

# Technical Report

## 新 Nexera シリーズによる水質検査方法に準拠したシアン・臭素酸の分析

Analysis of cyanogen and bromate by the new Nexera series

細井 千尋<sup>1</sup>、寺田 英敏<sup>1</sup>、家氏 淳<sup>1</sup>、松本 恵子<sup>1</sup>

### Abstract:

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、平成16年4月1日施行] (以下、告示法) では、シアン化物イオン及び塩化シアン、臭素酸とともに、検査方法はイオンクロマトグラフーポストカラム法が記載されています。この分析において、基準値の1/10濃度である0.001 mg/L (1 µg/L) の繰り返し面積再現性 (%RSD) が10%以内となる定量精度が求められています。ここでは、新 Nexera 臭素酸分析システム/シアン分析システムを用いて告示法に準拠した分析を行い、告示法の要求を満たした分析が可能であることを示します。

**Keywords:** 水質基準、シアン、臭素酸

## 1. 臭素酸

### 1-1. 分析方法

告示法では、臭素酸イオンを分離後、三臭素イオン法によるポストカラム誘導体化を用い、紫外268 nmで検出します。本ポストカラム法では、2段階反応が行われ、第1段階反応では亜硝酸ナトリウム溶液、第2段階反応では臭化カリウム/硫酸溶液が用いられます (Fig. 1)。Fig. 2に、新臭素酸分析システムの流路図とシステム構成を示します。

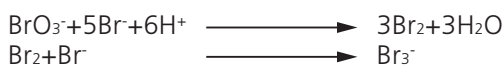


Fig. 1 反応式

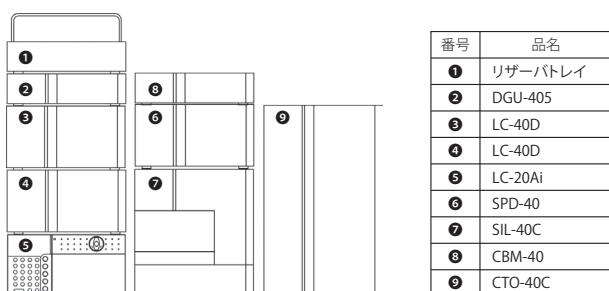
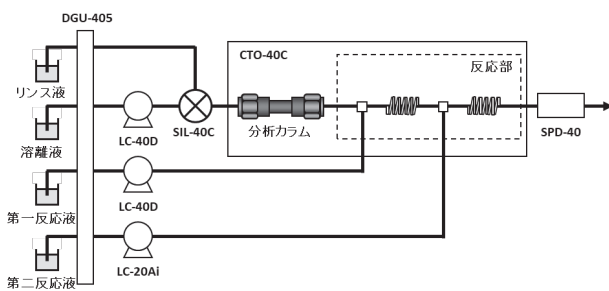


Fig. 2 流路図とシステム構成

### 1-2. 再現性と直線性

Table 1に分析条件を示します。Fig. 3に、臭素酸イオン標準液 (0.001 mg/L) を200 µL注入したクロマトグラムと標準試料の繰り返し注入再現性 (ピーク面積値および溶出時間) を示します。基準値0.01 mg/Lの1/10の濃度でも良好な再現性が得られています。Fig. 4に、0.0005 ~ 0.02 mg/Lの濃度範囲での検量線を示します。良好な直線性が得られていることが確認できます。

Table 1 分析条件

<Separation>	
Column	: Shim-pack IC-Bromate (150 mm × 4.0 mmI.D.)
Guard Column	: Shim-pack IC-Bromate (G) (10 mm × 4.6 mmI.D.)
Mobile Phase	: 12 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> / 0.6 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 200 µL
<Post-column Reaction>	
First Reaction	
Reagent	: 1.2 mmol/L NaNO <sub>2</sub>
Flow Rate	: 0.2 mL/min
Reaction Temp.	: 40 °C
Second Reaction	
Reagent	: 1.5 mol/L KBr + 1.0 mol/L H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Flow Rate	: 0.4 mL/min
Reaction Temp.	: 40 °C
Detection	: SPD-40 at 268 nm (Inert cell)

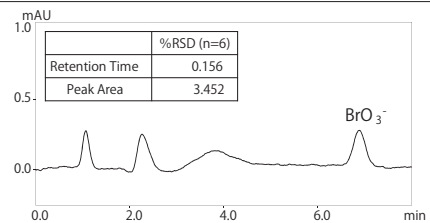


Fig. 3 臭素酸イオン標準液のクロマトグラムと再現性 (0.001 mg/L)

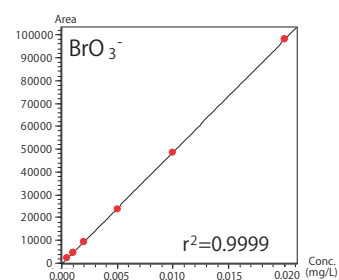


Fig. 4 臭素酸イオン標準液の検量線 (0.0005~0.02 mg/L)

## 2. シアン分析

### 2-1. 分析方法

告示法では、カラムによりシアン化物イオンと塩化シアンを分離後、4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン法によるポストカラム誘導体化を用い、可視638 nmにて検出することになっています。本ポストカラム法では、2段階反応が行われ、第1段階では、クロラミンT溶液、第2段階では1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン/4-ピリジンカルボン酸溶液が用いられます (Fig. 5)。本告示法に準拠した新シアン分析システムの流路図をFig. 6に示します。

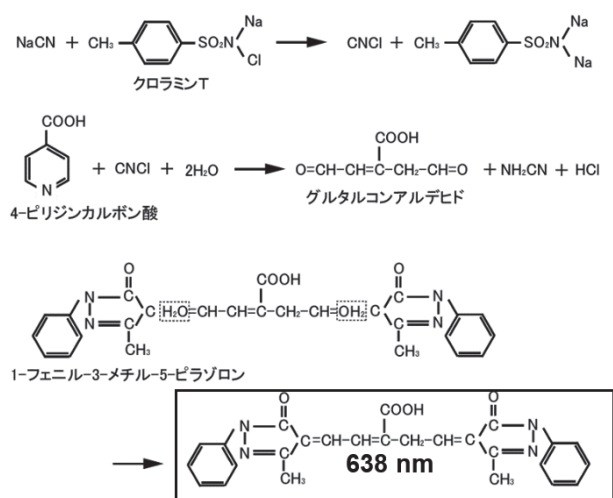


Fig. 5 反応式

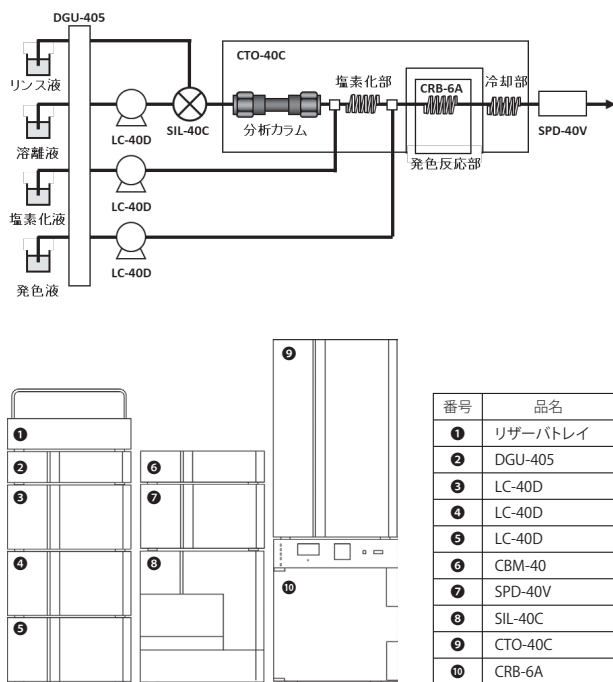


Fig. 6 流路図とシステム構成

### 2-2. 再現性と直線性

Table 2に分析条件を示します。Fig. 7に、従来法のデータとしてシアン化物イオン、塩化シアン標準液 (各0.001 mg/L) を100 μL注入したクロマトグラムと標準試料の繰り返し注入再現性 (ピーク面積値および溶出時間) を示します。基準値0.01 mg/Lの1/10の濃度でも良好な再現性が得られています。Fig. 8に、0.0005 ~ 0.02 mg/Lの濃度範囲での検量線を示します。良好な直線性が得られています。

Table 2 分析条件

<Separation>	
Column	: Shim-pack Amino-Na (100 mm × 6.0 mmI.D.)
Guard Column	: Shim-pack IC-CN (G) (10 mm × 6.0 mmI.D.)
Mobile Phase	: 10 mmol/L NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>
Flow Rate	: 0.6 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 100 μL
<Post-column Reaction>	
First Reaction	
Reagent	: 100 mmol/L Phosphate buffer containing 1 g/L Chloramine T
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Reaction Temp.	: 40 °C
Second Reaction	
Reagent	: 28.7 mmol/L 1-Phenyl-3-Methyl-5-Pyrazolone / 96.5 mmol/L 4-Pyridinecarboxylate (Na)
Flow Rate	: 0.5 mL/min
Reaction Temp.	: 100 °C
Detection	: SPD-40V at 638 nm (Lamp : W, Conventional cell)

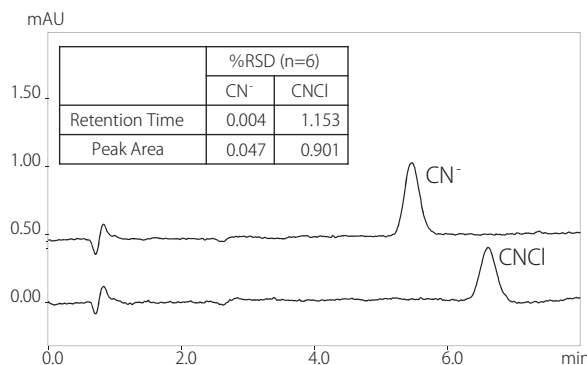


Fig. 7 シアン化物イオン、塩化シアン標準液のクロマトグラムと再現性 (0.001 mg/L)

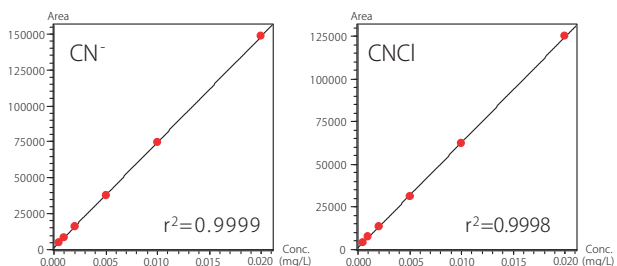


Fig. 8 シアン化物イオン、塩化シアン標準液の検量線 (0.0005 ~ 0.02 mg/L)

**株式会社 島津製作所**  
 分析計測事業部 <https://www.an.shimadzu.co.jp/>

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。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。

初版発行：2020年7月  
 © Shimadzu Corporation, 2020