

新水質検査法に準拠した イオンクロマトグラフ・ポストカラム法による シアン化物イオンおよび塩化シアン

Analysis of Cyanide Ion and Cyanogen Chloride
by Post-column Ion Chromatography

平成15年5月30日付けで水質基準に関する省令の改正が公布（厚生労働省令第101号；平成16年4月1日施行）され、平成15年7月22日付けで、その検査方法が告示（厚生労働省告示第261号）されました。

今回の改正では、シアンの検査方法にイオンクロマトグラフ・ポストカラム法が収載されました。シアンの水質基準値は0.01mg/Lで、シアン化物イオンと塩化シアン

合計値とされています。この分析における分析装置には、基準値の1/10濃度である0.001mg/L（1 μ g/L）を、50～250 μ Lの注入量でCV10%以内となる精度が求められています。

ここでは、新しい水質検査方法（以下、告示法）に完全準拠した島津LC-VPシアン分析システムによるシアン化物イオンと塩化シアンの分析例についてご紹介します。

J.Nagata

平成18年3月30日一部改正（厚生労働省告示第191号）

分析方法

Analytical Method

告示法では、イオン交換カラムによりシアン化物イオン、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法を用い、可視638nmで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段階反応では、クロラミンT溶液、第2段階反応では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.1に、本告示法に準拠したLC-VPシアン分析システムの流路図を示します。

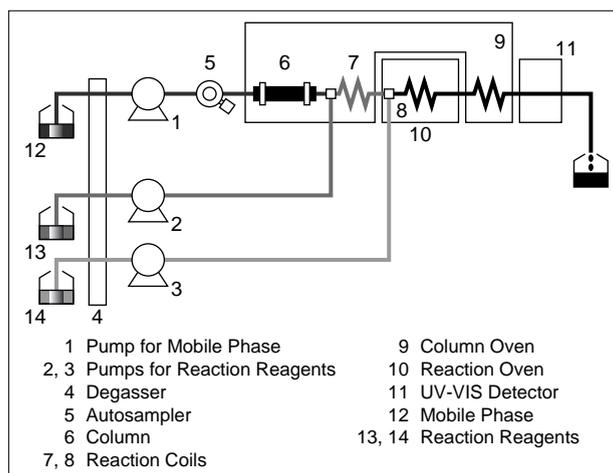


Fig.1 流路図
Flow Diagram

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.2は、シアン化物イオン、塩化シアン標準液（各10 μ g/L）を100 μ L注入した結果です。Table1に分析条件を示します。

シアン化物イオンと塩化シアンは安定性が良くないため、

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

| | |
|------------------------|---|
| <Separation> | |
| Column | : Shim-pack Amino-Na (100mmL. \times 6.0mmI.D.) |
| Mobile Phase | : 10mM Tartrate (Na) Buffer (pH=4.2) |
| Flow Rate | : 0.6mL/min. |
| Column Temp. | : 40°C |
| <Post-column Reaction> | |
| First Reaction | |
| Reagent | : 100mM Phosphate buffer Containing 1.8mM Chloramine T |
| Flow Rate | : 0.5mL/min. |
| Reaction Temp. | : 40°C |
| Second Reaction | |
| Reagent | : 14.4mM 1-Phenyl-3-Methyl-5-Pyrazolone +48.3mM 4-Pyridinecarboxylate (Na) |
| Flow Rate | : 0.5mL/min. |
| Reaction Temp. | : 100°C |
| Detection | : SPD-10AVP at 638nm |

標準液は用時調製します。特に、塩化シアンについては、分析中にも消失していきますので、オートサンプラのバイアルは冷却する必要があります。

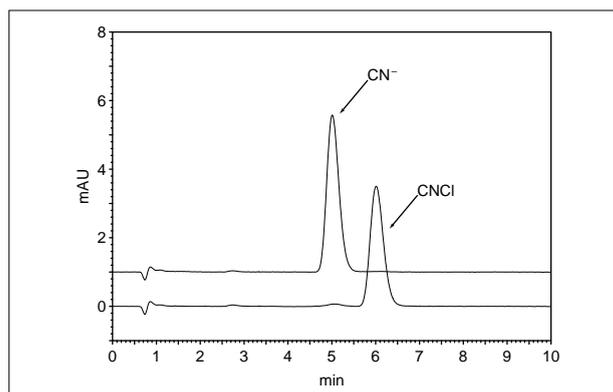


Fig.2 シアン化物イオン 塩化シアン標準品のクロマトグラム(各0.01mg/L)
Chromatogram of Standard Cyanide Ion and Cyanogen Chloride (0.01mg/L each)

再現性と直線性

Repeatability and Linearity

Fig.3に、標準液各1 µg/L, 100 µL注入による繰り返し再現性（ピーク面積値および保持時間）を示します。基準値0.01mg/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、0.5 ~ 100 µg/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。

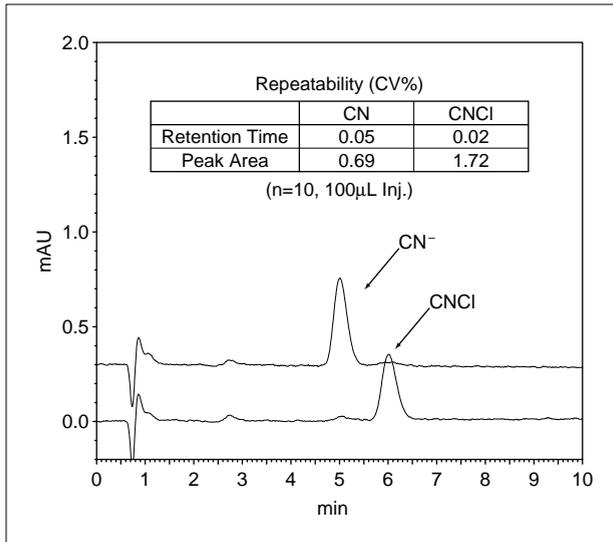


Fig.3 シアン化物イオン 塩化シアン標準品の再現性 (各1µg/L)
Repeatability of Standard Cyanide Ion
and Cyanogen Chloride (1µg/L each)

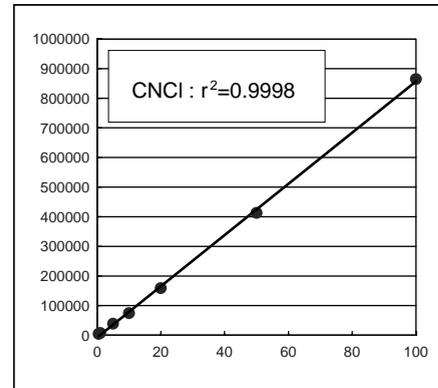
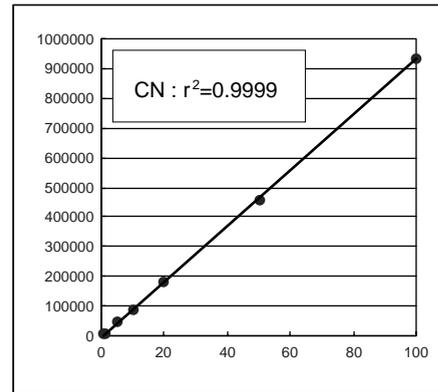


Fig.4 検量線(0.5 ~ 100µg/L) (上図:シアン化物イオン, 下図:塩化シアン)
Calibration Curve (0.5~100µg/L)
(Upper : Cyanide, Lower : Cyanogen Chloride)

水道水の分析

Analysis of Tap Water

Fig.5に水道水を100 µL注入した結果を示します。試料は酒石酸溶液と酒石酸ナトリウム緩衝液を添加して調製した後測定しました。

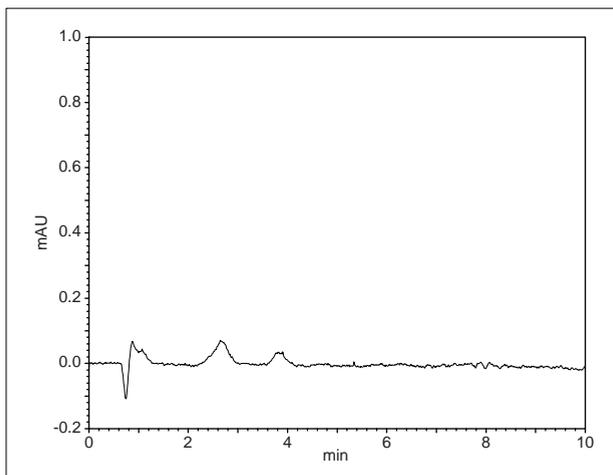


Fig.5 水道水のクロマトグラム
Chromatogram of Tap Water

Fig.6には、この水道水にシアン化物イオンを1 µg/Lになるように添加したクロマトグラムを示します。水道水中の残留塩素の影響で、シアン化物イオンのほとんどが塩化シアンに変化した状態で検出されています。

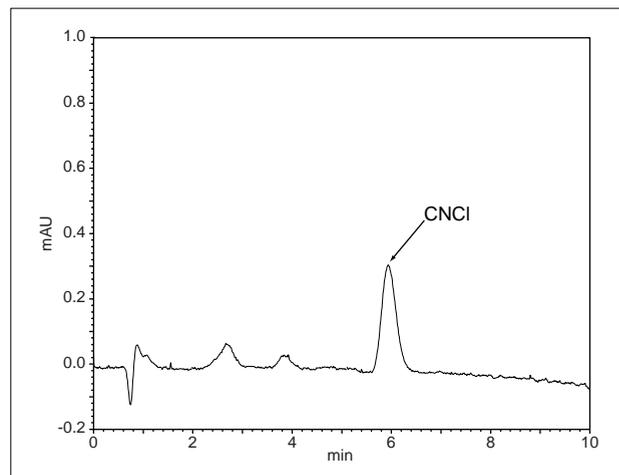


Fig.6 水道水(シアン化物イオン1µg/L添加)のクロマトグラム
Chromatogram of Tap Water (Cyanide Ion 1µg/L spiked)

初版発行：2003年9月
A改訂版発行：2006年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。