

水道用次亜塩素酸ナトリウム中の臭素酸、塩素酸の分析

Analysis of Bromic acid and Chloric acid in Sodium hypochlorite

“水道施設の技術的基準を定める省令(平成 12 年厚生省令第 15 号)”では、原水の処理過程において使用される薬品に関して、薬品に含まれる夾雑物が水質に影響を及ぼさないように純度規格が定められています。消毒剤として使用される次亜塩素酸ナトリウムは、日本水道協会規格水道用次亜塩素酸ナトリウム(JWWA K120:2008-2)として品質が定められており、その試験項目には有効塩素、外観、密度、遊離アルカリ、塩化ナトリウムの他、酸化物としての塩素酸、不純物としての臭素酸が挙げられています。本報では、JWWA K120:2008-2 に準拠した試験方法を用いて、水道用次亜塩素酸ナトリウムに含まれる臭素酸及び塩素酸の分析を行った例を紹介します。

装置構成図を図 1 に示します。イオンクロマトグラフ IC-8100EX、ポストカラム反応システム RS-8100、紫外可視吸光光度検出器 UV-8100 を組み合わせたシステムを使用しました。分析条件を表 1 に示します。炭酸緩衝液を移動相として使用し、電気伝導度検出器で塩素酸を検出し、ポストカラム反応後、紫外可視吸光光度検出器で臭素酸を検出しました。

標準試料(水道用薬品の評価基準値: 塩素酸; 0.4 mg/L、臭素酸; 0.005 mg/L)のクロマトグラムを図 2 に示します。各分析種の検量線を図 3 に示します。塩素酸は 0.06~1.2 mg/L の濃度範囲で二次式近似、臭素酸は、0.001~0.02 mg/L の濃度範囲で一次式近似により決定係数 0.9999 以上の結果となりました。

表 1 分析条件

Column : TSKgel SuperIC-WA (4.6 mm I.D. × 10 cm, 4.5 μm)
Guardcolumn : TSKgel guardcolumn SuperIC-WA (4.6 mm I.D. × 1 cm)
Eluent : 1.0 mmol/L NaHCO ₃ + 0.5 mmol/L Na ₂ CO ₃
Flow rate : 1.0 mL/min
Column temp. : 40 °C
Injection vol. : 100 μL
Detection : conductivity detector
Reagent_A : 1.5 mol/L KBr + 1.0 mol/L H ₂ SO ₄
Flow rate : 0.4 mL/min
Reactor_A : Reaction coil ; 0.5 mm I.D. × 2 m
Reaction temp. ; 40 °C
Reagent_B : 1.2 mmol/L NaNO ₂
Flow rate : 0.15 mL/min
Reactor_B : Reaction coil ; 0.5 mm I.D. × 10 m
Reaction temp. ; ambient
Detection : UV detector (268 nm)

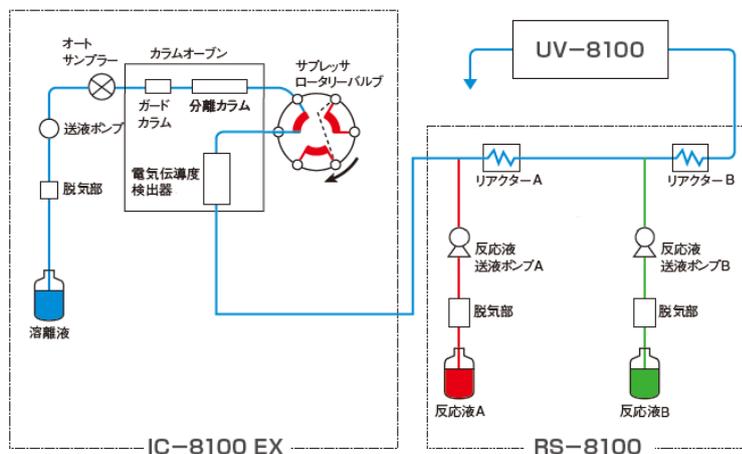


図 1 システム構成図

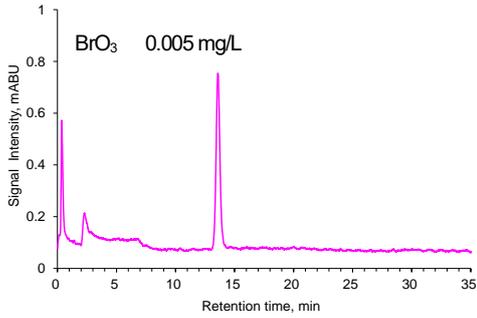
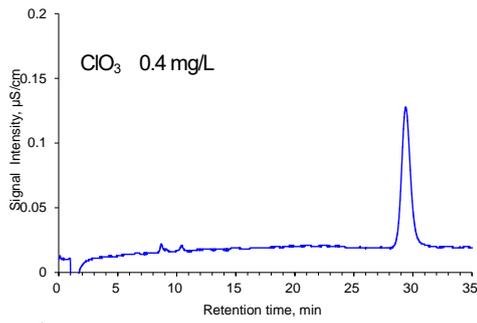


図2 標準試料のクロマトグラム

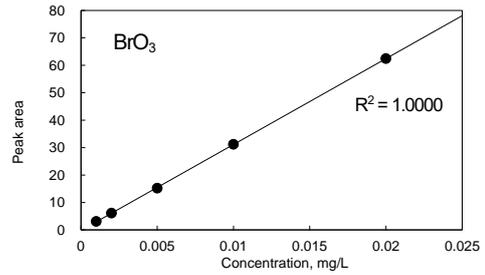
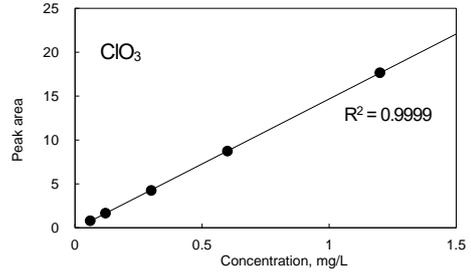


図3 検量線

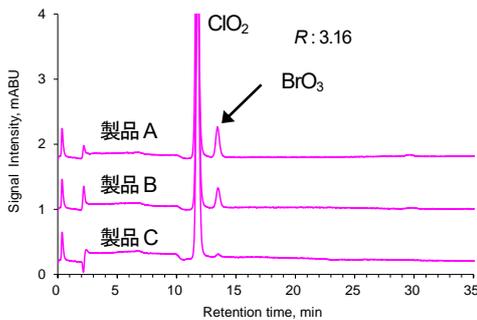
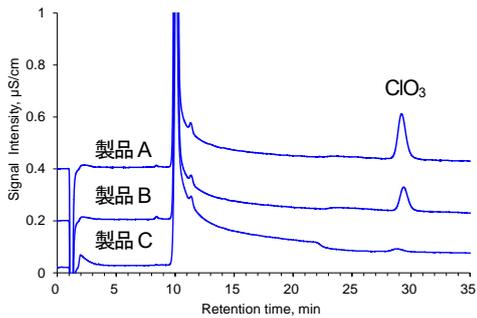


図4 水道用次亜塩素酸ナトリウムのクロマトグラム

試料調製： 試料0.2 gを秤り取り、EDA溶液(50 g/L)溶液1 mLを加えて、純水で1Lにメスアップしたものを2倍希釈

市販されているグレードの異なる水道用次亜塩素酸ナトリウム3製品を分析したクロマトグラムを図4に示します。塩素酸、臭素酸共に夾雑成分の影響を受けることなく測定され、特に、臭素酸のピークは、次亜塩素酸の酸化物である亜塩素酸のピークと良好に分離されました。各製品中の塩素酸、臭素酸の定量結果を表2に示します。

表2 定量結果

	ClO ₃	BrO ₃
製品A	6,000	30
製品B	3,000	19
製品C	< 300	< 5

(mg/kg)

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0023530	TSKgel SuperIC-WA	4.5 μm	4.6 mm I.D. × 10 cm
0023531	TSKgel guardcolumn SuperIC-WA	4.5 μm	4.6 mm I.D. × 1 cm



※ “TSKgel”は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。