

シアン分析に関する水道水質基準に係る検査方法の改正について

Legal Reform on Water Quality Test of Cyanide Ion and Cyanogen Chloride

「水質基準に関する省令の規定に基づき環境大臣が定める方法(平成 15 年厚生労働省告示第 261 号)」では、シアン化物イオンおよび塩化シアンの測定方法としてイオンクロマトグラフィーポストカラム吸光光度法が採用されています(別表第 12)。このポストカラム反応に使用する反応液のうち、発色剤作製方法に係る規定が令和 7 年 4 月 1 日に改正されます。

改正前:

「*N,N*-ジメチルホルムアミド-水溶媒発色液」のみ
改正後:

「エチルアルコール-水溶媒発色液」の追加

本報では、この改正に伴い「エチルアルコール-水溶媒発色液」を使用した測定条件における検証データを東ソーイオンクロマトグラフィーシステムを使用して取得しましたので紹介します。

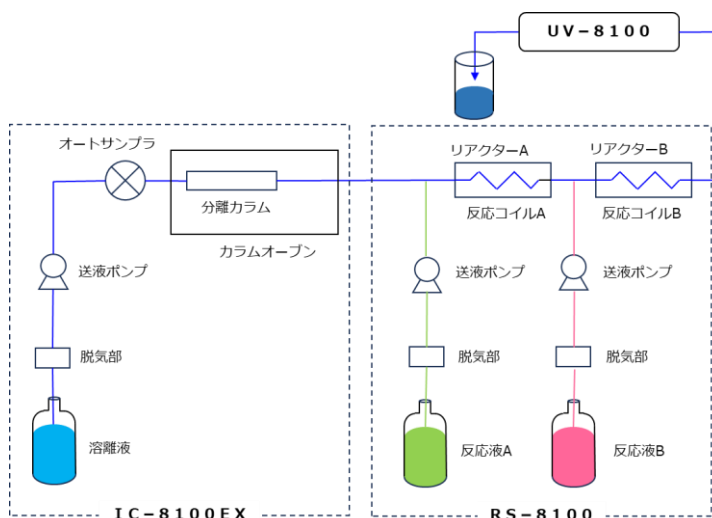
システム構成図を図 1 に示します。イオンクロマトグラフ IC-8100EX、ポストカラム反応システム RS-8100、紫外可視吸光光度検出器 UV-8100 を組み合わせたシステムにて検証を行いました。このシステムではりん酸塩水溶液を溶離液として、イオン排除モードにより分離し、ポストカラム反応後、紫外可視吸光光度検出器にて検出しました。今回の測定にあたり、溶離液や反応液の流速の最適化を行いました。得られた分析条件を表 1 に示します。

また、同条件で得られた結果を図 2~図 5、表 2,3 に示します。各分析種の図 3 に示します。各成分ともに 0.5~20 µg/L の濃度範囲で検量線を作成した結果、決定係数 0.999 以上の良好な直線性が得られました。同条件での定量下限は、それぞれ 0.13 µg/L(CN⁻), 0.19 µg/L(CNCl)でした。

表 1 分析条件

分析カラム	: TSKgel SCX (6.0 mm I.D. × 15 cm, 5 µm)
溶離液	: 10 mmol/L NaH ₂ PO ₄
流速	: 1.0 mL/min
カラム温度	: 40 °C
注入量	: 100 µL
* オートサンプラーには冷却ユニットを使用	
反応液 A	: クロラミン T 溶液
流速	: 0.3 mL/min
反応コイル A	: サイズ ; 0.5 mm I.D. × 2 m 温度 ; 40 °C
反応液 B	: ピリジンカルボン酸/ピラゾロン混合液 (エチルアルコール-水溶媒にて調製)
* エチルアルコールは HPLC 用を使用	
流速	: 0.6 mL/min
反応コイル B	: サイズ ; 0.5 mm I.D. × 10 m 温度 ; 100 °C
検出波長	: 636 nm

図 1 システム構成図



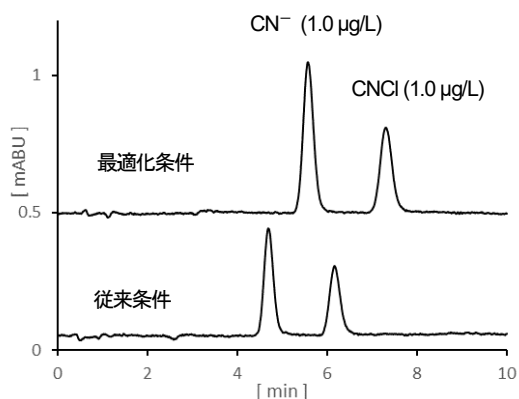


図2 標準試料のクロマトグラム

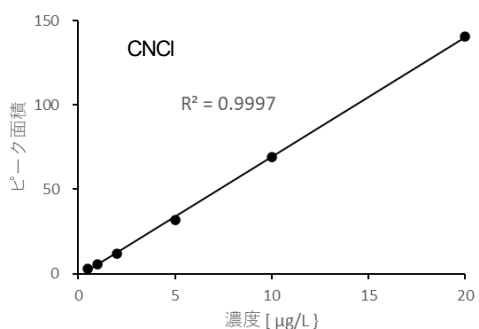
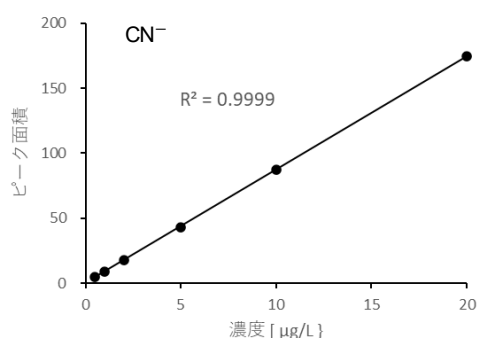


図3 検量線

表2 定量下限値(S/N = 10)

CN ⁻	CNCl
0.13 µg/L	0.19 µg/L

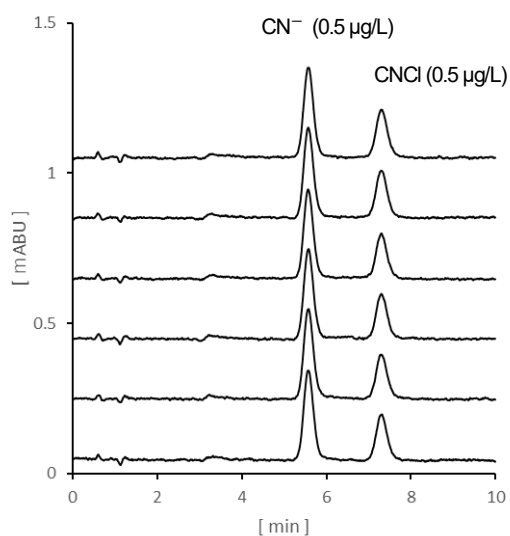


図4 標準試料の測定再現性 (n = 6)

表3 標準試料の測定再現性 (CV(%), n = 6)

	CN ⁻ (0.5 µg/L)	CNCl (0.5 µg/L)
保持時間	0.08	0.15
ピーク面積	1.92	2.12

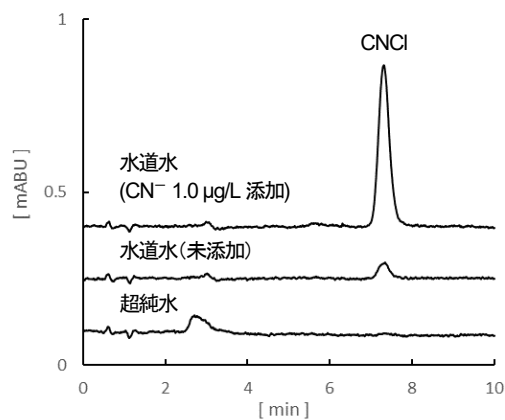


図5 シアン化物イオン添加水道水のクロマトグラム

シアン化物イオン添加水道水のクロマトグラムを図5に示しましたが、残留塩素の影響により塩化シアンとして検出されています。

品番	品名	粒子径	カラムサイズ
0007156	TSKgel SCX (Na ⁺)	5 µm	6.0 mm I.D. × 15 cm



※ “TSKgel”は日本における東ソー株式会社の登録商標です。
 ※ 掲載のデータ等はその数値を保証するものではありません。お客様の使用環境・条件・判断基準に合わせてご確認ください。