



Application Note AN-S-395

法医学研究におけるイオンクロマトクラフィの応用例

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。サフ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クラフィ(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かてきます。

EXPERIMENT

Artificial samples were dissolved in 10% methanol and automatically filtered using Inline Ultrafiltration. The Metrohm intelligent Partial Loop Injection Technique (MiPT) allows the injection of a precise variable volume depending on the sample load, and an automatic calibration.

The anions are separated on the analytical column Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 using a sodium carbonate / sodium hydrogen carbonate eluent and a flow gradient (Figure 1). Sequential suppression, including chemical and CO₂-suppression, reduces the background conductivity to around 1 µS/cm and vastly improves the signal-to-noise ratio. All anions are determined with a conductivity detector and quantified with the MagIC Net software.



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

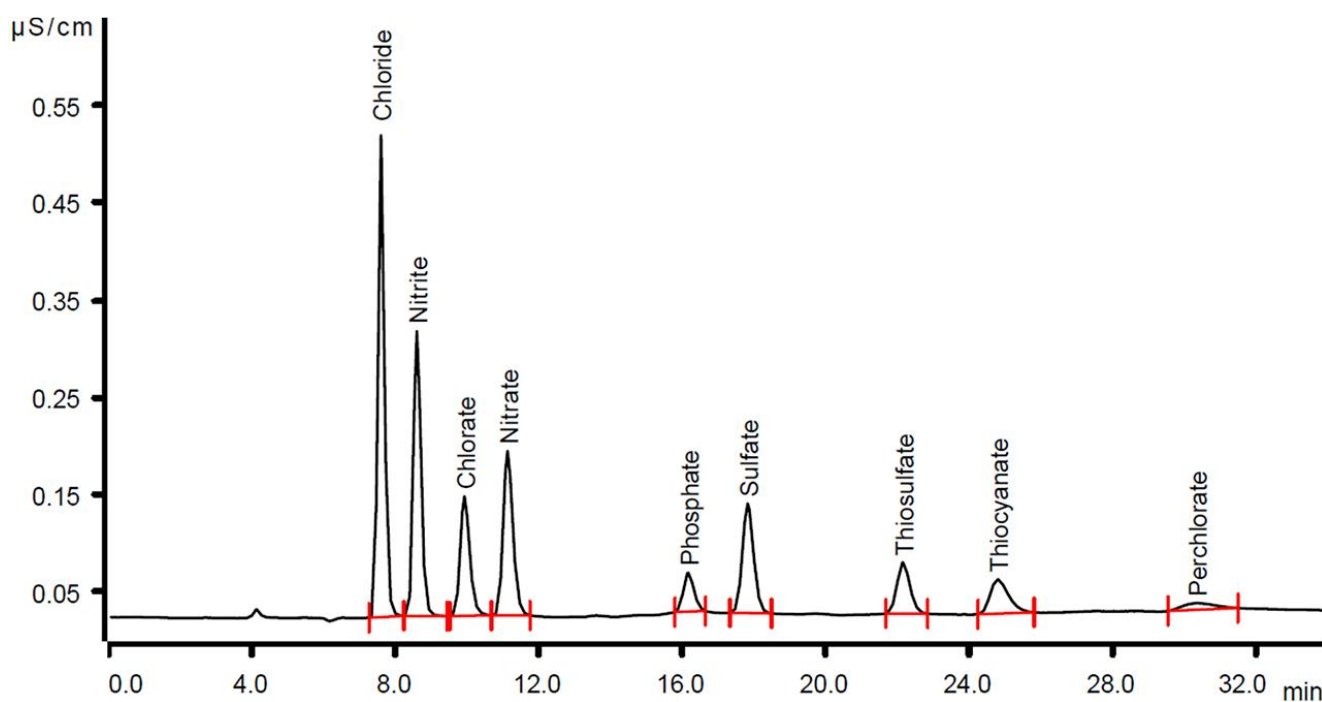


Figure 2. Suppressed conductivity signal of inorganic anions (1 mg/L), separated on a Metrosep A Supp 4 - 250/4.0 column (eluent: 1.8 mmol/L sodium carbonate, 1.7 mmol/L sodium hydrogen carbonate, flow gradient 0.7–1.5 mL/min, column temperature 30 °C, sample volume 10 µL).

RESULTS

The developed IC method offers a straightforward, robust, and fast analysis of anionic additives and residuals related to

explosives. **Figure 2** displays the chromatogram of a 1 mg/L standard solution. The method covers the specifications shown in **Table 1**.

Table 1. Method specifications

Parameter	Specification
LOQ	1mg/L for each anion, RSD 25%
Calibration	Anions = 1–100 mg/L Perchlorate = 1–50 mg/L
Resolution	2 for each separation
Blank	<0.1 mg/L
Run time	32 min

CONCLUSION

A flow gradient accelerates late-eluting components, which shortens analysis time to 32 minutes and improves peak shapes. The added methanol in the sample matrix did not interfere with the analysis in any way. For all components, the limit of quantification was below 1 mg/L and the resolution was above 2 for the full calibration range.

Using the Metrosep A Supp 4 column at ambient temperature enables the analysis with a

compact IC system. For a comprehensive explosive characterization including the above specified anions as well as for cations, a two channel professional system provides a profitable solution.

Advanced studies of explosive residues are performed with IC-MS (ion chromatography coupled to mass spectrometry) to additionally confirm the analyte's identification with a mass detector [2].

REFERENCES

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

CONFIGURATION

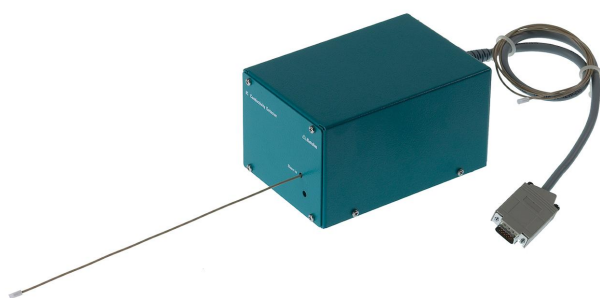


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

930 コンパクト IC Flex Oven/SeS/Deg はカラムオーブン、連続サフレーション、内蔵式脱気装置を備えたインテリシエントコンパクトIC装置です。サフレッサーの再生には800 トシーノ電動ヒュレットを使用することかてきます。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かてきます。

典型的な使用領域:

- 連続サフレー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

インテリシエントIC装置のためのコンパクトかつインテリシエ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。分離フェースは、4級アンモニウム基を持ち、かつ直径が9 μm であるホリヒ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、ヒ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 - ホンプは、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チャンネルのヘリスタリックホンプまたは800 トシーノ電動ヒ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)



MagIC Net 4.0 Professional: 1

すべてのインテリジェントなProfessional ICシステム、コンパクトなIC装置とそれらの周辺機器、すべての検出器と様々なオートサンフラー、800 Dosino、771 Compact InterfaceなどのコントロールのためのプロフェッショナルなPCプログラム。このソフトウェアにより、イオンクロマトグラフィー分析のチェック、データ記録、評価・モニタリングとレポートの作成が可能となります。

ルーチンオペレーションのためのグラフィック ユーザーインターフェース、広範なデータヘース プログラム、メソッド開発、コンフィグレーションならびに手動のシステム制御; 非常にフレキシブルなユーザー管理、高性能なデータヘース オペレーション、広範なデータエクスポート機能、独自設定可能なレポート作成機能、全システム コンホーネットおよびクロマトグラフィー結果のコントロールおよびモニタリング。

MagIC Net ProfessionalはFDA規定21 CFR Part 11およびGLPに完全に準拠しています。

MagIC Net は16のタイアロク言語で使用可能です: ドイツ語、英語、中国語 (繁体、簡体)、フランス語、イタリア語、スペイン語、ホルトカル語、フルカリア語、チェコ語、ハンカリー語、日本語、韓国語、ロシア語、スロハキア語、ホーランド語

1ライセンス

インストールファイルと文書は 1 つの USB スティックに保存され、納品されます。