



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。

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シエントハーシャルーフ注入テクニック(MiPT)は、試料負荷に応じて正確な可変量を注入し、自動キャリフ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クラシエントを使用して、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.

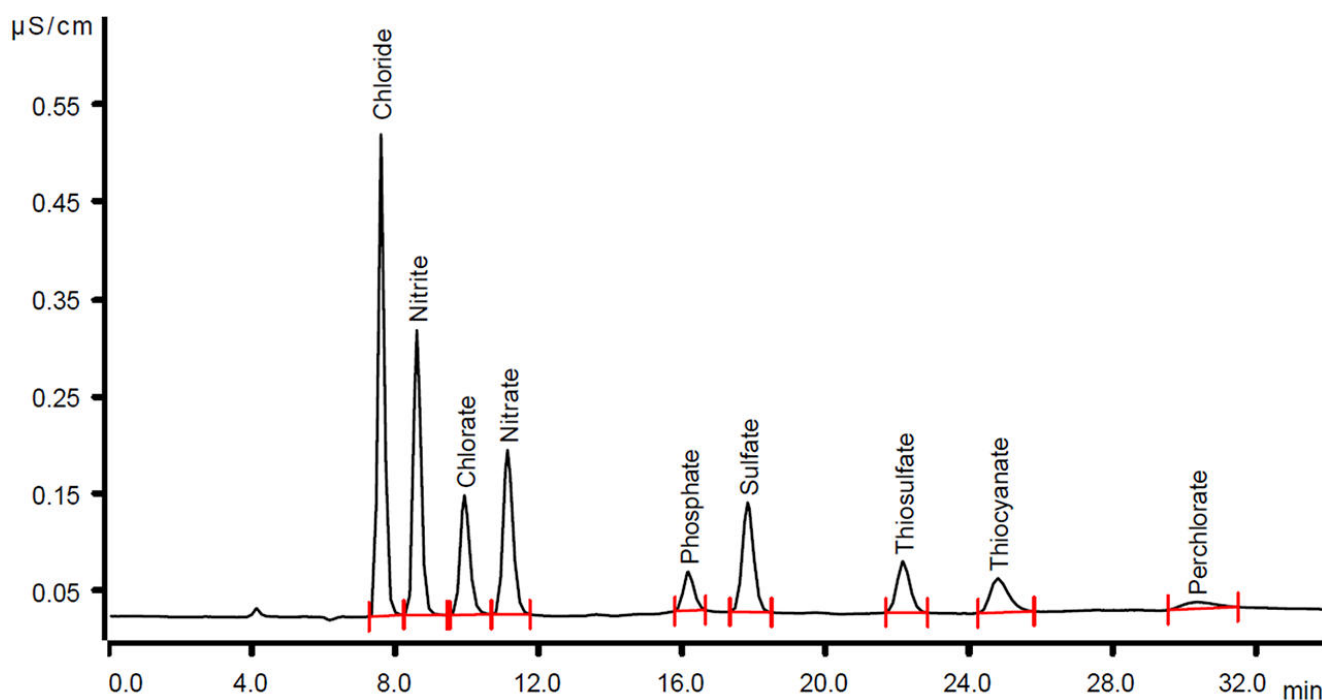


図2. 無機アニオン (1 mg/L) のサプレッサ付き伝導度検出器。Metrosep A Supp 4 - 250/4.0カラムで分離 (溶離液: 1.8 mmol/L 炭酸ナトリウム、1.7 mmol/L 炭酸水素ナトリウム、流量グラジエント: 0.7–1.5 mL/min、カラム温度: 30°C、試料量: 10 μL)。

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
フランク	<0.1 mg/L
分析時間	32 分

結論

流量クラシエントは、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

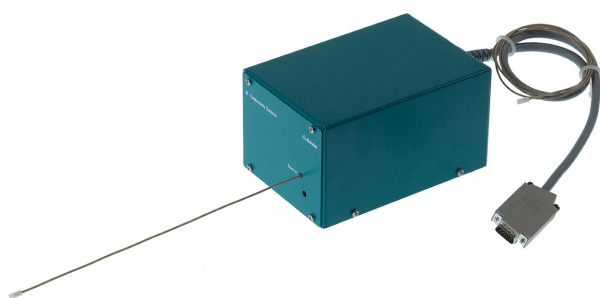


930 Compact IC Flex Oven/SeS/Deg

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。稼働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、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フロセッサ - 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)