素酸イオン	50 μ g/L
硫酸イオン	500 μ g/L
1点目	10 μ L = 50 / 5 / 1 μ g/L
2点目	20 μ L = 100 / 10 / 2 μ g/L
3点目	50 μ L = 250 / 25 / 5 μ g/L
4点目	100 μ L = 500 / 50 / 10 μ g/L



フローチャート



システムセットアップ：洗浄ステーション付オートサンブラ、切替バルブ、トランスファーチューブを接続したリキッドハンドリング用 800 Dosino、中和モジュール（SPM）、MiPT のための 250 μ L ループを接続した IC システム及びインライン溶離液生成装置で構成されています。

手順：800 Dosino は、2 mL のサンプルをトランスファーチューブに吸引し、この内 1 mL を SPM 及び配管内のコンディショニングに使用します。その後、IC インジェクタは「Fill」の位置に切り替わり、Dosino により正確な量のサンプルがループに注入されます。

硫酸イオンの測定が必要な場合、SPM の再生には過塩素酸を使用します。

www.metrohm.jp

 **Metrohm**