

付表1

全シアンの測定方法

1 試薬

(1) 塩酸(1 mol/L)

水 110ml に塩酸 10ml を加えたもの

(2) 水酸化ナトリウム溶液(200g/L)

水酸化ナトリウム 200gを水約 800 ml に溶かした溶液を室温まで冷却し、水を加えて 1,000 ml としたもの

(3) L(+)-アスコルビン酸

(4) 水酸化ナトリウム溶液(1 mol/L)

水酸化ナトリウム 40gを水に溶かして 1,000ml としたもの

(5) 水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)

水酸化ナトリウム溶液(1 mol/L) 10 ml に水を加えて 1,000 ml としたもの

(6) ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル-エタノール溶液

ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル 50 gをエタノール(95)に溶かして 100ml としたもの

(7) 蒸留試薬溶液(pH2以下)

りん酸二水素カリウム 30g、りん酸 30 ml 及び塩化カリウム 10gを水に溶かした溶液とグリセリン 250 ml を混合し、水を加えて 1,000 ml としたもの

(8) 発色用緩衝液(pH7.2)

りん酸二水素カリウム 46.0g及び水酸化ナトリウム 8.0 gを水に溶かして 1,000 ml とした後、ポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル-エタノール溶液2 ml を加えたもの

(9) 吸収溶液

水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L) 100 ml にポリオキシエチレン(10)オクチルフェニルエーテル-エタノール溶液1ml を加えたもの

(10) クロラミンT溶液

ρ -トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物 0.1 gを水に溶かして 100 ml としたもの(使用時に調製する。)

(11) 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液

4-ピリジンカルボン酸ナトリウム四水和物4gを水約 150 ml に溶かした溶液と3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロン 1.5 gを*N,N*-ジメチルホルムアミド 20 ml に溶かした溶液を混合した後、水酸化ナトリウム(1 mol/L)又は塩酸(1 mol/L)で pH を 7.2 ± 0.2 に調整し、水を加えて全量を 200 ml としたもの(冷暗所で保存する。)

(12) シアン化物イオン標準液(CN⁻:100 mg/L)

シアン化カリウム 250 mg を水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)に溶かして全量フラスコ 1,000 ml に移し入れ、水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)を標線まで加えたもの(濃度を規格 38.2 a) 7)によって標定する。)

(13) シアン化物イオン標準液(CN⁻:10 mg/L)

シアン化物イオン標準液(CN⁻:100 mg/L) 10ml を全量フラスコ 100 ml に採り、水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)を標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

(14) シアン化物イオン標準液(CN⁻:1 mg/L)

シアン化物イオン標準液(CN⁻:10 mg/L) 10 ml を全量フラスコ 100 ml に採り、水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)を標線まで加えたもの(使用時に調製する。)

2 装置

装置の基本構成は(a)から(f)まで及び図(ポンプの流速はコイルの内径により前後することがある。)による。

(a) 送液部

脈動の小さいポンプを用いること。

(b) 試料導入部

試料を吸引していないときは、水を吸引する機構を有するもの

(c) 蒸留器

145 °Cに加熱可能なコイル状の細管が入った加熱槽、気液分離管及び水冷式冷却管で構成されたもの

(d) 反応部

化学的に不活性な内径約1~2 mm の管で、デッドボリュームのできるだけ小さなガラス製又は合成樹脂製の部品及び 60 °Cの温度に加熱保持できる恒温槽で構成されたもの

(e) 検出部

波長 638 nm 付近での測定が可能な吸光光度検出器を用いること(反応後に気泡を除去した後に検出器により信号を観測する。データ処理装置などで信号処理をして検出における気泡の影響を除くことができる場合にあっては、気泡の除去をしなくてもよい。)

(f) 記録部

検出器からの信号を記録できるもの

3 試料の採取及び保存

試料の採取には、共栓ポリエチレン瓶を用いる(化学的に不活性な共栓ポリプロピレン瓶、共栓ポリスチレン瓶又は共栓ポリカーボネート瓶を用いてもよい)。試験は試料採取後

直ちに行う。直ちに試験できずに保存する場合は、水酸化ナトリウム溶液(200 g/L)又は水酸化ナトリウムを加えて、pH 約 12 とし、0~10 °Cの暗所で保存する(残留塩素などの酸化性物質が共存する場合にあっては、L(+)-アスコルビン酸を加えて完全に還元した後、pH 約 12 とする。)

4 試験操作

- (1) 分析装置及び検出器を作動できる状態にして、各種溶液をポンプで送液し、ベースラインが安定するまで待つ。その際、流れの気泡の間隔が乱れていないことを確認する。
- (2) 予想される試料の濃度より高いシアン化物イオン標準液を分析装置に導入して、検出器の感度を調整する。
- (3) チオシアン酸イオンなどの共存物の影響がないように試料導入時間及び水による洗浄時間を設定する。
- (4) 定めた条件で標準液又は試料の一定量を試料導入部より導入して、ピークを記録する(10~20 試料ごとに、検量線の間濃度の検量線用標準液を測定し、検量線測定時の応答と比較して測定の結果に支障を与えないことを確認する。)
- (5) 5により作成した検量線を用いて全シアン濃度を求める(測定終了後は、流路内に残存する試薬溶液などを洗い流すために水などで各流路を十分に洗浄する。)

5 検量線の作成

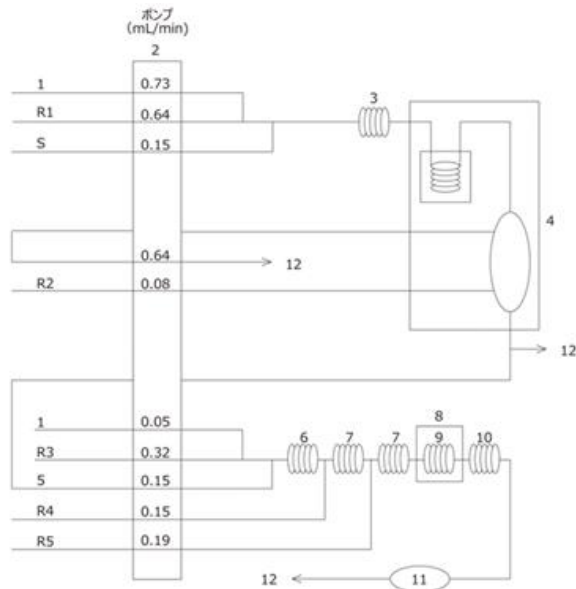
- (1) 試料中の全シアンの濃度に応じて検量線の適用範囲を決定する。
- (2) シアン化物イオン標準液(CN⁻:10 mg/L)又はシアン化物イオン標準液(CN⁻:1 mg/L)を水酸化ナトリウム溶液(0.01 mol/L)で希釈して5段階以上の濃度の検量線用標準液を調製する(測定に用いる分析条件で各々の検量線用標準液を測定する。)
- (3) 試料と同様の条件で検量線用標準液を測定して検量線用標準液の濃度と吸光度又はその比例値のピーク高さから検量線を作成する。
- (4) 検量線の作成は試料測定時に行う。

備考

- 1 油分又は還元性物質が共存する試料には本方法は使用できない。
- 2 試料の測定時のピーク形状に異常がなく、ベースラインの変動が測定の結果に支障を与えないことを確認する。試料測定時のピーク形状の異常やベースラインの変動が測定の結果に支障を与えると認められる場合は、本方法は使用できない。
- 3 この測定方法の定量下限は、0.1mg/Lである。
- 4 結果の検証のために、測定に用いた流路図及び測定のフローチャートなどを保管すること。
- 5 この測定方法における用語の定義その他でこの測定方法に定めない事項について

は、日本工業規格に定めるところによる。

図



- R1: 蒸留試薬溶液 (pH2以下)
- R2: 吸収溶液
- R3: 発色用緩衝液 (pH7.2)
- R4: クロラミンT溶液
- R5: 4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン溶液
- S: 試料または水
- 1: セグメントガス(空気)
- 2: ポンプ
- 3: 混合コイル(内径1~2mm, 長さ0.5m)
- 4: 蒸留器(145°C, 細管の内径1~2mm, 長さ3m)
- 5: 留出液
- 6: 混合コイル(内径1~2mm, 長さ0.25~0.5m)
- 7: 反応コイル(内径1~2mm, 長さ0.25~0.5m)
- 8: 恒温槽(60°C)
- 9: 反応コイル(内径1~2mm, 長さ2.5~3m)
- 10: 冷却コイル(内径1~2mm, 長さ1~2m)
- 11: 検出器(波長 638nm 光路長 30mm)
- 12: 廃液