附属書 D1
(参考)

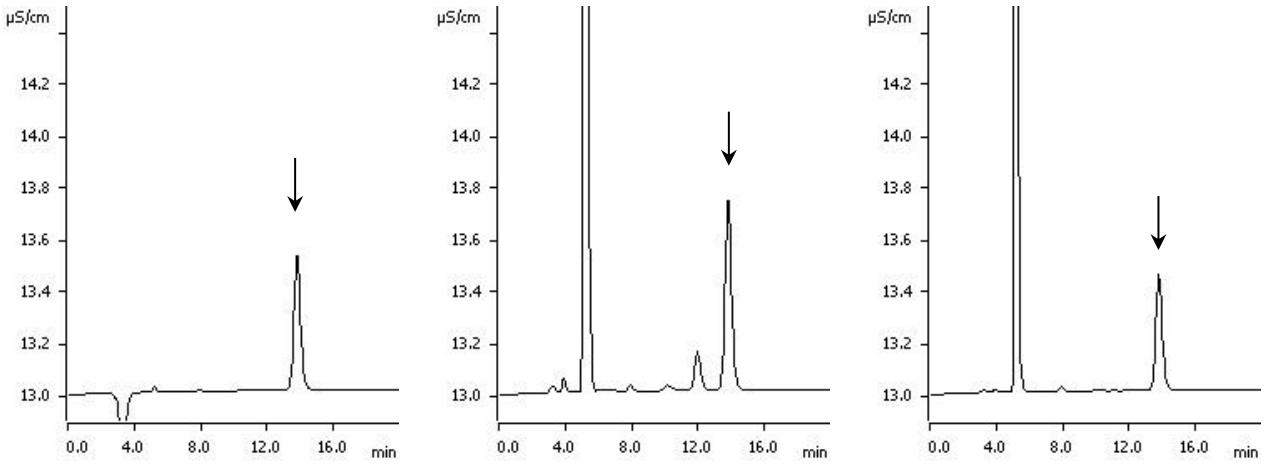
可溶性硫黄の試験法(4.12.2.a イオンクロマトグラフ法)に用いる IC カラムの例

この附属書は、可溶性硫黄の試験法(4.12.2.a イオンクロマトグラフ法 S-S.a-2)に用いるイオン交換カラム及び測定条件を表 1 で示したものである。

表 1 に記載した測定条件で作成した標準液、化成肥料の試料溶液及び石こうの試料溶液の IC クロマトグラムの一例を図 1～図 4 に示した。なお、各図には硫酸イオン(SO_4^{2-})のピークに矢印(↓)を付した。

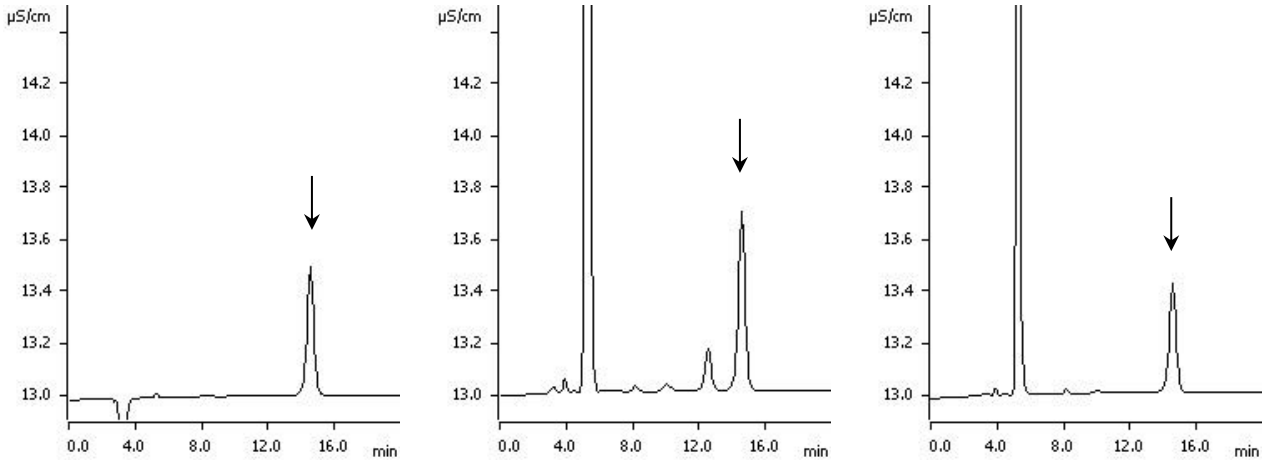
表1 可溶性硫黄のイオンクロマトグラフ法におけるイオン交換カラム及び測定条件例

イオン交換カラム			測定条件				備考
官能基	ICカラム名	内径×長さ 粒子径	溶離液及び溶離条件	流量	試料 注入量	カラム 温度	
第4級アンモニウム基	Shodex IC SI-90 4E	4.0 mm×250 mm, 9 μm	1.8 mM 炭酸ナトリウム-1.7 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.0 mL/min	20 μL	25℃	A
第4級アンモニウム基	Metrosep A Supp 4-250/4.0	4.0 mm×250 mm, 9 μm	1.8 mM 炭酸ナトリウム-1.7 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.0 mL/min	20 μL	室温	–
						25℃	B
第4級アンモニウム基	Shim-pack IC-SA2	4.0 mm×250 mm, 9 μm	1.8 mM 炭酸ナトリウム-1.7 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.0 mL/min	20 μL	25℃	C
第4級アンモニウム基	PCI-205	4.0 mm×250 mm, 9 μm	1.8 mM 炭酸ナトリウム-1.7 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.0 mL/min	20 μL	37℃	–
第4級アンモニウム基	TSKgel SuperIC-Anion HS	4.6 mm×100 mm, 3.5 μm	0.8 mM 炭酸ナトリウム-7.5 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.5 mL/min	30 μL	40℃	–
			1.1 mM 炭酸ナトリウム-7.5 mM 炭酸水素ナトリウム溶液				–
第4級アンモニウム基	TSKgel SuperIC-AZ	4.6 mm×150 mm, 4 μm	1.7 mM 炭酸ナトリウム-6.3 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	0.8 mL/min	20 μL	40℃	D
第4級アルキル/アルカノールアミン類	IonPac AS12A	4.0 mm×200 mm, 9 μm	2.7 mM 炭酸ナトリウム-0.3 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.2 mL/min	20 μL	32℃	–
第4級アルカノールアミン類	IonPac AS22	4.0 mm×250 mm, 6 μm	4.5 mM 炭酸ナトリウム-1.4 mM 炭酸水素ナトリウム溶液	1.0 mL/min	50 μL	35℃	–
				1.2 mL/min	25 μL		–
第4級アルカノールアミン類	IonPac AS19	4.0 mm ×250 mm, 7.5 μm	10 mM 水酸化カリウム溶液	1.0 mL/min	20 μL	30℃	–
第4級アルカノールアミン類	IonPac AS20	4.0 mm ×250 mm, 7.5 μm	5.0 mM-47.0 mM 水酸化カリウム溶液のグラジエント溶出 5.0 mM (-7.0 min) → 5.0 mM (0.0 min) → 5.0 mM (6.0 min) → 47.0 mM (25.0 min) → 47.0 mM (30.0 min)	1.5 mL/min	25 μL	35℃	–
第4級アルカノールアミン類	IonPac AS11-HC	4.0 mm×250 mm, 9 μm	1.0 mM-70 mM 水酸化カリウム溶液のグラジエント溶出 70.0 mM (-10.5 min) → 70.0 mM (-10.1 min) → 15 mM (-10.0 min) → 15 mM (0.0 min) → 22 mM (10.0 min) → 22 mM (14.0 min) → 42 mM (17.5 min) → 70 mM (20.0 min) → 70 mM (25.0 min) → 1 mM (25.1 min)	1.2 mL/min	25 μL	40℃	–
			15 mM-50 mM 水酸化カリウム溶液のグラジエント溶出 15 mM (0.0 min) → 15 mM (18.0 min) → 50 mM (18.0 min) → 50 mM (20.0 min)			35℃	–



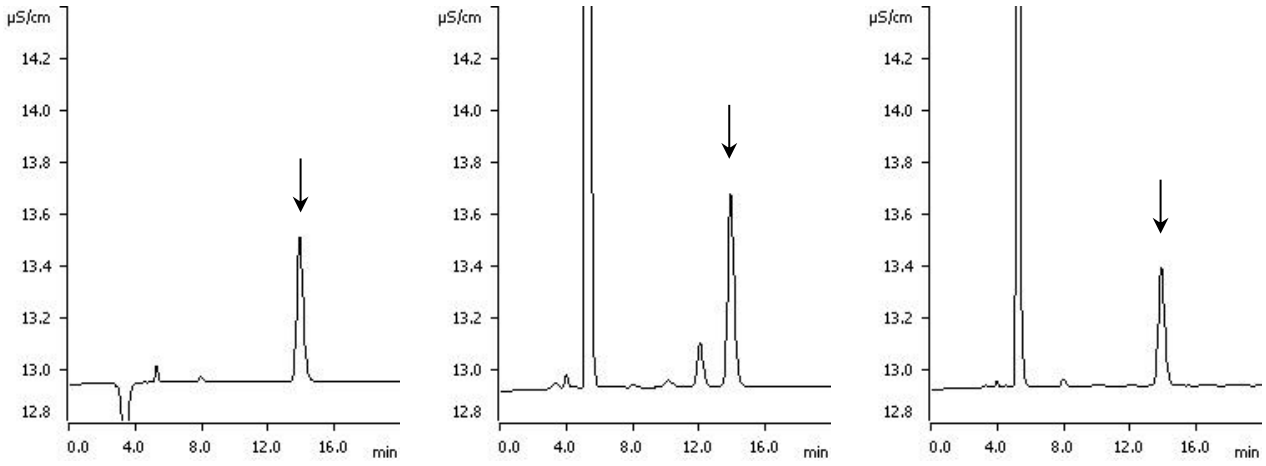
硫酸イオン標準液 （3 μg/mL）　　化成肥料　　石こう

図 1　硫酸イオンのクロマトグラム(その 1)
カラム及び測定条件:表 1 の備考 A の欄を参照



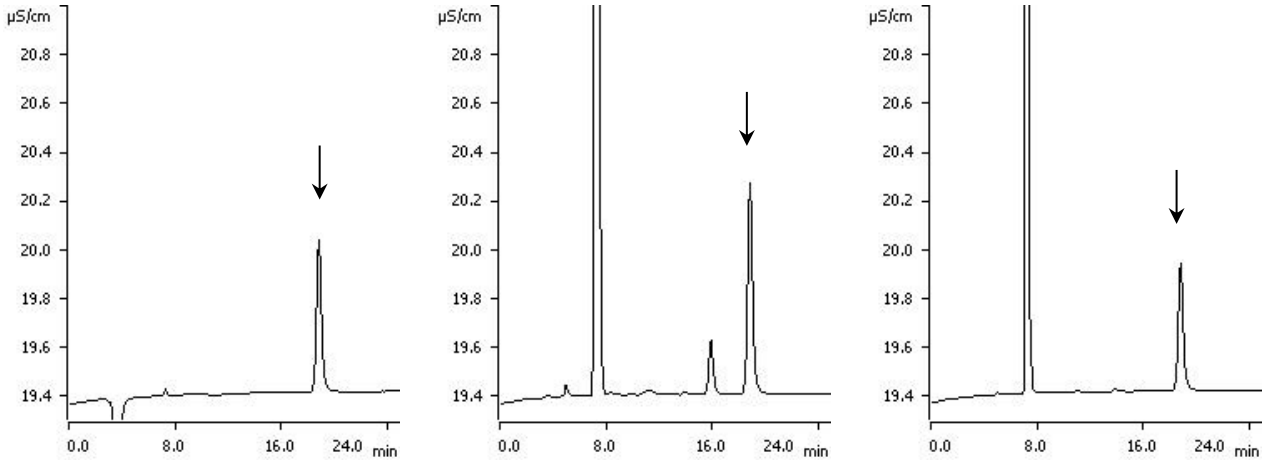
硫酸イオン標準液 （3 μg/mL）　　化成肥料　　石こう

図 2　硫酸イオンのクロマトグラム(その 2)
カラム及び測定条件:表 1 の備考 B の欄を参照



硫酸イオン標準液 (3 μg/mL)　　化成肥料　　石こう

図 3　硫酸イオンのクロマトグラム(その 3)
カラム及び測定条件:表 1 の備考 C の欄を参照



硫酸イオン標準液 (3 μg/mL)　　化成肥料　　石こう

図 4　硫酸イオンのクロマトグラム(その 4)
カラム及び測定条件:表 1 の備考 D の欄を参照