

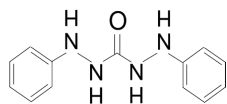
ユーザーベネフィット

- ◆ ミネラルウォーター類中の六価クロムの分析が可能です。
- ◆ 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

ミネラルウォーター（清涼飲料水）中の六価クロムの規格基準は生食発0629第4号にて0.02 mg/Lに定められています。本稿では、生食発0831第11号¹⁾に記載されているイオンクロマトグラフ-ポストカラム吸光度法に準拠したミネラルウォーター中の六価クロム分析法を紹介します。

本試験法では、試料溶液中の六価クロム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、六価クロムとジフェニルカルボノヒドラジドの錯体を530 nmで吸光度検出します。使用する誘導体化試薬の構造を図1、流路図を図2に示します。



diphenylcarbazide

図1 誘導体化試薬の構造

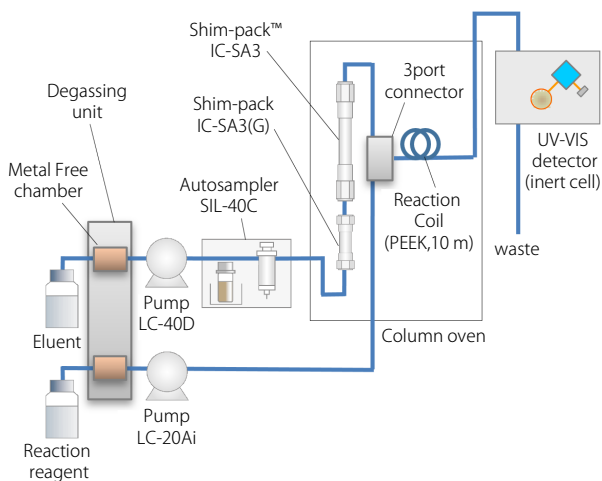


図2 六価クロム分析システムの流路図

■標準試料の分析結果と分析条件

図3に0.002 mg/Lの六価クロム標準液のクロマトグラム、表1に分析条件を示します。

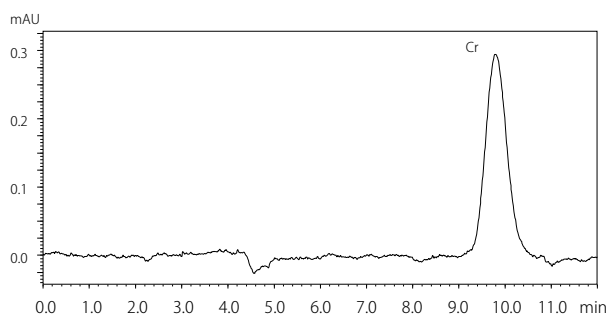


図3 0.002 mg/L 六価クロム標準液のクロマトグラム

表1 分析条件

Column	: Shim-pack IC-SA3 ^{*1} (250 mm×4.0 mm I.D., 5 μm)
Guard Column	: Shim-pack IC-SA3(G) ^{*2} (10 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile phase	: 20 mmol/L Sodium carbonate 20 mmol/L Sodium hydrogen carbonate
Mobile phase Flow rate	: 0.8 mL/min
Post Column Reagents	: 2 mmol/L Diphenylcarbohydrazide 10 %(v/v) Methanol 0.5 mmol/L Sulfuric acid
Post Column Reagents	: 0.2 mL/min
Flow rate	
Column temp.	: 45 °C
Injection volume	: 100 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 : 228-41600-91 *2 P/N : 228-41600-92 *3 P/N : 228-31537-91

■ 検量線

検量線は、生食発0629第4号²⁾に合わせて0.001-0.02 mg/Lの濃度範囲（生食発0629第4号で定められた検量線下限濃度は0.002 mg/L）で作成しています。検量線の寄与率は0.999以上と良好でした。作成した検量線を図4に示します。

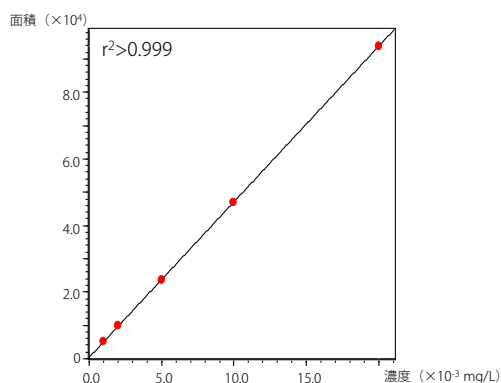


図4 検量線と寄与率

■ 再現性

0.001 mg/Lの六価クロム標準液を6回連続分析したクロマトグラムを図5に、この結果から得られた保持時間%RSDおよび面積%RSDを表2にまとめます。

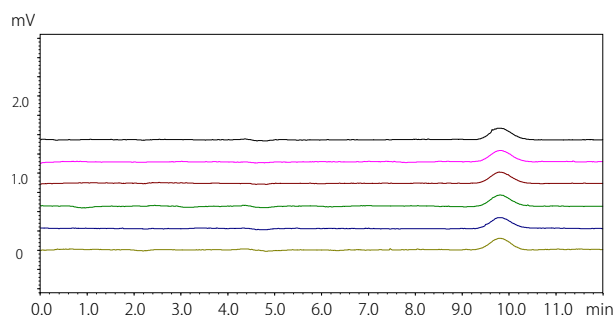


図5 0.001 mg/L六価クロム標準液の6回連続分析時のクロマトグラム

表2 0.001 mg/L六価クロム標準液の6回繰り返し分析における保持時間および面積の相対標準偏差 (%)

面積%RSD	保持時間%RSD
3.64	0.18

■ ミネラルウォーターの分析と添加回収率

図6にミネラルウォーターのクロマトグラムと、六価クロムイオンとして0.010 mg/Lになるように標準添加したミネラルウォーターのクロマトグラムを示します。これらの分析結果から添加回収率を算出したところ、98.7%と良好でした。

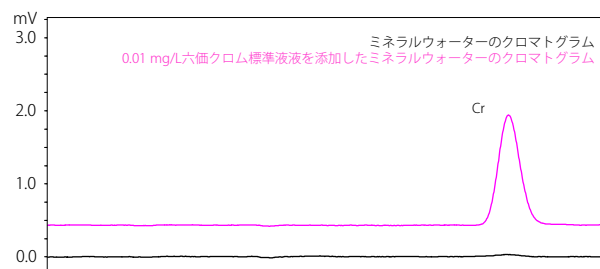


図6 ミネラルウォーター中六価クロムのクロマトグラム

■ まとめ

本システムではミネラルウォーター中の六価クロムをポストカラム反応を用いることにより、選択性よく、かつ高感度に分析可能です。

<参考文献>

- 1) 令和3年8月31日付生食発0831第11号「ミネラルウォーター等の規格基準の一部改正に係る試験法について」の一部改正について
- 2) 令和3年6月29日付生食発0629第4号「食品、添加物の規格基準の一部を改正する件について」

<関連アプリケーション>

1. EPA 218.6に準拠した溶存六価クロムの分析、Application News 01-00380A-JP

NexeraおよびShim-packは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。