



溴酸的离子色谱仪-柱后衍生法分析(1) — LC

■说明

溴酸离子是在上水处理中进行臭氧处理、次氯酸处理时生成的属于消毒副产物的成分。对于自来水中的溴酸离子，作为水质标准项目，新追加在2003年5月30日公布的水质标准相关省令的修改（厚生劳动省令第101号；2004年4月1日施行）之中，标准值设置为0.010 mg/L。并且，2003年7月22日，通知了其检测方法（厚生劳动省告示第261号）。在此告示法中，规定使用离子色谱仪-柱后衍生法，以三溴离子法进行检测。本柱后衍生法将进行2段反应，第1段反应是利用溴化钾/硫酸溶液将溴酸转换为三溴离子（图1.13.1），在第2段反应中，使用亚硝酸钠，确保在低浓度范围的工作曲线的线性。要求在标准值1/10浓度的0.001 mg/L（1 μg/L）下，达到CV10 % 以内的分析精度。

■分析条件

（分离）
 色谱柱：Shim-pack IC-SA2
 （250 mmL. × 4.0 mm I.D.）
 流动相：12 mmol/L NaHCO₃+0.6 mmol/L Na₂CO₃
 流量：1.0 mL/min.
 色谱柱温度：40 °C
 （柱后衍生法应）
 第1反应
 反应液：1.5 mol/L KBr+1.0 mol/L H₂SO₄
 流量：0.4 mL/min
 反应温度：40 °C
 第2反应
 反应液：1.2 mmol/L NaNO₂
 流量：0.2 mL/min
 反应温度：40 °C
 检测：吸光度检测器 268 nm

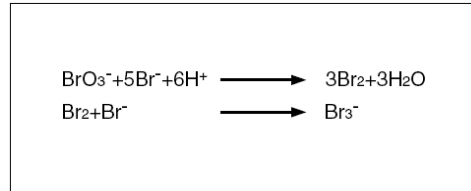


图 1.13.1 反应式

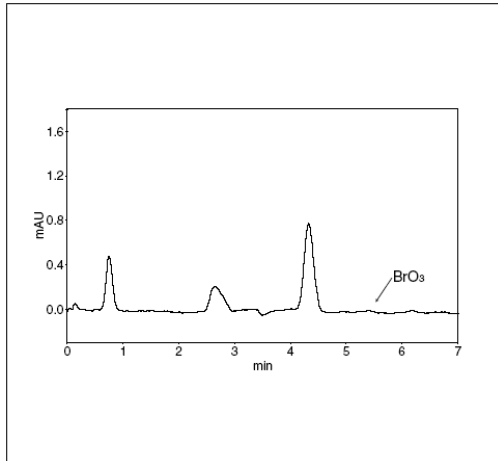


图 1.13.2 自来水的色谱图

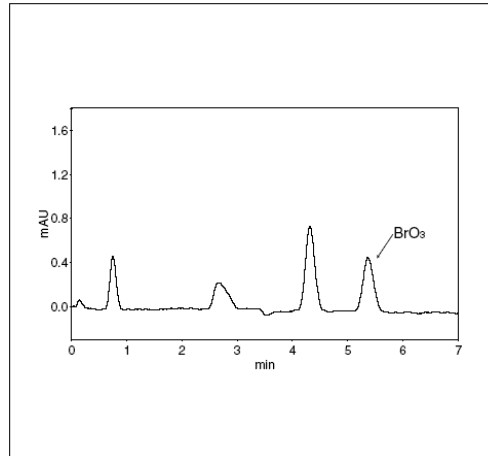


图 1.13.3 自来水（溴酸 μg/L 添加）的色谱图