

ポストカラム誘導体化法による6価クロムの分析

Analysis of Hexavalent Chromium by Post-column Derivatization Method

クロムは、環境中で主に3価（Cr(III)）と6価（Cr(VI)）の状態が存在しており、その測定法としては原子吸光度法、ICP発光分光法、ICP質量分析法といった元素分析法やジフェニルカルバジドによる吸光光度法が広く用いられています。しかし、元素分析法ではクロムは総クロムとして定量されるため、Cr(VI)のみを定量する場合には、Cr(III)を除去するための煩雑な前処理が必要となります。また、ジフェニルカルバジドによる吸光光度法では、Cr(VI)とジフェニルカルバジドとの呈色反応を利用して

いるため選択的検出が可能です。一方、このジフェニルカルバジドとの反応を利用したポストカラム誘導体化HPLC法は、Cr(VI)をカラムで夾雑成分と分離後、誘導体化反応を行うため、妨害成分の影響が抑えられ選択性を向上させることが可能です。

ここではポストカラム誘導体化HPLC法によるCr(VI)の分析例をご紹介します。

ここではポストカラム誘導体化HPLC法によるCr(VI)の分析例をご紹介します。

A. Ieuji

■分析方法

Analytical Method

Fig.1に、本ポストカラム誘導体化法の流路図を示します。Cr(VI)は、塩基性移動相条件下、クロム酸イオンとして陰イオン交換クロマトグラフィーで分離後、反応液であるジフェニルカルバジド-硫酸溶液を添加してカラムオープン内40°Cで反応させます。反応生成物は、可視530nmで感度良く検出できます。

■標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.2は、Cr(VI)標準液（クロム酸カリウムを移動相により溶解して調製）を本法により分析した結果です。分析条件はTable 1に示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

<Separation>	
Column	: Shim-pack IC-SA2 (250mm L. × 4.0mm I.D.)
Mobile Phase	: 10mmol/L Na ₂ CO ₃ , 10mmol/L NaHCO ₃
Flow Rate	: 1.2mL/min.
Column Temp.	: 40°C
Injection Volume	: 100μL
<Post-column Reaction>	
Reagent	: 2mmol/L 1,5-Diphenylcarbazide, 0.5mol/L H ₂ SO ₄ , 10%(v/v)Methanol
Flow Rate	: 0.2mL/min. (LC-10Ai)
Reaction Temp.	: 40°C
Reaction Coil	: 10m L. × 0.5mm I.D. (PEEK)
Detector	: SPD-20AV at 530nm (Inert Cell)

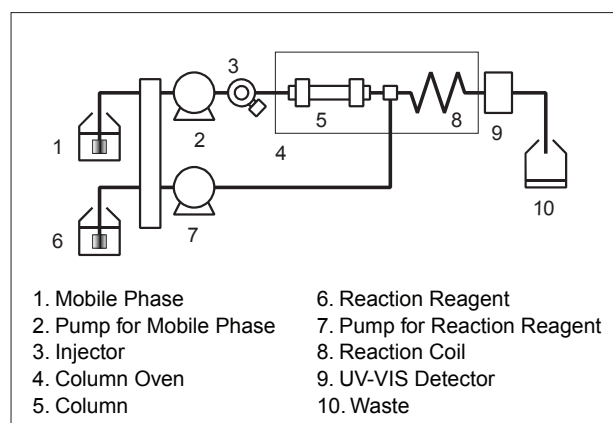


Fig.1 流路図
Flow Diagram

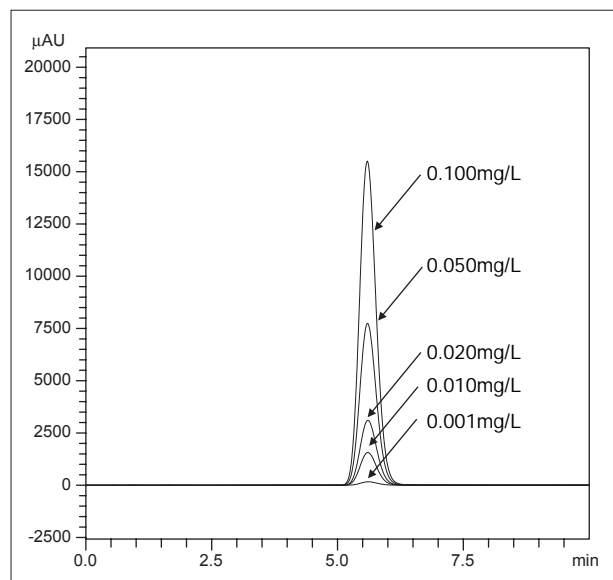


Fig.2 Cr(VI)標準液のクロマトグラム
Chromatograms of Standard Cr(VI)

■再現性

Repeatability

Table 2に、Cr(VI) 0.0002mg/L、100 μ L注入時のピーク面積値の再現性データを示します。このような低濃度でも再現性良く分析が可能です。

Table 2 面積再現性
Repeatability of Peak Area

	Peak Area
1st	734
2nd	751
3rd	792
4th	715
5th	719
6th	791
AVE	750.3
CV(%)	4.57

(0.0002mg/L, 100 μ L inj.)

■直線性

Linearity

Fig.3に、Cr(VI) 標準液0.001~0.100mg/Lにおける直線性を示します。

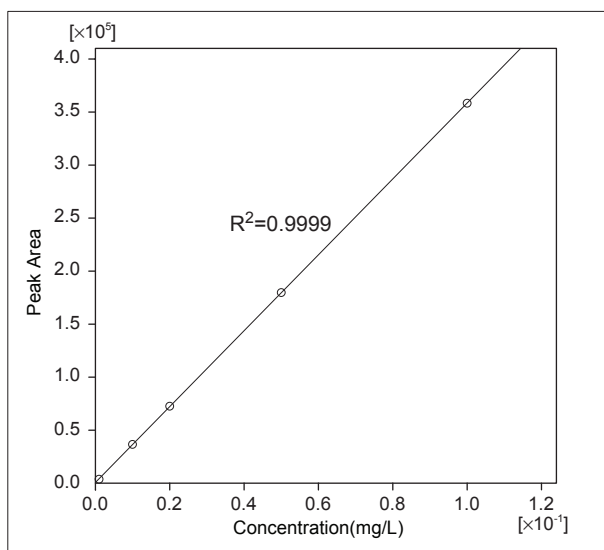


Fig.3 直線性 (0.001~0.100mg/L)
Linearity(0.001~0.100mg/L)

■めっき液、飲料水の分析

Analysis of Tap Water and Plating Liquid

Fig.4は、水道水を100 μ L注入した結果です。Cr(VI)の水道水質基準値は0.05mg/Lですが、その1/100以下の濃度が感度良く検出できています。また、この水道水にCr(VI)を0.001mg/L添加（クロム酸として添加）した試料の分析

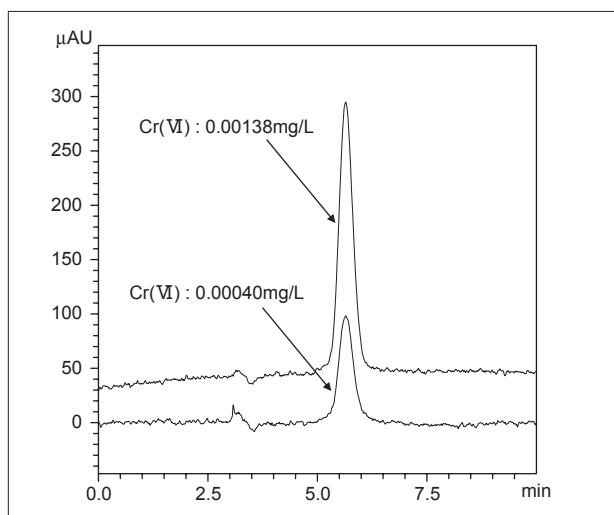


Fig.4 水道水のクロマトグラム
(上段:水道水にCr(VI)0.001mg/L添加,下段:水道水)
Chromatograms of Tap Water
(Upper :Tap water, Cr(VI)0.001mg/L spiked, Lower :Tap water)

結果から、良好な回収率が得られていることがわかります。

Fig.5は、めっき液の分析結果です。めっき液は移動相で1/100濃度に希釈後、100 μ Lを注入しています。微量なCr(VI)を検出できています。

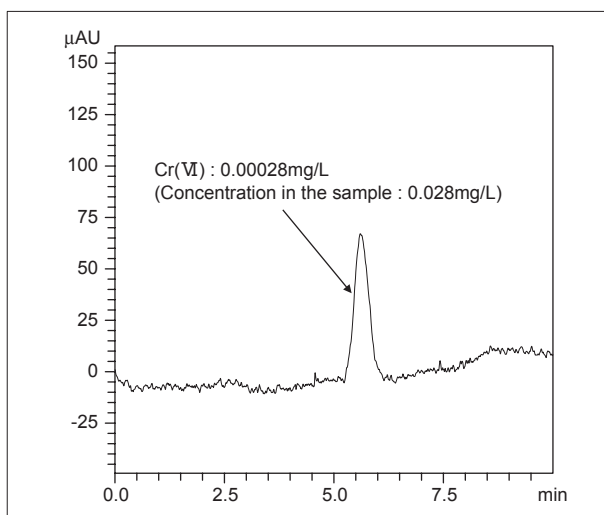


Fig.5 めっき液 (1/100希釈) のクロマトグラム
Chromatogram of Plating Liquid (1/100 Dilution)

[参考文献] U.S. EPA Method 218.6

B改訂発行：2017年7月
初版発行：2005年9月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎ (03) 3219-1691
●京都 ☎ (075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。