



氰化物的离子色谱仪-柱后衍生法形态分析 (1) — LC

■说明

关于自来水中的氰化物离子、氯化氰，2003年5月30日公布了水质标准相关省令的修改（厚生劳动省令第101号；2004年4月1日施行）*，2003年7月22日，通知了其检测方法（厚生劳动省告示第261号）。在此次修改中，氰检测方法中收录了离子色谱仪-柱后衍生法。氰的水质标准值为0.01mg/L，作为氰化物离子与氯化氰的合计值。对此分析的分析装置，要求在标准值1/10浓度的0.001 mg/L (1 μg/L) 下，达到CV10%以内的精度。告示法中规定，使用离子交换色谱柱分离氰化物离子、氯化氰后，利用4-吡啶羧酸-吡啶酮柱后衍生法，在可见638nm上进行检测。

*2007年11月14日部分修改

■分析条件

(分离)

色谱柱: Shim-pack Amino-Na

(100 mmL. × 6.0 mmI. D.)

流动相: 10 mmol/L 酒石酸钠缓冲液

(pH=4.2)

流量: 0.6 mL/min.

色谱柱温度: 40 °C

(柱后衍生反应)

第1反应

反应液: 含1.8mmol/L 氯胺T的100mmol/L

磷酸缓冲液

流量: 0.5 mL/min

反应温度: 40 °C

第2反应

反应液: 14.4 mmol/L 1- 苯基-3-甲基-5-吡啶啉

酮+48.3 mmol/L 4- 吡啶羧酸钠

流量: 0.5 mL/min

反应温度: 100 °C

检测: 吸光度检测器 638 nm

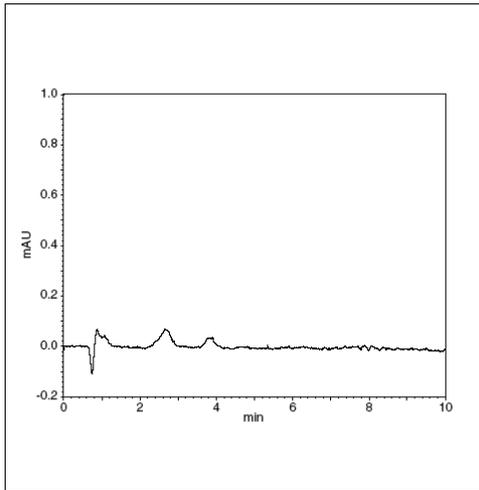


图 1.14.1 自来水的色谱图

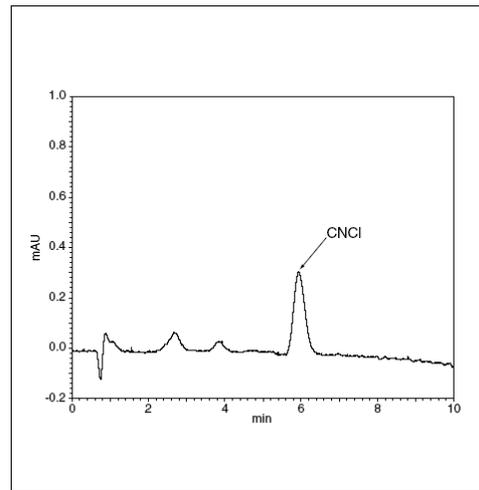


图 1.14.2 自来水 (氰化物离子1 μg/L 添加) 的色谱图