

Application News

Prominenceイナートシステム

EPA 218.6に準拠した溶存六価クロムの分析

悴田 朋佳、見城 千尋

ユーザーベネフィット

- ◆ EPA 218.6に準拠した六価クロムの測定が可能です。
- ◆ 試料中の溶存六価クロムを、カラム分離後にポストカラムで誘導体化して検出を行うため、夾雑成分の妨害を受けにくく、選択的に検出・定量できます。

■はじめに

EPA 218.6¹⁾には飲料水、地下水、および工業廃水中に溶解した六価クロムを測定するための分析法が記載されています。本稿では、Prominenceイナートシステムを用いた、六価クロム分析例をご紹介します。

本手法では、試料溶液中の六価クロムイオンを陰イオン交換カラムで分離後、ジフェニルカルボノヒドラジド/硫酸水溶液を用いてポストカラム誘導体化して、530 nmで吸光度検出します。流路図を図1に示します。

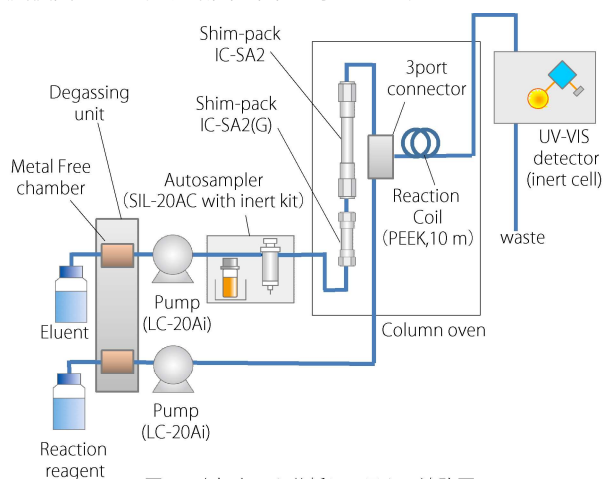


図1 六価クロム分析システムの流路図

■標準液の分析結果

クロム酸ナトリウム四水和物を用い、超純水で希釈調製した六価クロム標準液の分析結果を図2に、分析条件を表1に示します。酸性溶液中では六価クロムから三価クロムへの還元が発生する可能性があるため、EPA 218.6では最終希釈前に、硫酸アンモニウム-アンモニア水溶液で試料pHを9-9.5に調整することが記載されています。本稿では、EPA 218.6の手順に従い、試料の最終希釈前にpH調整を行いました。

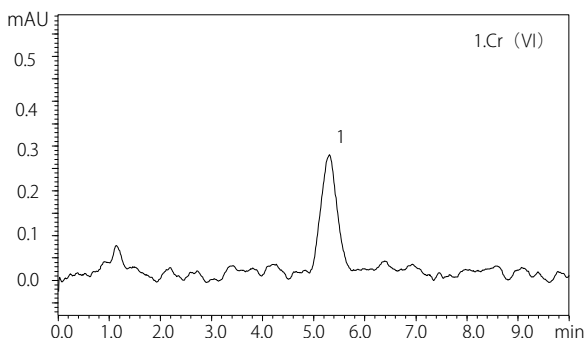


図2 六価クロム標準液 (1 µg/L) の分析結果

表1 分析条件

Column	Shim-pack IC-SA2 ^{*1} (250 mm × 4.0 mm I.D., 9 µm)
Guard Column	Shim-pack IC-SA2(G) ^{*2} (10 mm × 4.6 mm I.D., 9 µm)
Mobile phase	25 mmol/L Ammonium sulphate, 10 mmol/L Ammonium hydroxide
Mobile phase Flow rate	1.5 mL/min
Post Column Reagents	2 mmol/L Diphenylcarbohydrazide 10 % (v/v) Methanol 0.5 mmol/L Sulfuric acid
Post Column Reagents Flow rate	0.5 mL/min
Column temp.	40 °C
Injection volume	250 µL
Vial	Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene ^{*3}
Detection	UV-VIS (530 nm, inert cell)
Reaction Coil	10 m × 0.5 mm I.D., (PEEK)

*1 P/N : 228-38983-91 *2 P/N : 228-38983-92 *3 P/N : 228-31537-91

■直線性と再現性

EPA 218.6では、「1桁～2桁範囲内の最低5点での検量線を作成し、寄与率が0.999を超えること」が記載されています。また、検量線の下限濃度、中間濃度、上限濃度の3点で7回以上の連続分析を行い、再現性を確認することが記載されています。図3に5-50 µg/Lの5点で作成した検量線を、表2に3点の7回連続分析での再現性を示します。

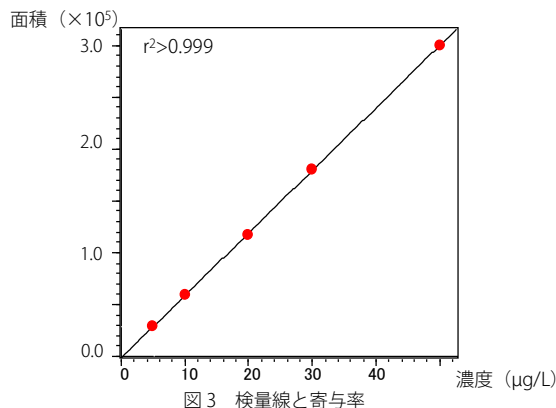


図3 検量線と寄与率

表2 検量線各点での再現性

標準液濃度	保持時間の 相対標準偏差 (%RSD)	面積値の 相対標準偏差 (%RSD)
5 µg/L	0.04	2.16
20 µg/L	0.02	0.56
50 µg/L	0.04	0.16

■ 検出下限値の算出

検出下限値 (MDL) は1 µg/L六価クロム標準液の、7回連続分析結果から算出しました。連続分析結果を図4に示します。また、算出した検出下限値および算出方法を表3に示します。

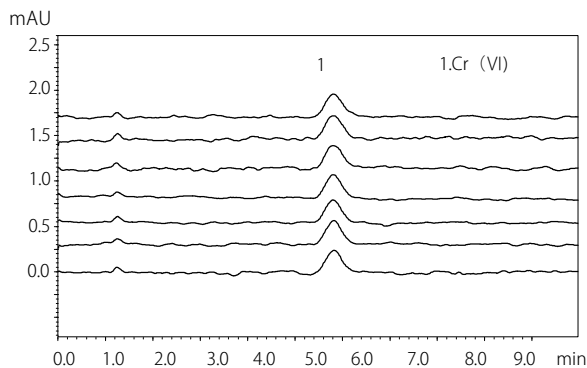


図4 1 µg/L標準液の7回連続分析結果

表3 1 µg/L標準液の7回連続分析結果から算出した検出下限値

MDL : 0.1 µg/L

$$MDL=(t) \times (s)$$

t=Student's t value for n-1 degrees of freedom at the 99% confidence level;
t = 3.143 for six degrees of freedom
s = standard deviation of the replicate analyses

■ 模擬廃水の分析例

EPA 218.6に記載の手順で模擬廃水と、模擬廃水に1 µg/L相当の六価クロム標準液を添加した試料を分析しました。分析結果を図5に示します。

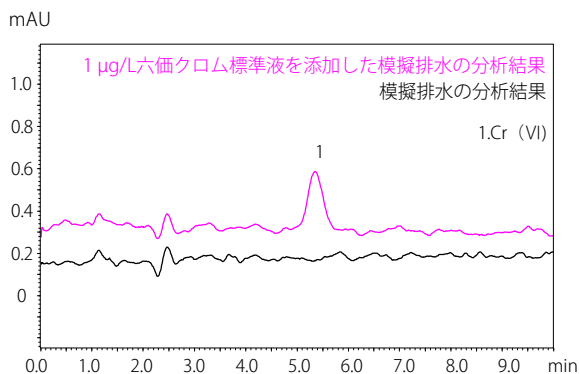


図5 模擬廃水と

1 µg/L六価クロム標準液を添加した模擬排水の分析結果

■ 添加回収率

図5に示す模擬廃水と添加試料の分析結果より得られた添加回収率を表4に示します。添加回収率の算出方法はEPA 218.6の記載に従いました。

表4 添加回収率

R : 106.7%

$$R = \frac{C_F - C}{F} \times 100$$

R = percent recovery

CF = fortified sample concentration

C = sample background concentration

F = concentration equivalent of Cr (VI) added to sample

■ まとめ

Prominenceイナートシステムによる、EPA 218.6に準拠した六価クロム分析についてご紹介いたしました。ポストカラム反応を用いることで選択的に六価クロムを分析できます。また、本分析手法は飲料水、河川水、廃水に適用可能です。

<参考文献>

1) Method 218.6: Determination of Dissolved Hexavalent Chromium in Drinking Water, Groundwater, and Industrial Wastewater Effluents by Ion Chromatography, Rev. 3.3

Shim-packは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所

初版発行：2022年 3月
01-00380A-JP A改訂版発行：2022年 8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

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。

最新版は、島津製作所>分析計測機器の以下のサイトより閲覧できます。
<https://www.an.shimadzu.co.jp/apl/index.htm>

会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録いただきますと、毎月の最新情報をメールでご案内します。
新規登録は、<https://solutions.shimadzu.co.jp/> よりお願いします。

© Shimadzu Corporation, 2022

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



関連分野

＞ 環境

＞ 食品・飲料

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ