

新水質検査方法に準拠した イオンクロマトグラフ - ポストカラム法による 臭素酸の分析

Analysis of Bromate by Post-column Ion Chromatography

平成15年5月30日付けで水質基準に関する省令の改正が公布（厚生労働省令第101号；平成16年4月1日施行）され、平成15年7月22日付けで、その検査方法が告示（厚生労働省告示第261号）されました。

今回の改正により、新たに臭素酸イオンに水質基準値が設定されました。臭素酸は、上水処理でオゾン処理や次亜塩素酸処理を行う場合に生成する物質で、水質基準値は0.01mg/L、分析装置には、その1/10濃度である

0.001mg/L（1 μg/L）を、50～250 μLの注入量でCV10%以内となる精度が求められています。

臭素酸イオンの検査方法としては、イオンクロマトグラフ-ポストカラム法（IC-PC法）が指定されています。ここでは、新しい水質検査方法（以下、告示法）に準拠した島津臭素酸分析システムによる臭素酸イオンの分析例についてご紹介します。

A.Ieuji

平成19年11月14日一部改正

分析方法

Analytical Method

告示法では、臭素酸イオンを分離後、三臭素イオン法によるポストカラム誘導体化法を用い、紫外268nmで検出します。

本ポストカラム法では、2段階反応が行われ、第1段反応では、臭化カリウム/硫酸溶液により臭素酸を三臭素イオンに変換させ（Fig.1）、さらに第2段反応で、亜硝酸ナトリウム溶液を用い、低濃度領域における検量線の直線性を確保します。

Fig.2に、島津臭素酸分析システムの流路図を示します。

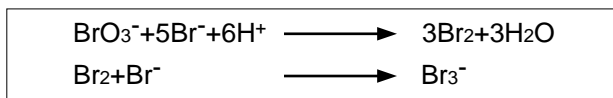


Fig.1 反応式
Reaction Formula

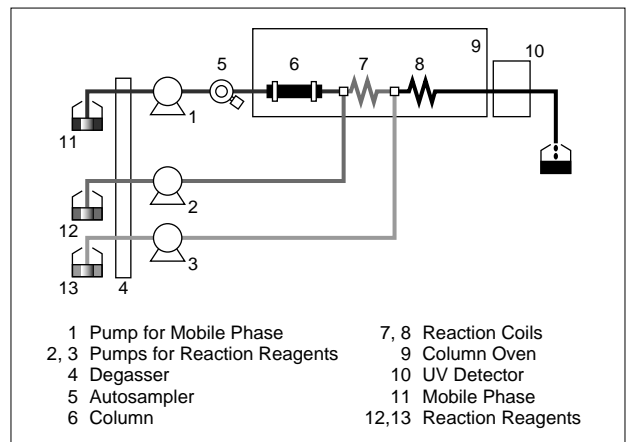


Fig.2 流路図
Flow Diagram

標準試料の分析

Analysis of Standard

Fig.3は、臭素酸イオン標準液（1 μg/L、5 μg/L、10 μg/L）を100 μL注入した結果です。Table1に分析条件を示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

<Separation>	
Column	: Shim-pack IC-SA2 (250mm L.×4.0mm I.D.)
Mobile Phase	: 12mM NaHCO ₃ +0.6mM Na ₂ CO ₃
Flow Rate	: 1.0mL/min.
Column Temp.	: 40°C
<Post-column Reaction>	
First Reaction	
Reagent	: 1.5M KBr+1.0M H ₂ SO ₄
Flow Rate	: 0.4mL/min.
Reaction Temp.	: 40°C
Second Reaction	
Reagent	: 1.2mM NaNO ₂
Flow Rate	: 0.2mL/min.
Reaction Temp.	: 40°C
Detection	: SPD-10A _{VP} at 268nm

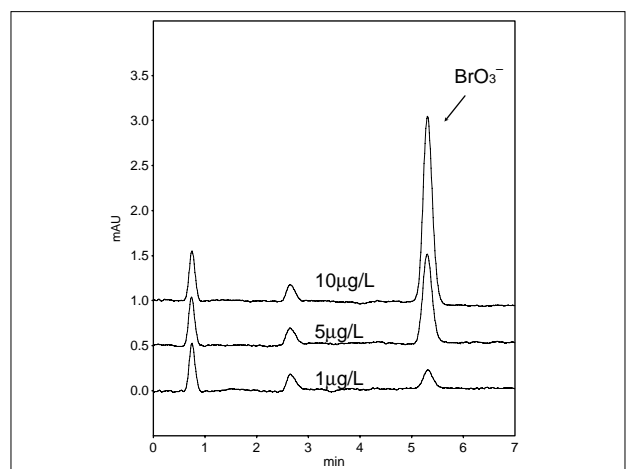


Fig.3 臭素酸標準品のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Bromate

再現性と直線性

Repeatability and Linearity

Fig.4に、臭素酸標準液1 µg/L, 100 µL注入による繰り返し再現性（ピーク面積値および溶出時間）を示します。基準値0.01mg/Lの1/10の濃度でも良好な再現性が得られています。

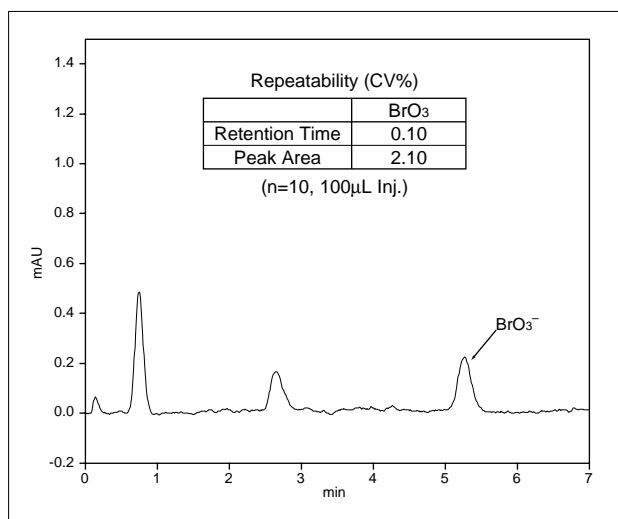


Fig.4 臭素酸標準品の再現性(1 µg/L)
Repeatability of Standard Bromate(1µg/L)

Fig.5に、0.5 ~ 100 µg/Lの濃度範囲での検量線を示します。告示法に準拠した濃度範囲より、さらに高濃度の領域までも良好な直線性が得られています。

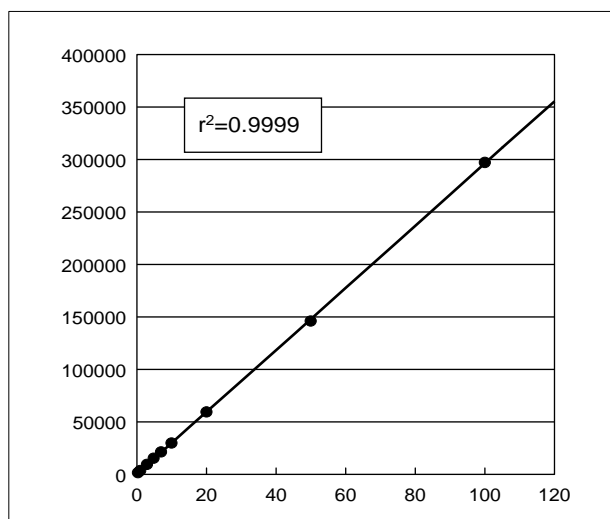


Fig.5 検量線(0.5 ~ 100µg/L)
Calibration Curve(0.5~100µg/L)

水道水の分析

Analysis of Tap Water

Fig.6に、水道水を200 µL注入した結果を示します。また、Fig.7には、この水道水に臭素酸を1 µg/Lになるように添加したクロマトグラムを示します。

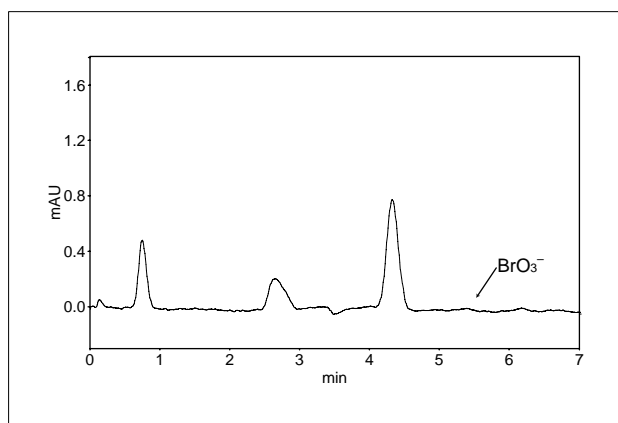


Fig.6 水道水のクロマトグラム
Chromatogram of Tap Water

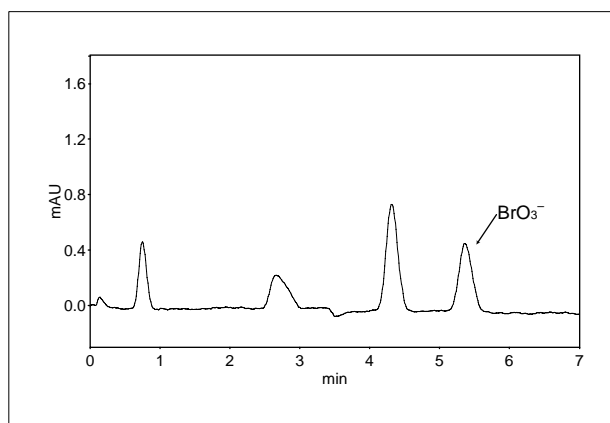


Fig.7 水道水(臭素酸1 µg/L添加)のクロマトグラム
Chromatogram of Tap Water(Bromate 1µg/L spiked)

初版発行：2003年9月
C改訂版発行：2008年3月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

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。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。