

イオンクロマトグラフによる六価クロムの定量の可能性について

○坂井田稔

1 はじめに

六価クロム（以下 Cr(VI)）の定量法は、ジフェニルカルバジド吸光光度法が一般に用いられるが、三価クロム（以下 Cr(III)）や鉛などの妨害物質が存在する場合、鉄共沈法により Cr(VI)を沈殿分離して測定しなければいけない。この前処理は多種の薬品を用いると共に、操作が煩雑である。一方、Cr(VI)は、イオンクロマトグラフ法（IC法）で測定すると、クロム酸として陰イオン交換分離されることから、電気伝導度検出による定量性について検討し、実際の地下水や工場排水を用いて、従来の吸光光度法と比較した結果を報告する。

2 実施方法

従来、Cr(VI)の分析に用いられていたジフェニルカルバジド吸光光度法にかえて、IC法を用いた方法が、米国より提案され、ISO16740 国際規格にもなっている。IC法では、Cr(VI)は、クロム酸として、アニオンとして検出される。一方、Cr(III)は、カチオンとして水溶液中に存在している。これを電気伝導度で検出した場合、4.5 μg/Lまで定量できるとされている*1。また、さらに、アニオンカラムで分離したCr(VI)をジフェニルカルバジド溶液と反応させることで、吸光光度法検出器で、0.02 μg/Lまで定量できるとある。

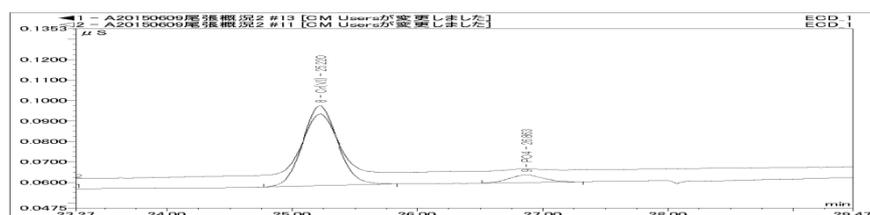
地下水では、夾雑物がほとんどないことから、希釈せずに試料をはかることで、報告下限値の10 μg/Lは、十分クリアーできるが、工場排水でも、夾雑物が少なければ、報告下限値の50 μg/Lは、十分クリアーできると考えられる。しかし、実際は、工場排水であれば、夾雑物によりカラムを汚し、劣化させるため、工場排水では、最初から10倍希釈したもので、検討を行った。また、ISO16740では、IC法にポストカラム発色法を組み合わせさせた方法（IC-PC法）だが、現行の機種ではポストカラム発色法が未対応のため、電気伝導率を測る方法で検討した。

3 結果及び考察

地下水は、夾雑物もなく、比色法、IC法、参考までにICP発光法のいずれの方法で測定した値は、よく一致した。それぞれの方法で測定した結果（表1）とIC（図1）のチャートを下記に載せる。

表1 各種測定法と地下水（A～D）それぞれのCr(VI)濃度（μg/L）

	定量下限	地下水 A	地下水 B	地下水 C	地下水 D
比色法	50	68	tr	tr	tr
IC法	4.5	66	1.0	8.1	2.0
ICP発光法	5	73	2.5	9.0	1.9



tr : 痕跡として検出

図1 地下水 A の測定チャート

一方、工場排水では、地下水に見られるような、比色の感度の1/10まで感度よく分析はできなかった。図2のように、ピークが見られないケース、図3のように、六価クロムのピークはとらえて

表2 各種測定法と工場排水 (A~F) それぞれのCr(VI)濃度 (μg/L)

	定量下限	工排 A	工排 B	工排 C	工排 D	工排 E	工排 F
比色法	50	10	10	60	62	20	53
IC 法	4.5	—	12	42	64	22	27
ICP 発光法	5	—	—	40	—	N.D.	27

—:検体不足のため未測定

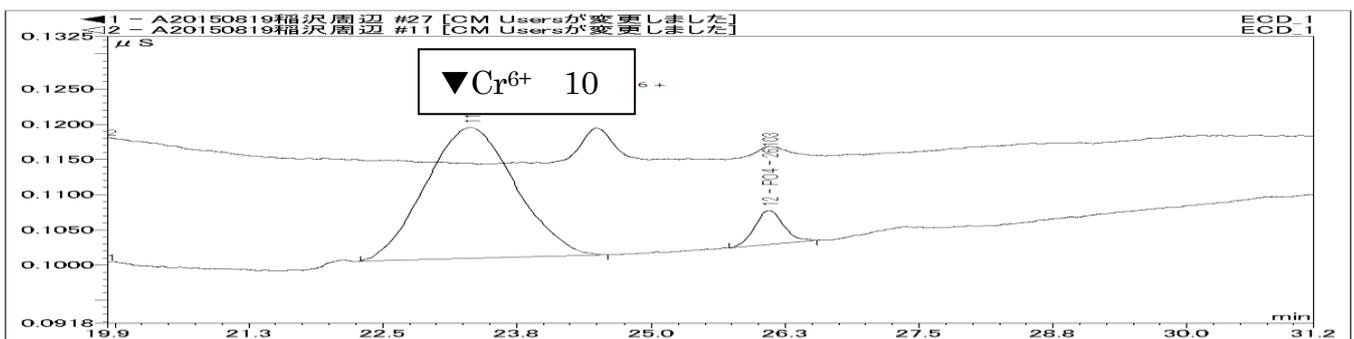


図2 工場排水 A の測定チャート

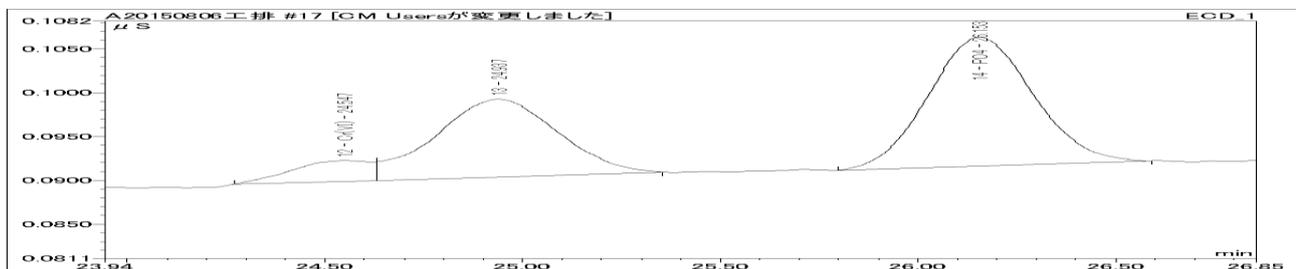


図3 工場排水 C の測定チャート

いるものの、ほかの夾雑物の中に埋もれかけているので、値のずれとなるケースがあった。こうした様々な物質が含まれる工場排水等については、IC法では、夾雑物のピークがCr(VI)のピークに重なってしまう場合があり、六価クロムの分析には適さない。

しかし、地下水など、比較的夾雑物のない検体であれば、IC法のアニオン分析条件（イオン項目として、一般的に地下水で見られるF,Cl,NO₂,Br,NO₃,SO₄,PO₄といった項目を分離する条件）で、精度よく、Cr(VI)を報告下限値の更に1/10まで測定できる。従って、JIS法ではないが、IC法により地下水等のFあるいは硝酸性窒素及び亜硝酸性窒素の分析とあわせて、Cr(VI)を定量することができ、複数分析による分析値の信頼性向上に寄与できるものと考えられる。

*1 サーモフィッシャー アプリケーション IC13016