

Application News

No.L552K

Ion Chromatography

ICDS™-40A 서프레서(Suppressor)를 이용한 수돗물 분석 Analysis of Tap Water Using ICDS™-40A Suppressor Unit

이온크로마토그래프는 용액에서 이온함량의 고감도 측정을 위한 기
계입니다. 이러한 특징 때문에 환경, 화학, 제약, 식품 등 많은 분야
에서 사용되고 있습니다. 수돗물 수질분석 분야에서 여러 식수 측정
에 이온크로마토그래프의 활용은, 일본의 경우 후생노동성(MHLW,
Minister of Health, Labour and Welfare)에 명시되어 있습니다.(2003
년 고시 제 261호).

본 기사에서는 위의 고시를 근거로, 시마즈 ICDS-40A 서프레서를
이용한 음이온 분석의 예를 소개합니다.

M. Oshiro

■ ICDS-40A 서프레서(Suppressor unit)

이온 크로마토그래피에서 서프레서는 컬럼의 용출액에서 나트륨 이
온을 제거하는 장치입니다. 서프레서를 사용하면 음이온 분석에서
백그라운드 노이즈를 줄이고 분석 물질의 신호 강도를 높일 수 있
습니다.

시마즈 ICDS-40A 서프레서는 서프레서의 이온교환막이 컬럼의 나트
륨 이온을 제거하는 전기투석형 서프레서(Electrodialysis type
suppressor) (Fig. 1)로, 막을 재생하는데 필요한 수소이온은 용출액이
검출기를 통과 한 후 전기 분해 함으로써 형성됩니다. [Fig. 2]는 흐
름도입니다.

기존 카트리지형 서프레서의 경우 카트리지 교환에 대기 시간이 필
요합니다. 시마즈 ICDS-40A는 억제 동작과 재생 동작이 동시에 진
행되어 총 분석 시간이 단축되기 때문에 이 대기 시간을 설정할 필
요가 없습니다.



Fig. 1 ICDS™-40A 서프레서 유닛

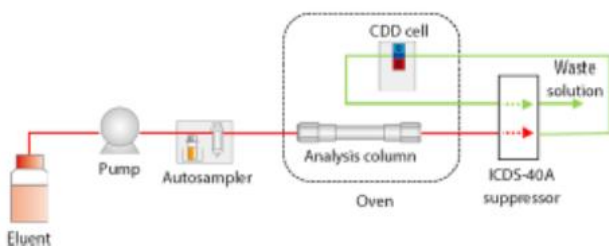


Fig. 2 흐름도(Flow Diagram)

■ 표준용액의 분석

Fig. 3은 수질 표준 항목에 포함된 5개 음이온(F, Cl, NO₂, ClO₃, NO₃)
의 표준용액 50μℓ를 주입하여 얻은 크로마토그램입니다.

Table 1은 분석조건 입니다.

Table 1 분석 조건

Column	: Shim-pack™IC-SA4 (150mmL X 4.6mmI.D.)
Mobile phase	: 1.7mmol/L Sodium Carbonate 5.0 mmol/L Sodium Hydrogen Carbonate
Flow rate	: 0.8 mL/min
Column temp.	: 50°C
Injection volume	: 50μℓ
Detection	: Electro conductivity detector UV-VIS detector at 210nm

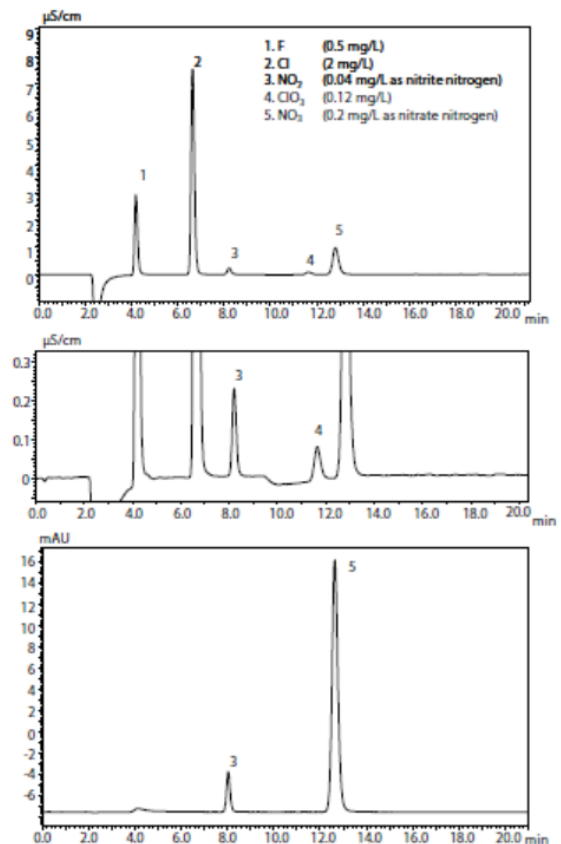


Fig. 3 음이온 표준용액 분석결과

위 : 전기전도도 검출기(CDD detector),
중간 : 전기전도도 검출기(CDD detector, Enlargement),
아래 : 자외선-가시광선 검출기(UV-VIS detector)

■ 아질산염 질소(Nitrite Nitrogen)

어플리케이션뉴스 No.L493 에 소개된 바와 같이 아질산염 질소의 0.004mg/L 의 표준값 측정과 0.004 mg/L 의 검정곡선 최저점 측정이 지정되어 있습니다. 전기전도도 검출시 질산염 전에 검출되는 염화물(Chloride)의 영향을 피하기 위해 UV-VIS 검출기를 사용하는 것이 좋습니다.

새로운 타입의 서프레서를 사용한 아질산염 질소 0.004mg/L 의 분석결과는 다음과 같습니다. Fig. 4 는 이 농도 수준에 대한 크로마토그램을, Fig. 5 는 UV-VIS 검출기를 사용하여 0.004~0.040mg/L 사이의 농도 범위에 대한 검정곡선을 보여줍니다.

결정계수(r^2 , coefficient of determination)는 0.999 이상으로 만족스러웠습니다. Table 2 는 아질산염 질소의 0.004mg/L 에 대한 6 개 연속 반복 분석에서 머무름시간(RT, retention time)과 면적의 상대표준편차(RSD%)를 나타내고, Table 3 은 Fig. 5 에서 얻은 검정곡선을 사용하여 표준용액을 사용했을 때 상대오차(relative error)값을 나타냅니다.

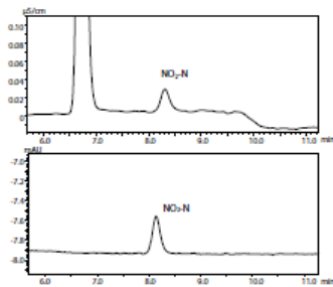


Fig. 4 0.004 mg/L 아질산염 질소의 분석결과

위 : 전기전도도 검출기(Conductivity detector)
아래 : 자외선-가시광선 검출기(UV-VIS detector)

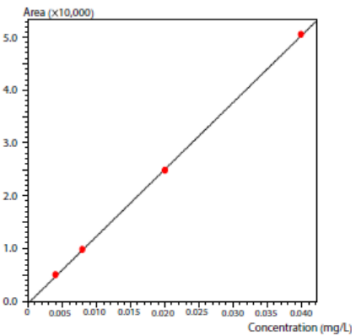


Fig. 5 검정곡선

Table 2 0.004 mg/L 아질산염 질소의 반복성(Repeatability)

Detector	Retention time(%RSD)	Area(%RSD)
CDD	0.12	3.07
UV-VIS	0.11	1.10

Table 3 아질산염 질산의 상대오차(Relative error)

Prepared Concentration (mg/L)	Relative error(%)
0.004	3.87
0.010	-0.42
0.020	-1.13
0.040	0.26

■ 수돗물 분석

Fig. 6 은 수돗물 분석 결과입니다.

수돗물에 아질산염 질소를 첨가하여 0.004 mg/L 의 농도를 만들어 분석용 샘플을 준비하였습니다. MHLW 규정에 따라, 수돗물 1L 당 1mL 의 에틸렌다이아민(Ethylenediamine, 50mg/mL)을 추가하였습니다. 모든 성분은 표준값보다 낮았습니다.

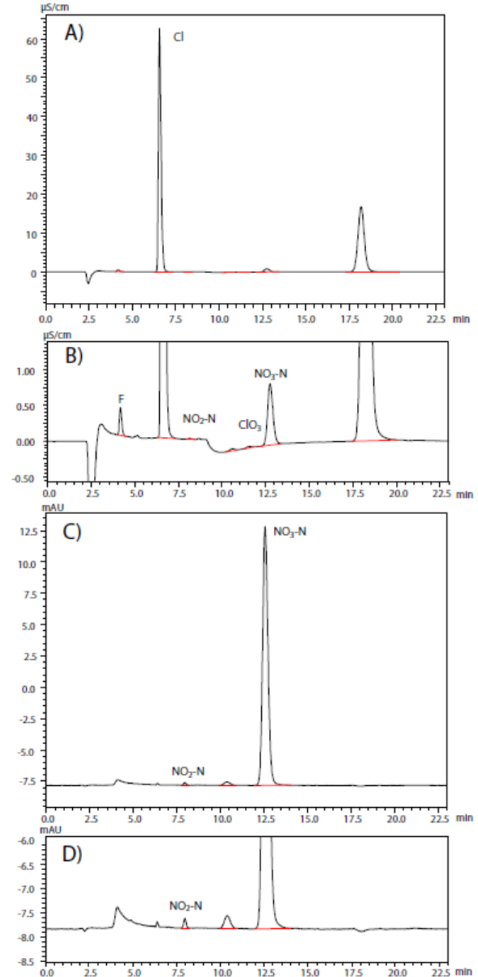


Fig. 6 수돗물 분석결과

A:전기전도도 검출기, B:전기전도도 검출기(Enlargement),
C:자외-가시광선 검출기, D:자외-가시광선 검출기(Enlargement)

■ 결론

일본 후생노동성(MHLW) 관련법에 근거로, 시마즈 ICDS-40A 서프레서와 Shim-pack IC-SA4 를 이용하여 수돗물 내 음이온을 분석하였습니다. 이 관련규정에 따르면 아질산염 질소를 저농도(0.004mg/L)에서 측정하도록 하였지만 ICDS-40A 서프레서를 사용하여 정밀도가 높은 분석이 가능했습니다.