

新規高分離カラム“ Shim-pack IC-Bromate ”による 臭素酸の分析

Analysis of Bromate by Newly Developed “Shim-pack IC-Bromate” Column

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、新たに臭素酸に水質基準値が設定され、その分析方法につきましてはアプリケーションニュースNo.L302でご紹介しました。

この臭素酸分析においては、水道用薬品として使用される次亜塩素酸ナトリウム由来の亜塩素酸が臭素酸の分析を妨害することがありますが、ここでは、臭素酸と亜塩素酸の高分離化をめざして新たに開発されました“ Shim-pack IC-Bromate ”について、その概要と次亜塩素酸ナトリウム中臭素酸分析への応用例をご紹介します。

A. Ieuji

平成19年11月14日一部改正

Shim-pack IC-Bromateの概要

Outline of Shim-pack IC-Bromate

Shim-pack IC-Bromateは、臭素酸と隣接して溶出する亜塩素酸を効率良く分離できるように設計された高性能陰イオン交換カラムです。専用ガードカラムとして、Shim-pack IC-Bromate(G)が用意されています。

充てん剤	基 材	ポリビニルアルコールゲル
	イオン交換基	第4級アンモニウム基
カラム本体	材 質	PEEK(ポリエーテルエーテルケトン)樹脂
	サイズ	内径4.0mm,長さ150mm

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1 に臭素酸および亜塩素酸混合標準液(各0.010mg/L, 200 μ L注入)の分析例を示します。分析は、告示法に準拠したイオンクロマトグラフ - ポストカラム法(三臭素イオン法)により行っています。(Table 1)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

<Separation>	
Column	: Shim-pack IC-Bromate (150mmL. \times 4.0mm I.D.)
Mobile Phase	: 1.7mM NaHCO ₃ /1.8mM 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-20A at 268nm
Injection Volume	: 200 μ L

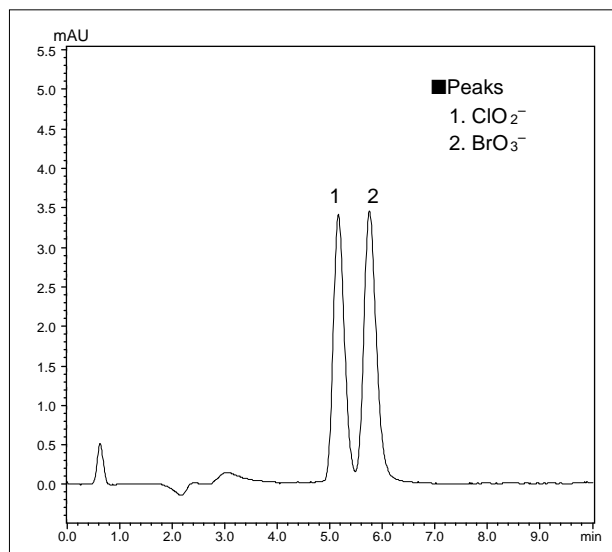


Fig.1 臭素酸 / 亜塩素酸標準品のクロマトグラム(0.010mg/L)
Chromatogram of a Standard Mixture of Bromate and Chlorite
(0.010mg/L each)

再現性

Repeatability

Table 2に、臭素酸イオン0.001mg/L、200 μ L注入時のピーク面積値の再現性データを示します。臭素酸イオンの基準値の1/10濃度でも良好な再現性が得られています。

Table 2 面積再現性
Repeatability of Peak Area

	Peak Area
1st	5379
2nd	5265
3rd	5389
4th	5624
5th	5214
6th	5279
AVE	5358
CV(%)	2.74

(0.001mg/L, 200 μ L inj.)

直線性

Linearity

Fig.2に、臭素酸標準液0.001~0.020mg/Lにおける直線性を示します。

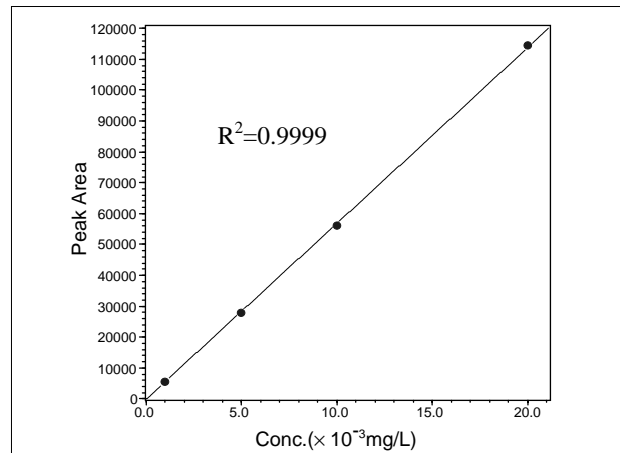


Fig.2 直線性(0.001~0.020mg/L)
Linearity(0.001~0.020mg/L)

次亜塩素酸ナトリウムの分析

Analysis of Sodium Hypochlorite

浄水処理過程において、殺菌処理を目的として使用される次亜塩素酸ナトリウムには不純物として臭素酸が含まれている他、次亜塩素酸の酸化により生成する亜塩素酸も多量に含まれています。このため次亜塩素酸ナトリウム中の臭素酸を分析する場合、高濃度に存在する亜塩素酸との分離が重要となります。

Shim-pack IC-Bromateは、亜塩素酸と臭素酸を効率良く

分離できるカラムであり、次亜塩素酸ナトリウム中の臭素酸分析に適しています。

Fig.3には、Shim-pack IC-Bromateを用い、亜塩素酸0.200 mg/Lと臭素酸0.010 mg/Lの標準溶液を分離したクロマトグラムを示します。Fig.4には市販の次亜塩素酸ナトリウム溶液を分析したクロマトグラムを示します。

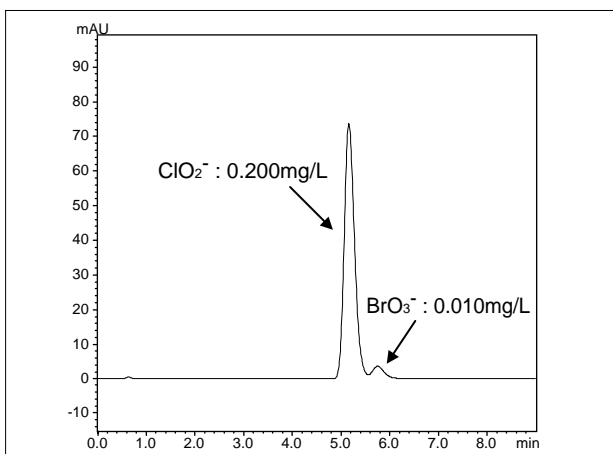


Fig.3 臭素酸および亜塩素酸標準液のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of Bromate and Chlorite

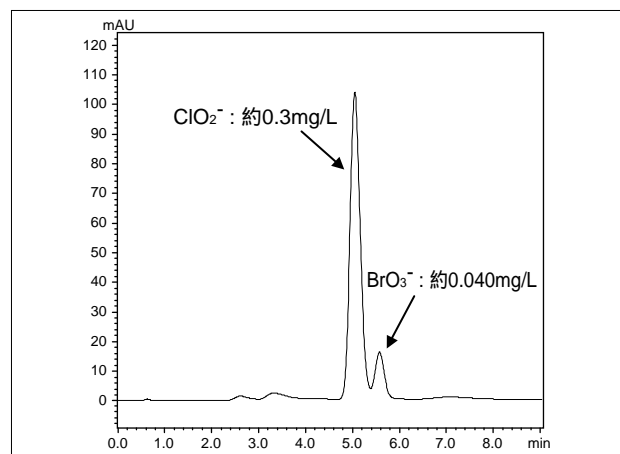


Fig.4 次亜塩素酸ナトリウム溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Sodium Hypochlorite Solution

初版発行：2005年4月
B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。