

六価クロム化合物測定方法としての 高速液体クロマトグラフ-誘導結合 プラズマ質量分析法



Authors

中野かずみ

篠原 亘

渡邊俊太郎

アジレント・テクノロジー

株式会社

はじめに

六価クロムの分析方法として近年は、イオンクロマトグラフ - 誘導結合プラズマ質量分析法 (IC- ICP-MS)のような分析方法がより正確な結果をもたらすとして、六価クロムワーキンググループなどで取り上げられております。本アプリケーションノートは、イオンクロマトグラフ同様にイオン交換樹脂カラムと溶離液を高速液体クロマトグラフに使用した LC-ICP-MS での測定事例です。

弊社では既に LC-ICP-MS を使用したアプリケーションノートとして「LC (IC)-ICP-MS を用いた Cr (III)と Cr (VI)のスペシエーション分析 (5990-9366JAJP)」と「LC- ICP-MS を用いた、欧州安全性規格・玩具 EN71-3 分析に準拠するための玩具中の 3 価および 6 価クロムの分析 (5991-2878 JAJP)」が報告されております。

本アプリケーションノートでは、イオン交換カラムとして Agilent BioSAX を用いた 1260 Infinity II バイオナート LC と 7900 ICP-MS を接続して得られた結果が、有害大気汚染物質測定方法マニュアルの六価クロム化合物測定方法の基準の定量下限 0.1ppb を満たすことが確認されました。

Key words: HPLC、ICP-MS、総クロム、有害大気汚染物質測定方法、Bio SAX

試薬・試料

測定試料としては、ニクロム酸カリウムを純水にて濃度 0.1 ~ 10 ppb の間で調整し、Cr⁶⁺検量線の直線性を確認しました。合わせて、0.1 および 1.0 ppb の濃度にて再現性の確認を行いました。なお、試料バイアルや溶媒ボトルはポリプロピレン製のものを用了。

結果 1：有害大気汚染物質測定マニュアルのピーク検出時間に沿う条件

1260 Infinity II バイオイナート LC

保護カラム	BioSAX (4.6 x 50 mm, 5 μ m), PEEK 部品番号 5190-2468
分離カラム	BioSAX (4.6 x 250 mm, 5 μ m), PEEK 部品番号 5190-2467
移動相	0.05M 硫酸アンモニウム-0.02M アンモニア水, pH10.0
流速	1mL/min
分析時間	7分
カラム温度	40℃
注入量	100 μ L

7900 ICP-MS

RF出力	1550W
ネブライザガス	Ar, 0.85L/min
メイクアップガス	Ar, 0.30L/min
サンプリング深さ	10mm
試料導入	ネブライザー
測定質量数	Cr, m/z 52
コリジョンガス	He, 4.3mL/min

対象成分の分離ならびに検量線

ICP-MS用ソフトウェア MassHunter から、バイオイナート LC の設定並びにコントロール、解析が可能です。測定結果から作成した検量線の相関係数は 1.00 であり、良好な結果が得られました。

Cr⁶⁺ 5ppb



Cr⁶⁺ 0.1ppb

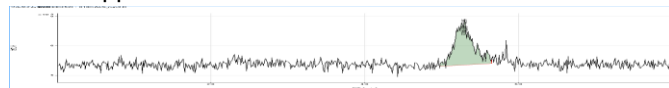


図1：5ppbならびに0.1ppbでのCr⁶⁺のクロマトグラム

再現性確認試験

標準品 0.1ppb と 1ppb での n=6 での再現性確認試験での %RSD はそれぞれ 6.7% と 1.5% であり、良好な結果が得られました。なお六価クロムワーキンググループでの ICP-MS の検出下限値は 0.2ppb と測定精度 CV10% 以下です。

結果 2：最適化した条件

1260 Infinity II バイオイナート LC

分離カラム	BioSAX (4.6 x 50 mm, 5 μ m), PEEK 部品番号 5190-2468 x 2本
移動相	0.02M 硫酸アンモニウム, pH9.0
流速	0.8mL/min
分析時間	5分
カラム温度	40℃
注入量	100 μ L

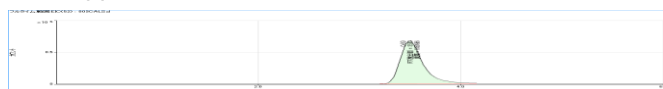
7900 ICP-MS

RF出力	1550W
ネブライザガス	Ar, 0.85L/min
メイクアップガス	Ar, 0.30L/min
サンプリング深さ	10mm
試料導入	ネブライザー
測定質量数	Cr, m/z 52
コリジョンガス	He, 3.5mL/min

再現性確認試験

標準品 0.1ppb での n=6 の再現性確認試験における %RSD は 4.3% であり、結果 1 と比較してより良好な結果が得られました。

Cr⁶⁺ 5ppb



Cr⁶⁺ 0.1ppb



図2：5ppbならびに0.1ppbでのCr⁶⁺のクロマトグラム

まとめ

1260 Infinity II バイオイナート LC は、イオンクロマトグラフと同様に金属イオンの溶出をすることなく、ICP-MS と接続した測定結果は良好でした。加えて検量線の直線性や再現性に関しても、目標範囲を満たしており、実測定にも使用可能であることが確認されました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2019
Printed in Japan, February 20, 2019
LC-201902WN-001