

# Application News

Nexera™ lite inert

## EPA Method 218.7に準拠した飲料水中の六価クロムの分析

姜 雨晶、安藤 恵美子、田邊 彩乃

### ユーザーベネフィット

- ◆ EPA Method 218.7に準拠する六価クロム分析は、Nexera lite inert システムを用いて約6分で分析可能です。
- ◆ 低濃度の六価クロム分析を再現性良く分析可能です。
- ◆ カラム分離後に誘導体化して検出するため、夾雑成分の妨害を受けにくく、選択的に六価クロムの検出・定量が可能です。

### ■はじめに

クロムは製鋼やメッキ業界などに広く使用されている天然金属であり、主に安定な三価クロムや六価クロムとして存在しています。しかし、六価クロムは発がん性が懸念される有毒な物質であることから、米国環境保護庁(EPA)において飲料水および特定の廃水中の六価クロムの規格基準が定められています。これに基づき2011年7月に、カリフォルニア州環境保護庁有害物質管理局 (OEHHA) は飲料水中の六価クロムの健康目標 (PHG) <sup>1)</sup>を0.02 µg/L へと引き下げました。そのため、EPA Method 218.7 <sup>2)</sup>に従った分析が求められます。

EPA Method 218.7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、ジフェニルカルバジド/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バジドの錯体を530 nmで吸光度検出します。EPA Method 218.6と比べて、試料注入量を増やし、より低い検出限界に対応しています。

本アプリケーションでは、Nexera lite inertによるEPA Method 218.7に準拠した飲料水中の六価クロムの分析例をご紹介します。

### ■分析条件

EPA Method 218.7に準拠した六価クロム分析システムの流路図を図1に、分析条件を表1に示します。EPA Method 218.7では、六価クロムの三価クロムへの還元を防止するため、pH調整液を試料へ添加することが記載されています。本アプリケーションでは、すべての試料についてpH 8以上となるように調整しました。

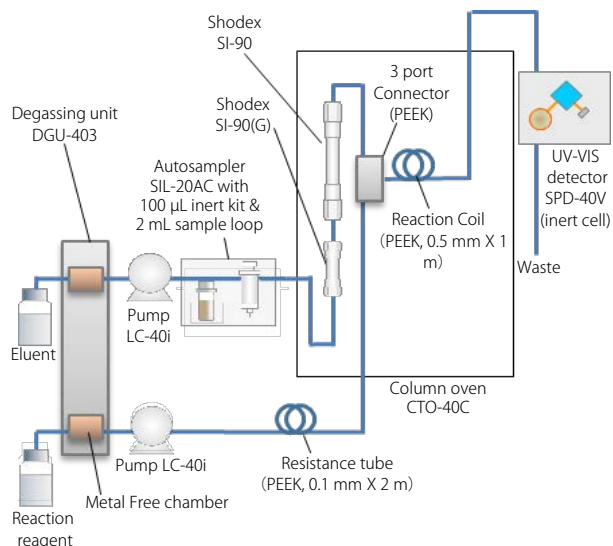


図1 六価クロム分析システムの流路図

表1 分析条件

System	: Nexera lite inert
Column	: Shodex SI-90 (250 mm × 4.0 mm I.D., 9 µm)
Guard Column	: Shodex SI-90(G) (10 mm × 4.6 mm I.D., 9 µm)
Mobile phase	: 50 mmol/L Ammonium sulfate 20 mmol/L Ammonium hydroxide
Mobile phase Flow rate	: 0.8 mL/min
Post Column Reagents	: 2 mmol/L 1,5-diphenylcarbazide 10% Methanol 1 N Sulfuric acid
Post Column Reagents Flow rate	: 0.3 mL/min
Column temp.	: 45 °C
Injection volume	: 1000 µL
Vial	: Shimadzu Vial, LC, 4 mL, Polypropylene*1
Detection	: UV-VIS (530 nm, inert cell)
Reaction Coil	: 1 m × 0.5 mm I.D., (PEEK)

\*1 P/N : 228-31537-91

### ■検量線と再現性

EPA Method 218.7のQuality control (QC) では、ブランク試料の確認や、検量線の直線性、相対標準偏差や検量点濃度の真値に対する回収率の確認などが規定されています。検量線の濃度範囲を0.02~1 µg/Lとして6点検量線を作成したところ、寄与率( $r^2$ )が0.999以上と良好でした(図2)。

また、1 µg/L標準試料測定後のブランク試料におけるキャリアオーバーが、検量線の下限値を下回ることを確認しました(図3)。さらに、検量線の下限、中間、上限の3点の濃度において7回の連続分析を行い、相対標準偏差(%RSD)と検量点濃度の真値に対する回収率(%)を求めました(表2)。相対標準偏差と回収率はいずれもEPAのQC基準値以内となりました。

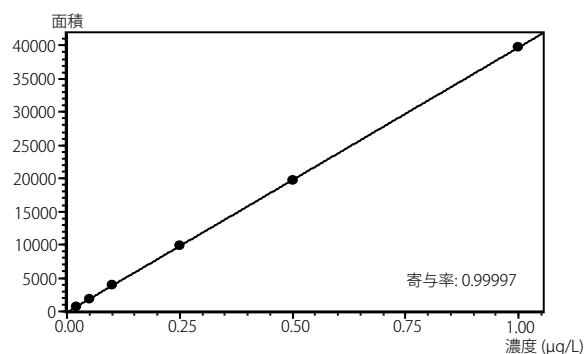


図2 検量線

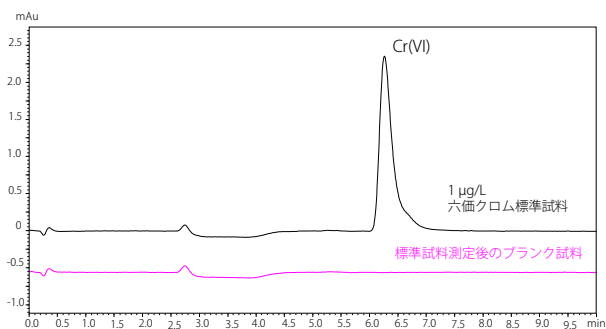


図3 1 µg/L 六価クロム標準試料および 1 µg/L標準試料測定後のブランク試料のクロマトグラム

表2 標準試料の面積値の相対標準偏差と回収率 (n=7)

標準試料濃度 (µg/L)	面積値の相対標準偏差 (%RSD)	真値に対する回収率 (%)
0.02	6.38	102.5
0.1	2.63	102.2
1	0.47	101.4

基準値：面積値の相対標準偏差 15%以内、回収率 100±15%以内

## ■ 検出限界と定量下限

0.02 µg/L六価クロム標準試料の7回の連続分析結果を図4に示します。検出限界 (MDL: Method Detection Limit) は表3の式に従い0.003 µg/Lと算出されました。また、連続分析から得られた標準偏差から、定量下限は0.009 µg/Lと算出されました。これは、カリフォルニア州で公表された0.02 µg/LのPHGを満たしています。

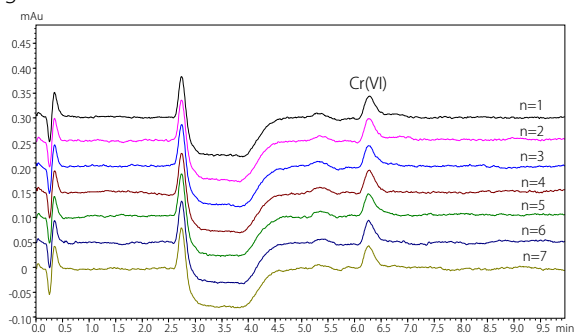


図4 0.02 µg/L六価クロム標準試料の7回連続分析結果

表3 検出下限の計算式と標準試料の7回連続分析結果から算出した検出下限値

**MDL : 0.003 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

## ■ 添加回収試験

EPA Method 218.7に記載の手順で添加回収試験を行いました。具体的には、市販飲料水3種類と水道水について、未添加、低濃度および高濃度標準試料を添加したものをそれぞれ7回繰り返し分析を行いました。未添加試料の分析結果を表4に、添加回収試験の結果を表5に示します。また、図5に分析結果の一例を示します。下記に示す基準値以内となりました。

Nexera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。

表4 未添加試料の定量結果と相対標準偏差 (n=7)

試料	飲料水 A	飲料水 C	飲料水 S	水道水
測定平均値 (µg/L)	<MDL	0.80	0.0095	0.021
相対標準偏差 (%RSD)		0.37	3.74	6.14

表5 添加試料の定量結果と回収率、相対標準偏差 (n=7)

試料	添加量 (µg/L)	測定平均値 (µg/L)	添加回収率*1 (%)	相対標準偏差 (%RSD)
飲料水 A	0.05	0.051	101.9	4.79
	0.2	0.20	101.5	0.95
飲料水 C	0.2	0.99	97.2	0.46
飲料水 S	0.05	0.058	97.5	3.89
	0.2	0.21	97.9	4.68
水道水	0.05	0.071	99.4	3.55
	0.2	0.22	101.7	0.85

基準値：相対標準偏差 15%以内、回収率 100±15%以内

\*1 添加回収率 (%) = (添加試料の測定平均値 - 未添加試料の測定平均値) / 添加量 × 100

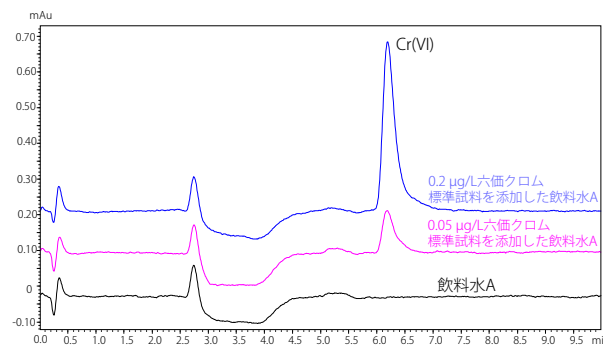


図5 飲料水Aと0.05 µg/Lおよび0.2 µg/L六価クロム標準試料を添加した飲料水Aのクロマトグラム

## ■ まとめ

Nexera lite inert システムを用いた、EPA Method 218.7に準拠した飲料水中の六価クロム分析について紹介しました。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、再現性および添加回収試験において良好な結果が得られました。さらに、今回の分析の定量下限は0.009 µg/Lとなり、カリフォルニア州で公表された 0.02 µg/LのPHGを満たしています。

### <参考文献>

- 1) EPA Method 218.7: Determination of Hexavalent Chromium in Drinking Water by Ion Chromatography with Post-Column Derivatization and UV-Visible Spectroscopic Detection, Version 1.0
- 2) Hexavalent Chromium [https://www.waterboards.ca.gov/drinking\\_water/certif/drinkingwater/Chromium6.html](https://www.waterboards.ca.gov/drinking_water/certif/drinkingwater/Chromium6.html) (2024年2月8日参照)

### <関連アプリケーション>

1. EPA218.6に準拠した溶存六価クロムの分析- [Application News 01-00380A](#)

▶ 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。



▶ Nexera lite inert

## 関連分野

▶ 環境

▶ 水

▶ 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