

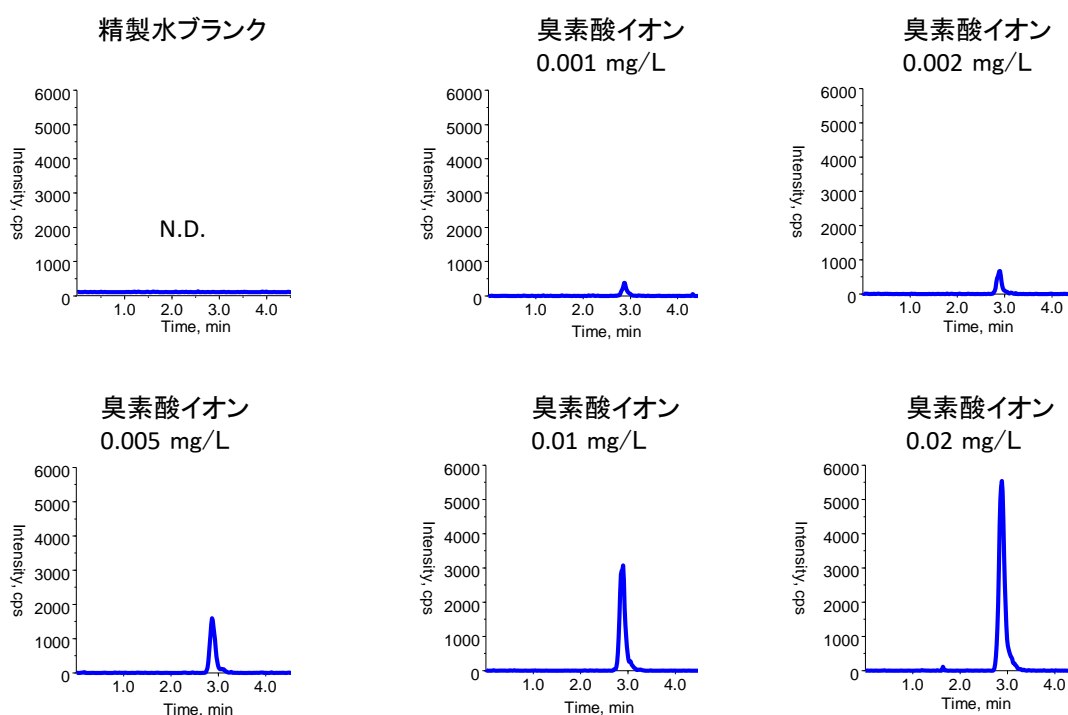
ミネラルウォーターの臭素酸基準値は「食品，添加物等の規格基準（昭和34年厚告第370号）の第1食品D各条〇清涼飲料水の成分規格」において、殺菌または除菌を行うミネラルウォーターについては、臭素酸0.01 mg/L以下であることが定められており、試験法はイオンクロマトグラフーポストカラム吸光光度法が用いられています。

今回は、LC-MS/MSを用いて市販ミネラルウォーター中の臭素酸分析を行いました。LC-MS用イオン交換カラムSYPRON AX-1を使用して良好な結果が得られましたので、ご報告します。

(R.Takahara, A.Tamura)

標準液による溶出確認

精製水に臭素酸標準液を添加し、0.001～0.02 mg/Lの濃度範囲で溶出の確認を行いました。

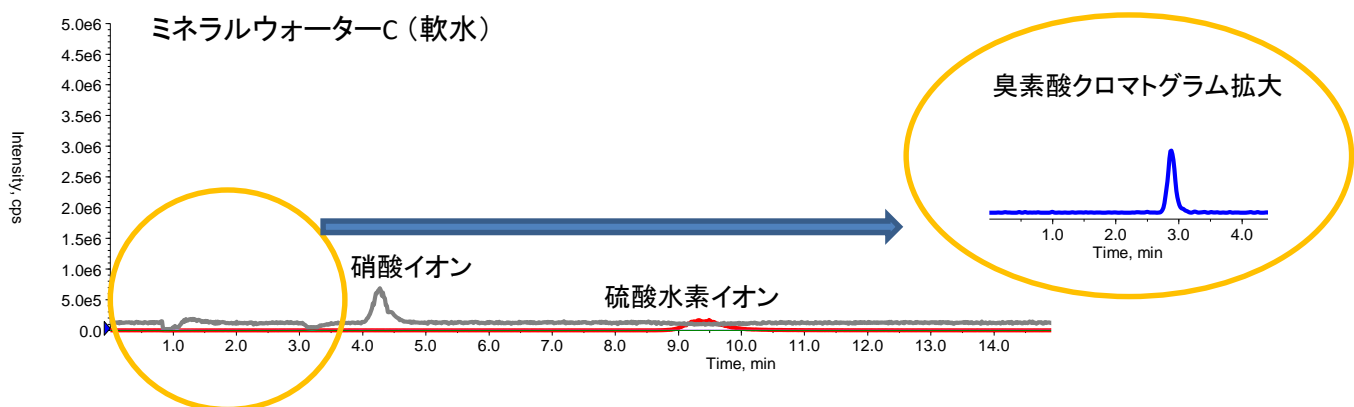
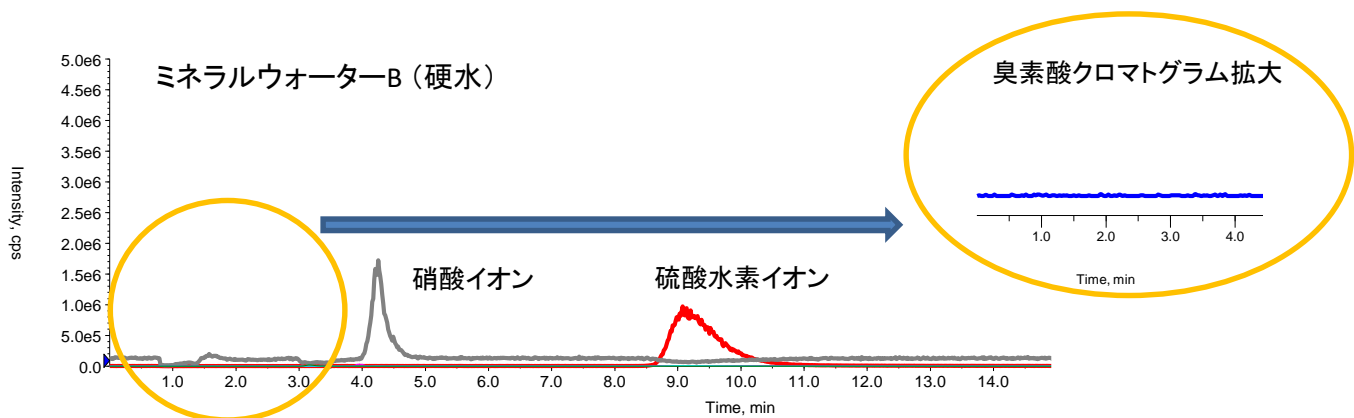
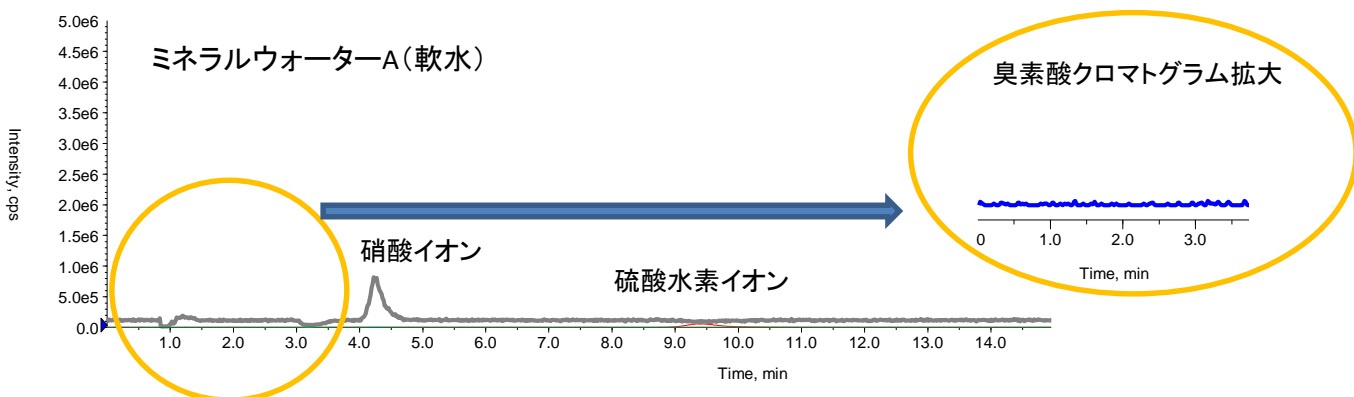


分析条件

Column:	SYPRON AX-1 (5 μ m, 100 x 2.1 mm I.D.)	臭素酸イオン	127.0/111.0
Eluent:	A) 25 mM $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ in H_2O B) CH_3CN A/B=70/30, v/v	塩化物イオン	35.0/35.0
Flow rate:	0.2 mL/min	硝酸イオン	62.0/62.0
Inj. Vol:	10 μ L	硫酸水素イオン	96.9/79.9
Col. Temp:	40 $^\circ\text{C}$		
Detection:	MS/MS (4000 QTRAP: ESI, Negative, MRM)		

ミネラルウォーターのクロマトグラム

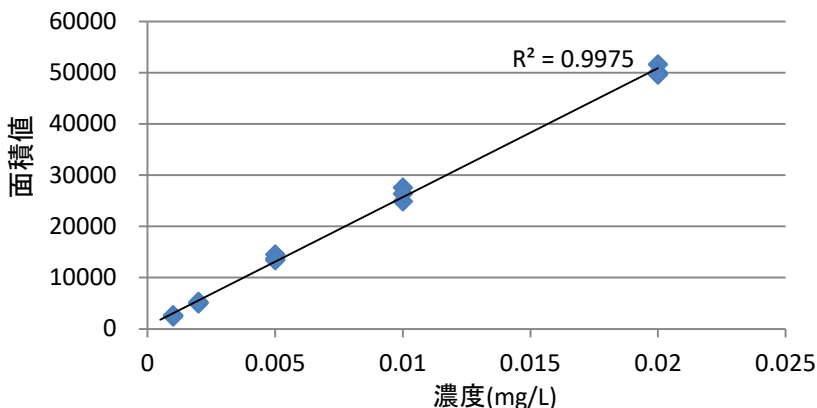
WHO(世界保健機関)の基準では、軟水:硬度120 mg/L以下、硬水:硬度120 mg/L以上とされています。市販ミネラルウォーターA(軟水),B(硬水),C(軟水)を分析した際のクロマトグラムを以下に記します。添加回収検量線から算出されたミネラルウォーターCに含まれる臭素酸濃度は、約0.0035 mg/Lとなり、いずれのミネラルウォーターも基準値を下回る結果でした。



標準検量線の作成

精製水に臭素酸標準液を添加し、0.001~0.02 mg/Lの濃度範囲で標準検量線を作成し、 $R^2 = 0.9975$ の良好な直線性が得られました。

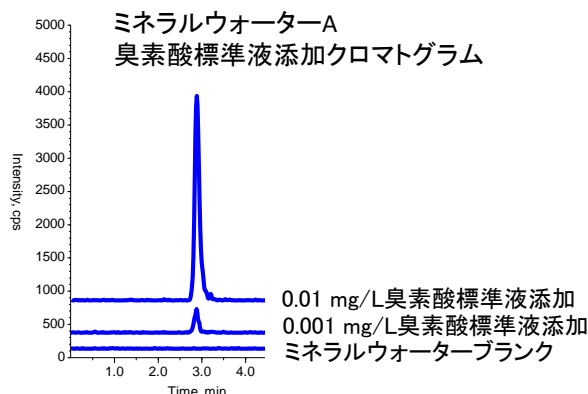
濃度 (mg/L)	併行精度 (RSD)
0.001	3.9%
0.002	3.0%
0.005	4.1%
0.01	5.1%
0.02	2.1%



添加回収試験

市販ミネラルウォーターA,B,Cに臭素酸標準液を添加し、空試験、0.001、0.01 mg/Lの濃度で添加回収検量線を作成し、回収率、併行精度共に良好な結果が得られました。

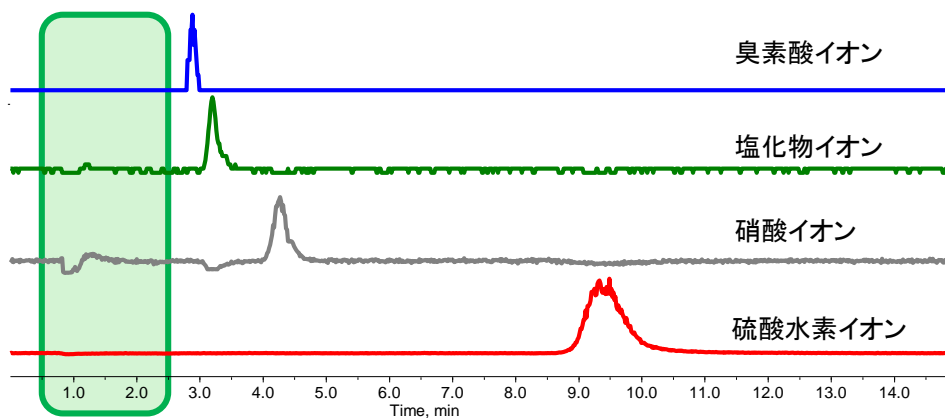
臭素酸添加回収試験 (N=3)	濃度 (mg/L)	回収率	併行精度 (RSD)
A(軟水)	0.001	85%	8.8%
	0.01	94%	4.6%
B(硬水)	0.001	94%	6.1%
	0.01	90%	6.9%
C(軟水)	0.001	99%	4.6%
	0.01	95%	4.5%



常在成分として臭素酸が検出されたミネラルウォーターCについては、空試験の結果を差し引いて回収率の計算を行ないました。

ミネラル分の溶出について

ミネラルウォーターには、ナトリウムイオン、マグネシウムイオン、カルシウムイオンなどの陽イオンが含まれています。陰イオン交換カラムは、これらの陽イオンを保持することができないため、臭素酸のピークより前にすべて溶出しています。



クロマトグラムは各イオンの溶出位置を見やすくするために高さを変更してあります。

この辺りに陽イオンが溶出

標準液

成分	希釈溶媒	濃度	容量	Cat.No.
臭素酸イオン	水	2000 µg/mL	125 mL	1021-12000
			500 mL	お問い合わせください
		1000 µg/mL	125 mL	8500-11765
			500 mL	8500-11766

認定機関A2LAからISO Guide 34およびISO/IEC 17025の認定を受け、それに基づいて生産されたことを証明するILAC/MRAのシンボルが付いた証明書が同封されます。証明書には、認証値および不確かさが記載されています。

分析カラム

品名	粒子径 (µm)	内径 (mm)	長さ (mm)	Cat. No.
SYPRON AX-1	5	2.1	100	5020-11002

注)ジョイント形式は、UP型のみです。

注)カラムの耐圧は12 MPaです。



ガードカラム

品名	内径 (mm)	長さ (mm)	Cat. No.
交換用カートリッジ SYPRON AX-1(2本組)	2.1	10	5020-08641
SYPRON Guardホルダー (PEEK製オシネ付)			5020-08640

注)ジョイント形式は、UP型のみです。

注)カラムの耐圧は12 MPaです。



ジエールサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困り際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html