

## JWWA K 120:2008-2(水道用次亜塩素酸ナトリウム)の一部改正

JWWA K 120 : 2008-2 (水道用次亜塩素酸ナトリウム) は、平成 30 年 4 月 6 日付で一部改正されました。改正内容は、9 頁に記載している“5.4.5 臭素酸”の試験方法に、液体クロマトグラフー質量分析法を追加したものです。下記に改正した箇所を赤字で掲載します。

今回の一部改正は、「水質基準に関する省令の規定に基づき厚生労働大臣が定める方法」(平成 15 年 7 月 22 日厚生労働省告示第 261 号)が、平成 29 年 3 月 28 日(厚生労働省告示第 87 号)に改正され、臭素酸の分析方法に、液体クロマトグラフー質量分析法(別表第 18 の 2)が追加されたことに伴うものです。なお、これ以外の規定内容に変更はありません。

### 改正箇所

#### 5.4.5 臭素酸

臭素酸の分析は、イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法又は液体クロマトグラフー質量分析法による。

##### 5.4.5.1 イオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法

###### a) 要旨 ～

～～

###### c) 器具及び装置 機器及び装置は次による。

2.2) 反応部 分離カラムで分離された液と反応試薬が混合できるもので、反応温度等が対象物質の最適反応条件に設定できるもの。

例えば、臭化カリウム-硫酸溶液を毎分0.4ml の流量で注入して40℃で反応させることができるもの。ただし、分析に十分な感度が得られない場合は、必要に応じて亜硝酸ナトリウム溶液を注入することができる。

～～

##### 5.4.5.2 液体クロマトグラフー質量分析法

a) 要旨 検液中の臭素酸イオンを液体クロマトグラフで分離後、イオン化して高真空の質量分析計に導入し、質量数/電荷(m/z)に応じて分離し、定量する。

###### b) 試薬 試薬は、次による。

- 1) 精製水 測定対象物を含まないもの。
- 2) アセトニトリル 測定対象物を含まないもの。
- 3) 酢酸(0.5v/v%) JIS K 8355 に規定する酢酸を用いて調製したもの。
- 4) 酢酸アンモニウム JIS K 8359 に規定する酢酸アンモニウム。
- 5) 臭素酸標準原液 5.4.5.1 b) 5)に同じ。
- 6) 臭素酸標準液

###### c) 器具及び装置 機器及び装置は次による。

1) メンブランフィルターろ過装置 孔径約 0.2 $\mu$ m のメンブランフィルターを備えたもの。

###### 2) 液体クロマトグラフー質量分析計

2.1) 分離カラム 内径 2～5mm、長さ 5～15cm のステンレス管に、陰イオン交換基を被覆したシリカゲル若しくはポリマー系充填剤を充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

2.2) 移動相 最適条件に調製したもの。

例えば、A液は酢酸アンモニウム（0.2mol/L）—酢酸（0.5 v/v %）溶液、B液はアセトニトリルのもの。

**2.3) 移動相流量** 対象物質の最適分離条件に設定できるもの。

例えば、毎分0.3mlの流量で、A液とB液の混合比が5：95で13分間保持した後、95：5にして10分間保持できるもの。

**2.4) 検出器** 次のいずれかに該当するもの。

- ① 選択イオン測定（SIM）又はこれと同等以上の性能を有するもの。
- ② 選択反応測定（SRM）又はこれと同等以上の性能を有するもの。

**2.5) モニターイオンを得るための電圧** 2.4)①に該当する検出器を用いる場合にあっては、エレクトロスプレーイオン化法（ESI法：負イオン測定モード）で、最適条件に設定できる電圧。

上記2.4)②に該当する検出器を用いる場合にあっては、ESI法（負イオン測定モード）により得られたプリカーサーイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧。

**d) 操作** 操作は次による。

- 1) **試験溶液の調製** 5.4.5.1 d) 1)と同じ。
- 2) **前処理** 検水（検水に含まれる臭素酸の濃度が0.02mg/Lを超える場合には、0.0005～0.02mg/Lとなるように精製水を加えて調製したもの）をメンブランフィルターろ過装置でろ過し、初めのろ液約10 mlを捨て、次のろ液を試験溶液とする。
- 3) **分析** 1)で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ—質量分析計に注入し、表1に示す臭素酸のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求める。検水中に高濃度の硫酸イオンが含まれる場合は、硫酸イオンが分離カラムから溶出する分析条件を設定する。

表1 モニターイオンの例

検出器 対象物質	2.4)①に該当する 検出器	2.4)②に該当する 検出器	
	モニターイオン (m/z)	プリカーサーイオン (m/z)	プロダクトイオン ※(m/z)
臭素酸	127,129	127,129	95,97,111,113

※プロダクトイオンをモニターイオンとする。

- 4) **検量線の作成** 臭素酸標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに精製水を加えて100mlとする。この場合、調製した溶液の臭素酸の濃度は、2)前処理に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下3)分析と同様に操作して、臭素酸の濃度とピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。
- 5) **計算** 3)で求めた検液のピーク高さ又はピーク面積を4)検量線の作成の検量線に照らして検液1L中の臭素酸の量a (mg)を求め、次式によって試料1kg中の臭素酸のmg量を算定する。

$$C = a \times K \times 1000 \div S_3$$

ここに、C：試料中の臭素酸の濃度(mg/kg)

a：検液1L中の臭素酸の量(mg)

K：検液の希釈倍率(前処理で希釈した場合)

S<sub>3</sub>：試料の採取量(g)、ただし、5.4.1 c) 1)の試験溶液を用いた場合は、(S<sub>i</sub>÷250×10)