

シアン化合物

埼玉県環境科学国際センター
水環境担当

設定濃度

No.	名称	化学式	調製濃度
①	シアン化合物イオン標準液 1000 mg/L	CN ⁻	0.20 mg/L (CN として)
②	ヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム 三水和物(フェロシアン化カリウム)	K ₄ Fe(CN) ₆	0.20 mg/L (CN として)
③	水酸化ナトリウム	NaOH	200 mg/L

- 設定シアン濃度: 0.40mg/L
- ①は蒸留無しで検出可能
- ②は蒸留で検出可能に

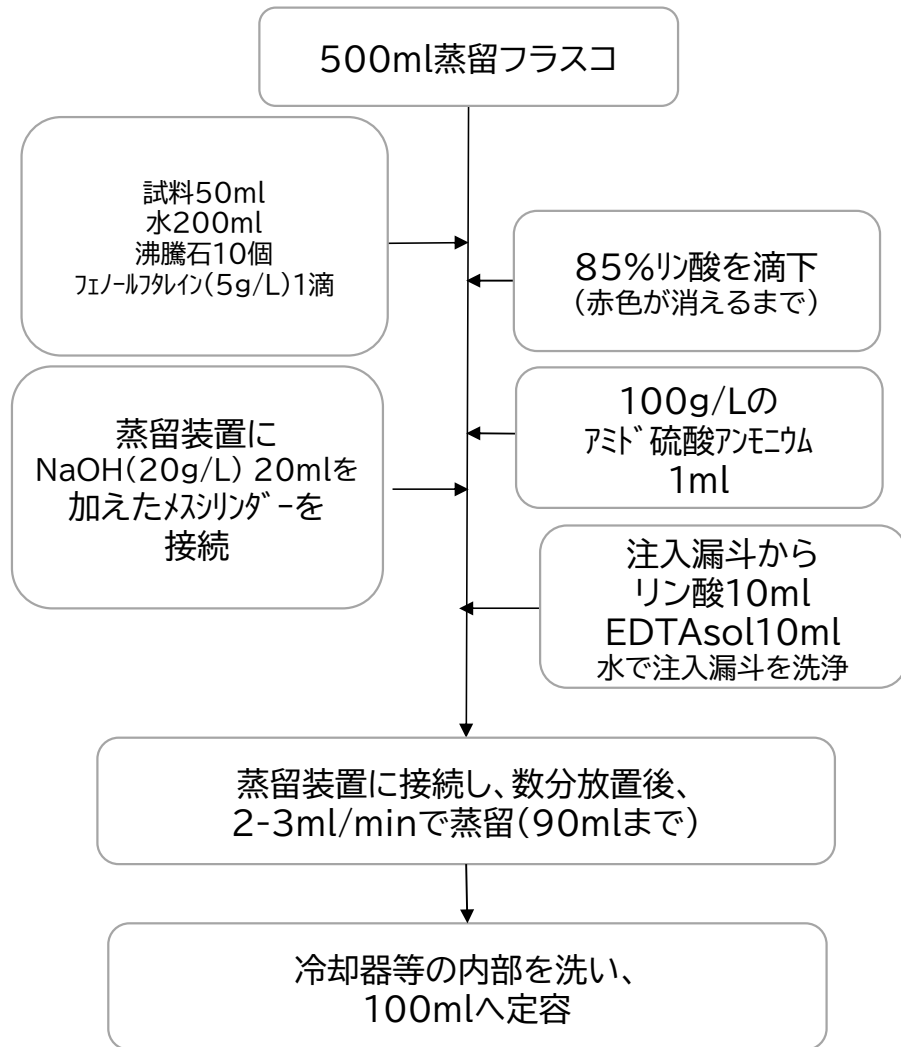
シアン分析について

- ▣ 以前に流れ分析が追加されたものの、従来の前処理が必要な状態
- ▣ 現在は流れ分析の装置で一貫したCN分析が可能
- ▣ 従来の500mLのメスフラスコを使う蒸留に加えて、小型蒸留も可能
- ▣ JISの改定(分冊化)により、条番号が変更

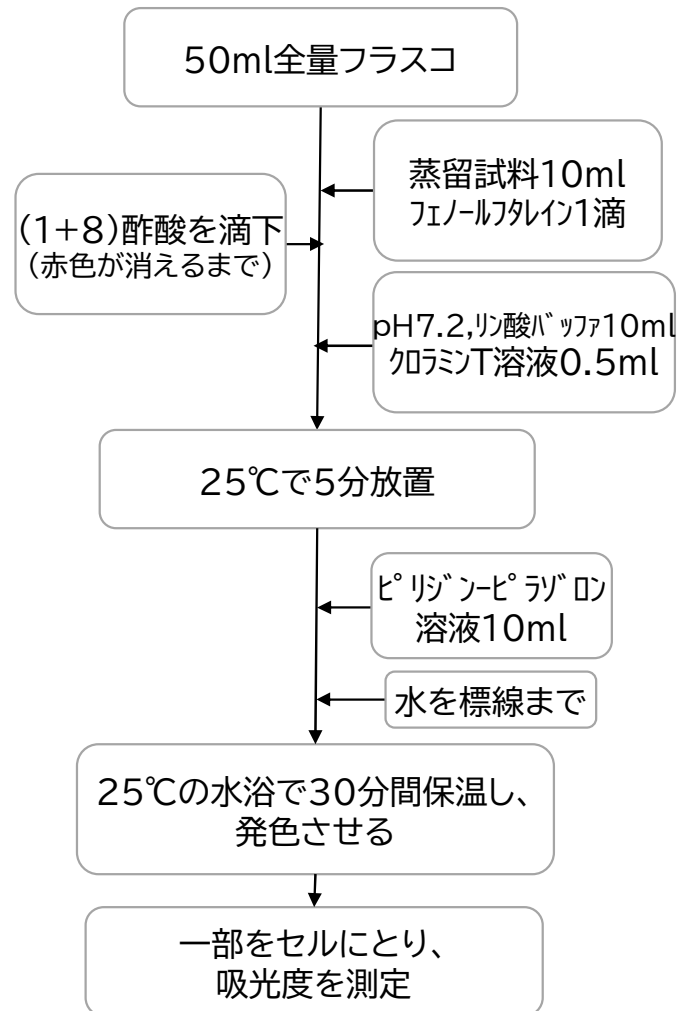
蒸留方法と測定条件

蒸留方法	測定条件	機関数
蒸留(9.3.2)(500 mLの蒸留フラスコ)	ピリジン-ピラゾロン吸光光度法 (9.4)	4
	4-ピリジンカルボン酸- ピラゾロン吸光光度法 (9.5)	11
蒸留(9.3.3)(小型蒸留装置)	ピリジン-ピラゾロン吸光光度法 (9.4)	0
	4-ピリジンカルボン酸- ピラゾロン吸光光度法 (9.5)	2
蒸留(付表1)(流れ分析法に付属する蒸留装置)	流れ分析法 (9.6)	9
通気法		1

蒸留(9.3.2)



発色(9.5)



※ 標準物質, Blankも同様に処理する

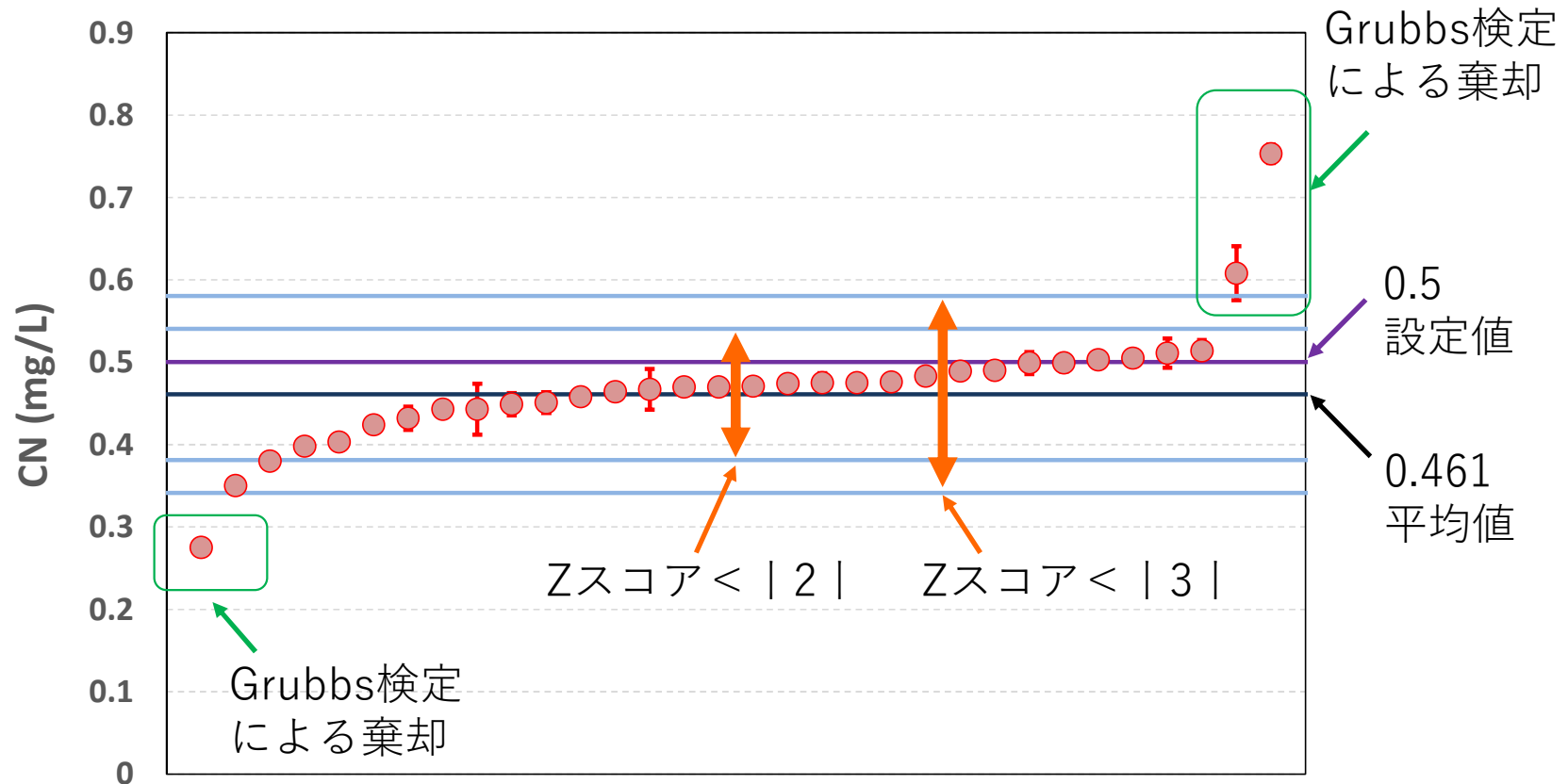


H28年度とR7年度の比較

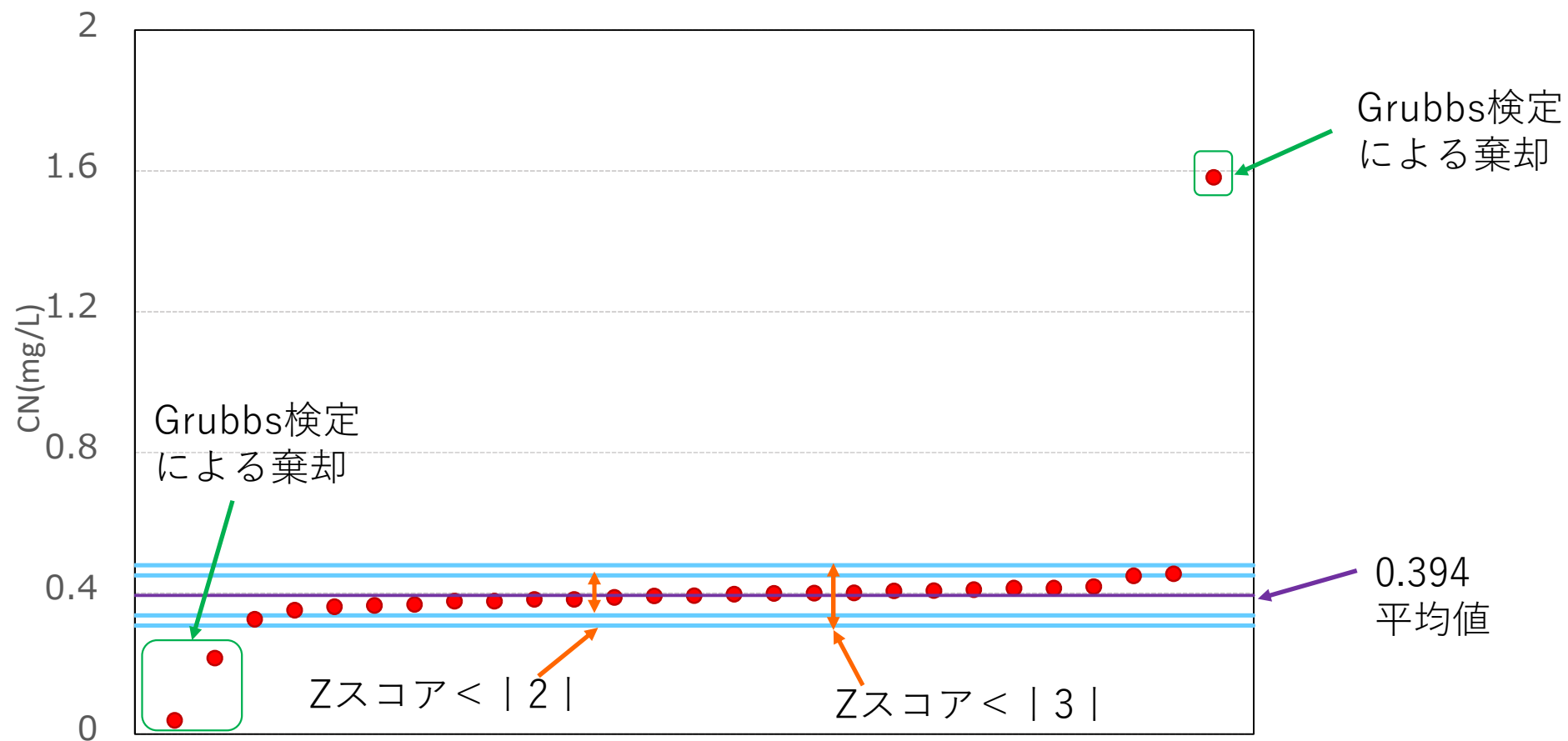
項目	参加 事業所数	平均値 (mg/L)	最大値 (mg/L)	最小値 (mg/L)	標準偏差	室間 精度CV (%)	調製濃度 (mg/L)
2016 (H28)	32 (29)	0.469 (0.461)	0.753 (0.514)	0.275 (0.350)	0.077 (0.040)	16.4 (8.6)	0.50
2025 (R7)	27 (24)	0.418 (0.394)	1.657 (0.478)	0.037 (0.315)	0.246 (0.029)	58.8 (7.3)	0.40

- ()内は棄却検定後の値
- 2025(R7)は設定値に対して近い結果

平均値、設定値、棄却など(2016 H28)



平均値、設定値、棄却など(2025 R7)



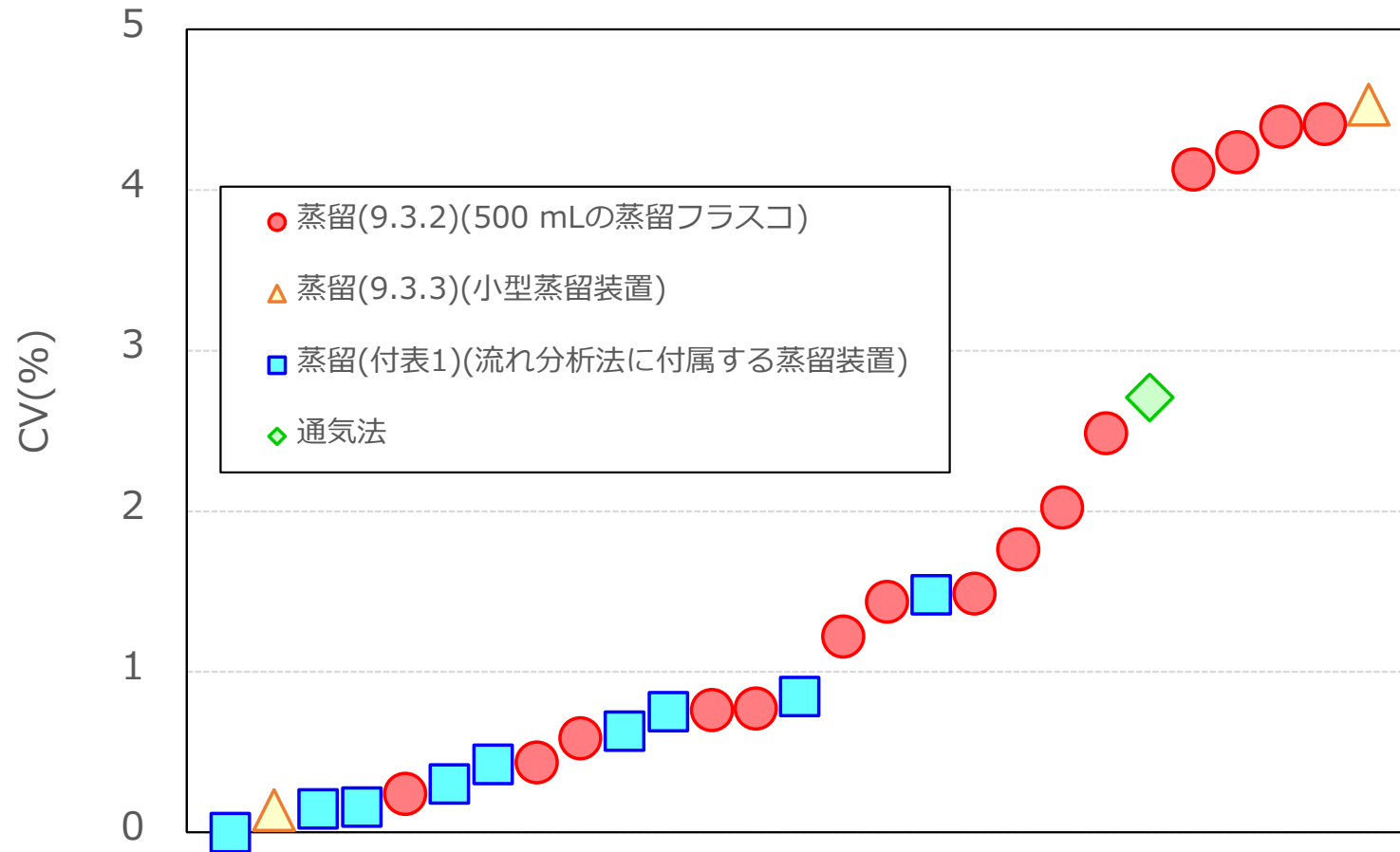
蒸留方法と測定条件

蒸留方法	測定条件	機関数		平均値 (mg/L)	
		全部	検定後	全体	検定後
蒸留(9.3.2)(500 mL)	ピリジン-ピラゾロン吸光光度法 (9.4)	4	4	0.382	0.382
	4-ピリジンカルボン酸- ピラゾロン吸光光度法 (9.5)	11	9	0.467	0.390
蒸留(9.3.3)(小型)	ピリジン-ピラゾロン吸光光度法 (9.4)	0	0		
	4-ピリジンカルボン酸- ピラゾロン吸光光度法 (9.5)	2	2	0.436	0.436
蒸留(流れ分析法)	流れ分析法 (9.6)	9	9	0.394	0.394
通気法		1	0	0.216	

□ 2016 H28の結果

	機関数	平均値 (mg/L)	
		分析値	標準偏差
1 蒸留→ピリジン-ピラゾロン吸 光光度法	6	0.450	0.009
2 蒸留→4-ピリジンカルボン酸 -ピラゾロン吸光光度法	24	0.461	0.009
3 蒸留→流れ分析法	2	0.482	0.002

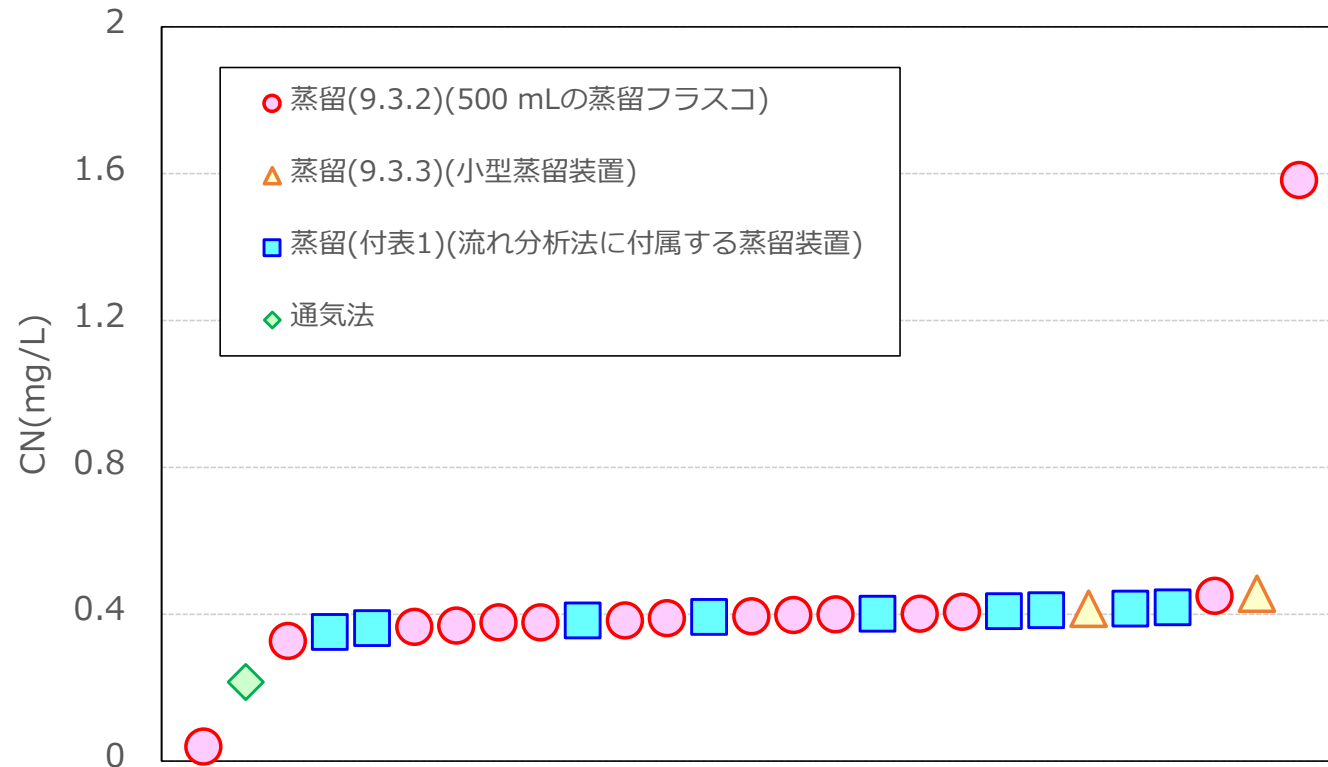
繰り返し分析精度



平均:1.6%

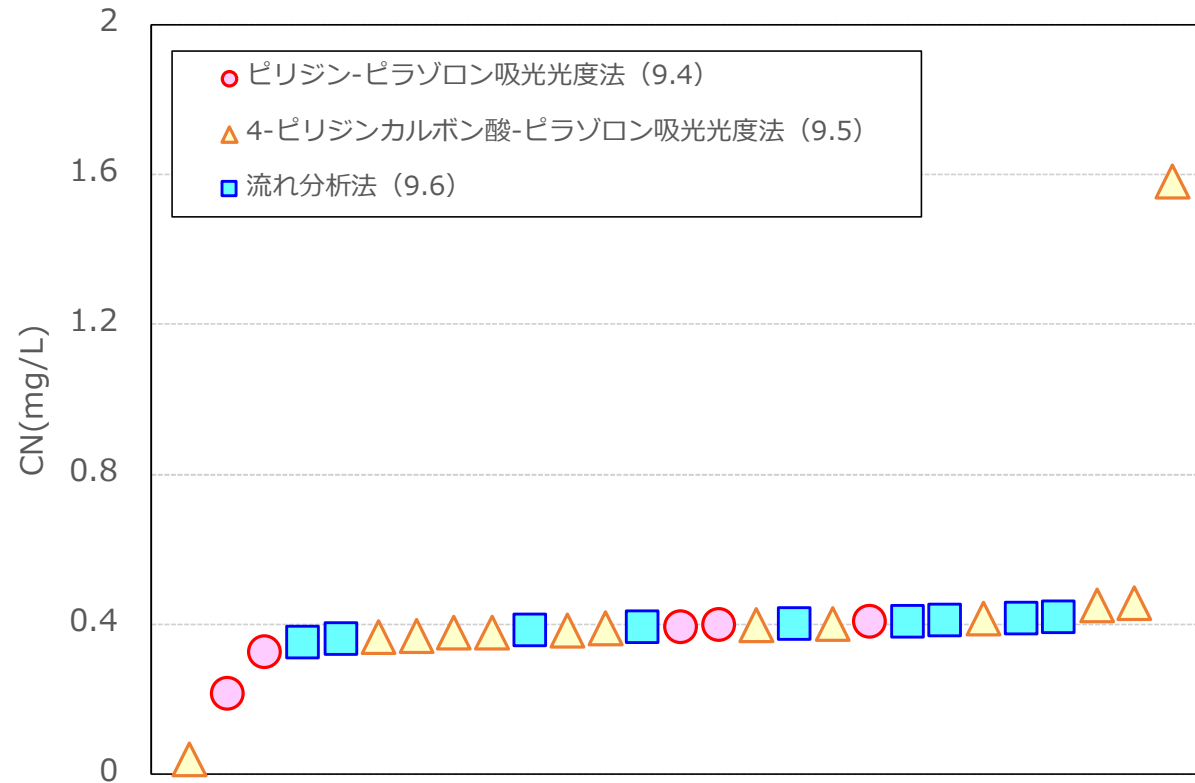
流れ分析でCVが低く、分析値が安定している傾向

蒸留方法



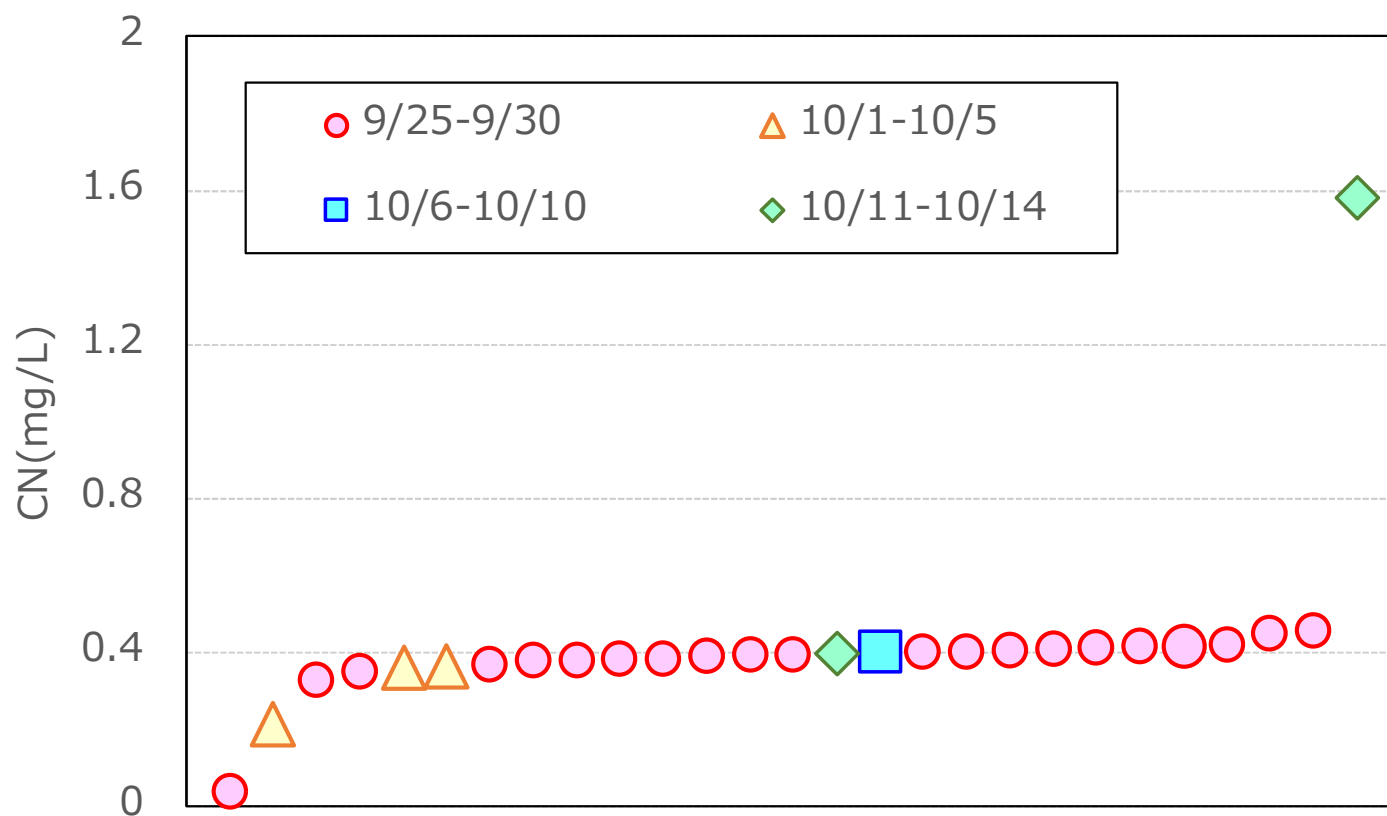
	機関数	平均値 (mg/L)	
		平均値 (全部)	平均値 (検定後)
蒸留(9.3.2)(500 mLの蒸留フラスコ)	15	0.444	0.388
蒸留(9.3.3)(小型蒸留装置)	2	0.436	0.436
蒸留(付表1)(流れ分析法に付属する蒸留装置)	9	0.394	0.394
通気法	1	0.216	

分析方法



	機関数	平均値 (mg/L)	
		平均値 (全部)	平均値 (検定後)
ピリジン-ピラゾロン吸光光度法 (9.4)	5	0.348	0.382
4-ピリジンカルボン酸-ピラゾロン吸光光度法 (9.5)	13	0.462	0.399
流れ分析法 (9.6)	9	0.394	0.394

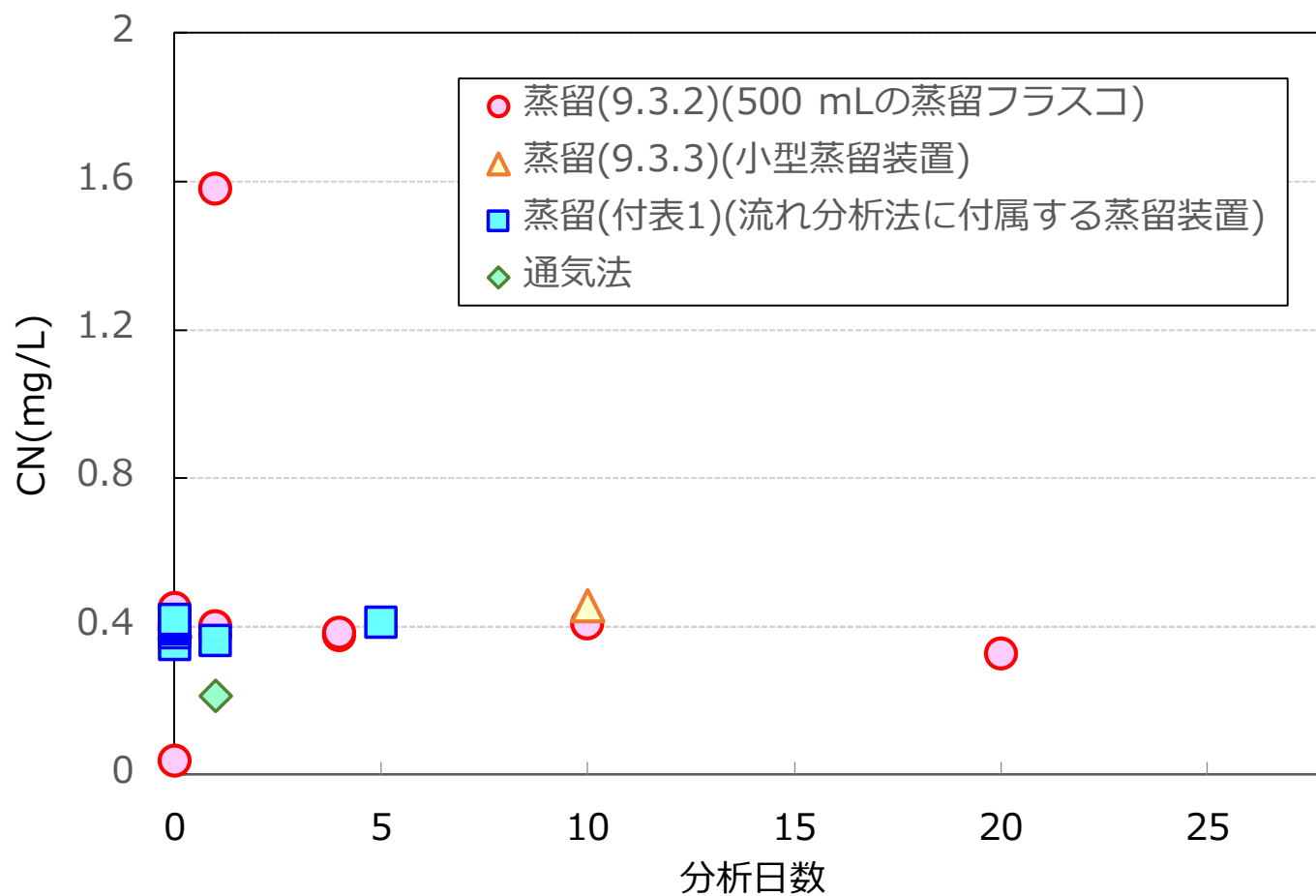
分析開始日



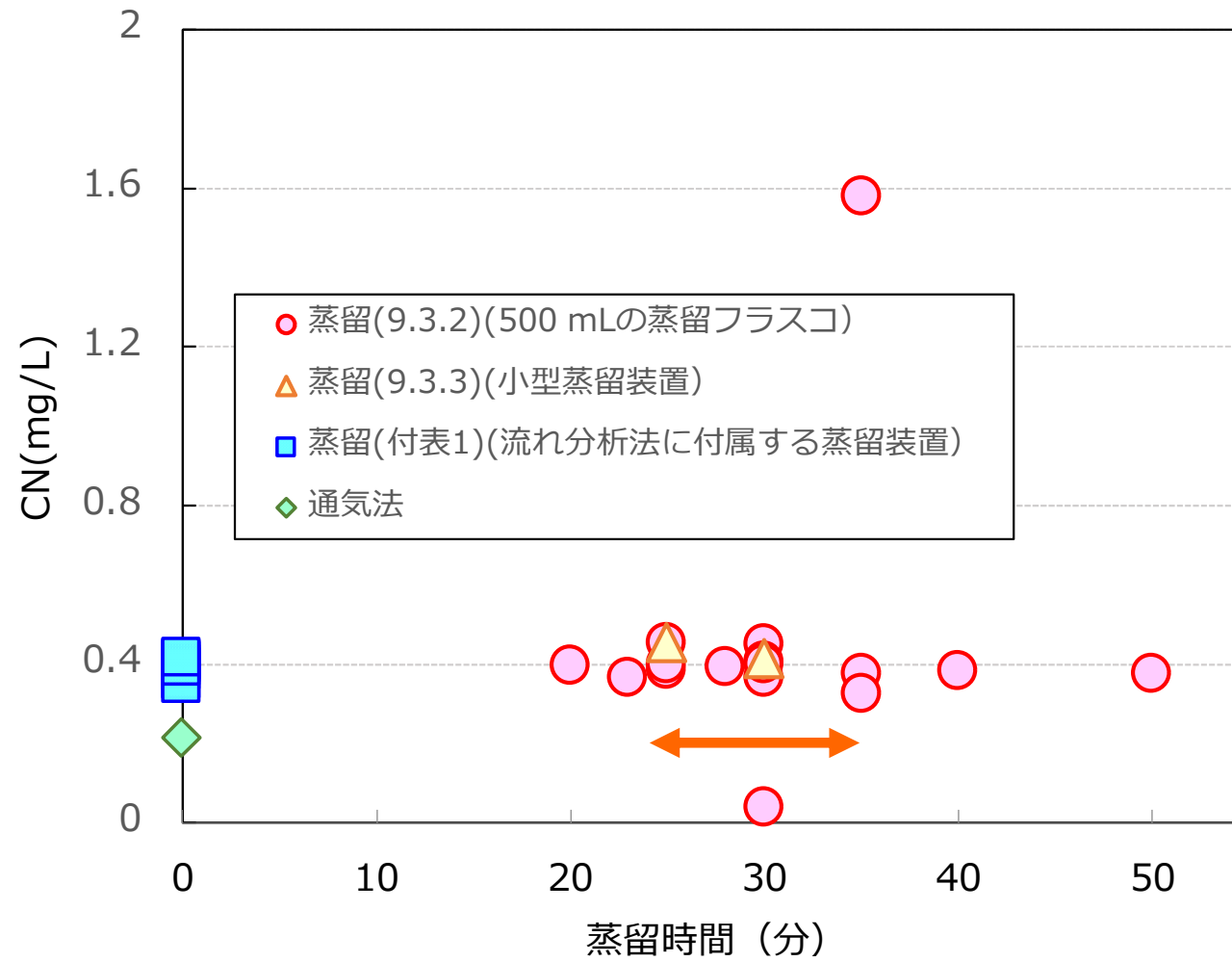
分析日数：当日中 16機関

平均2.15日、最大20日

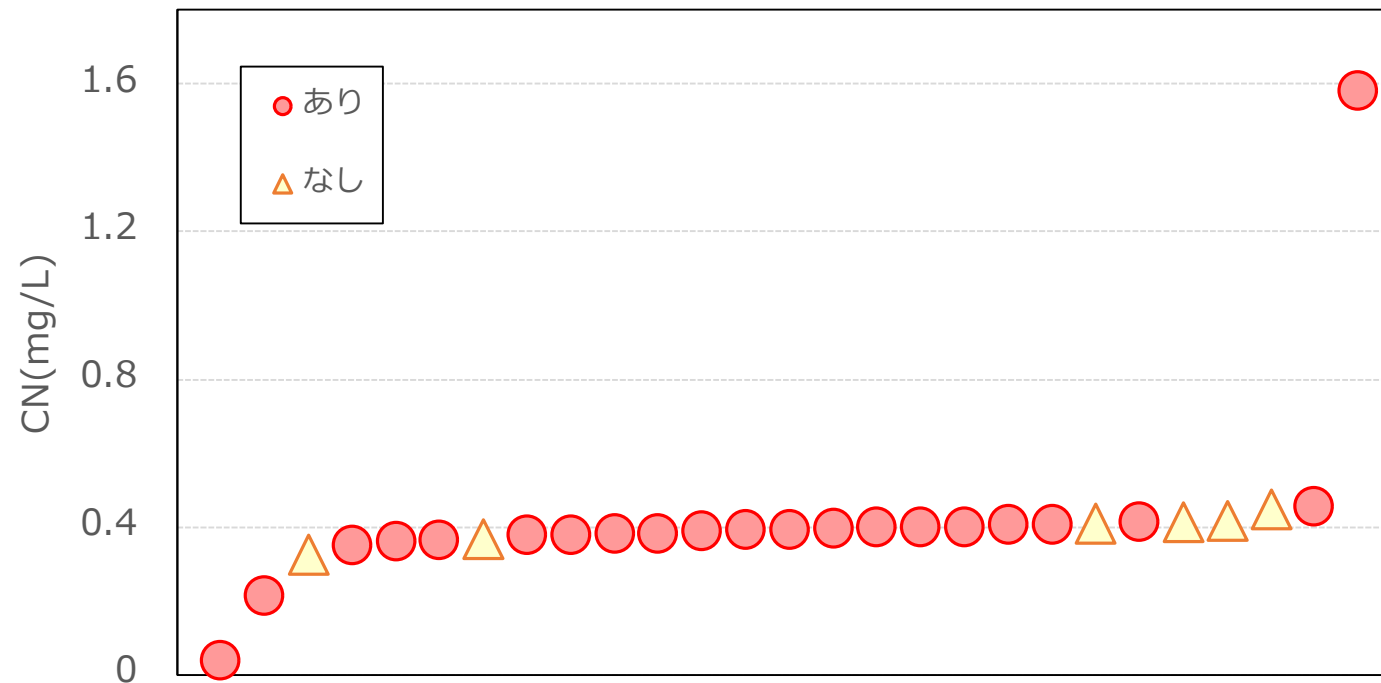
分析方法と分析日数



蒸留時間

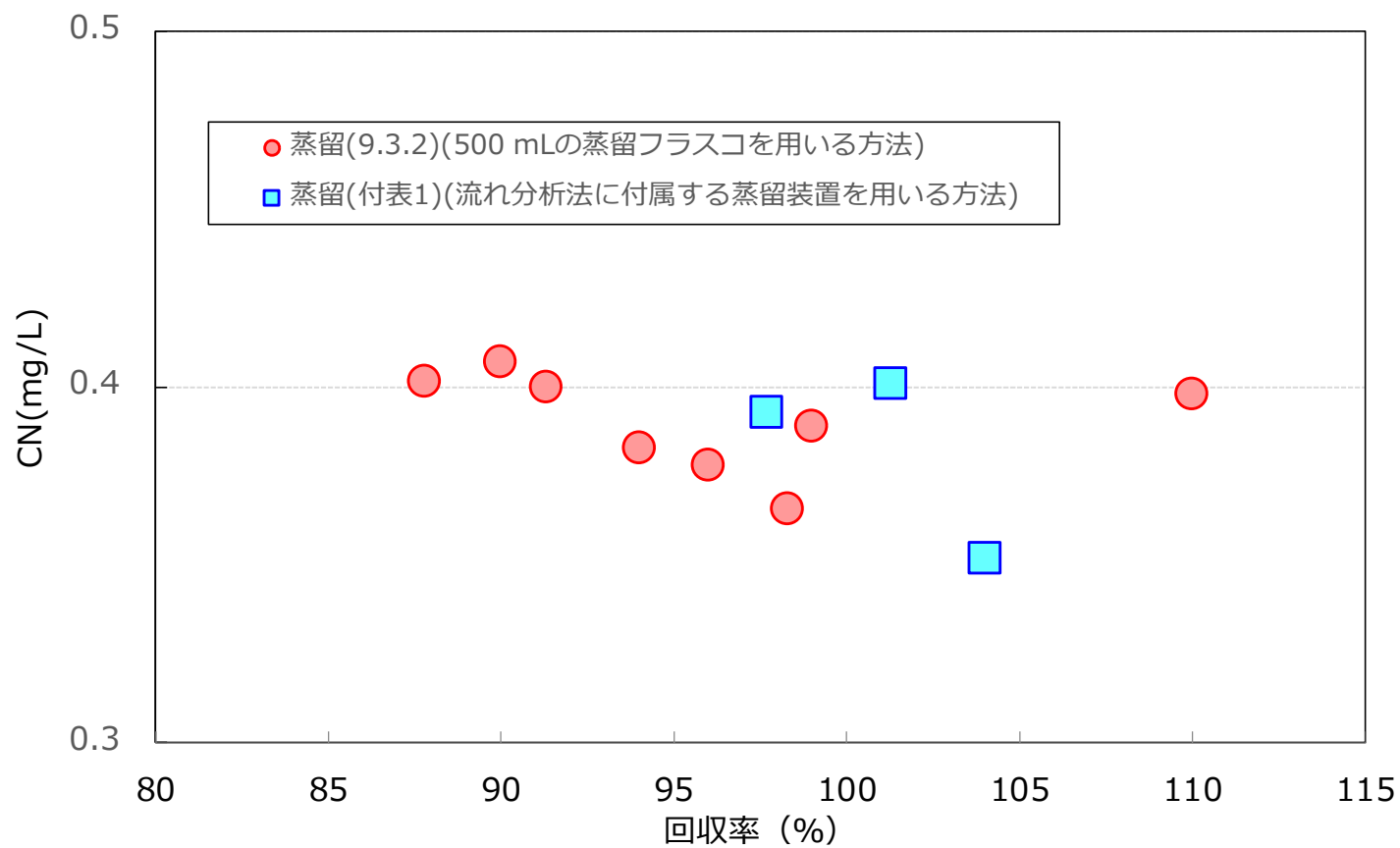


空試験のあるなし

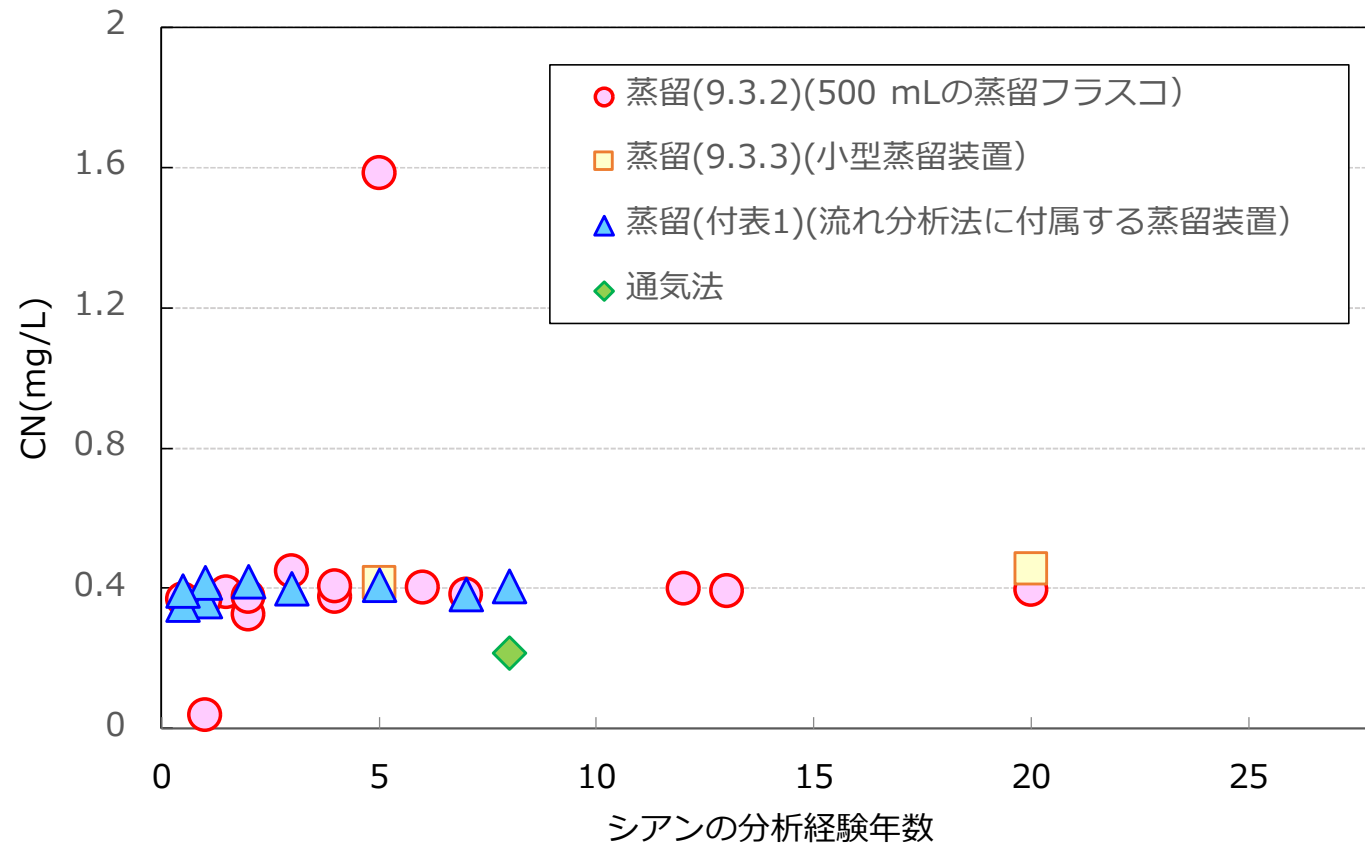


平均値(mg/L)			
		平均値 (全部)	平均値 (検定後)
	機関数	分析値	分析値
あり	21	0.424	0.392
なし	6	0.399	0.399

回収率試験



シアン分析の経験年数



蒸留装置メーカー名

蒸留方法	装置のメーカー名	装置の型式
蒸留(9.3.2)(500 mLの蒸留フラスコ)	スギヤマゲン	P-280-6GS
		P421-3GS
		P-521-5ELC
		EHP-382-5EL
		EHP521-3ELC
		EH-P521-5ELC
	宮本理研工業	AFC-86DX
		AFC-82DX
		AFR-6DX(S)
		CGR-6D
	三商	81-0131
蒸留(9.3.3)(小型蒸留装置)	スギヤマゲン	P-26-GS
	三菱化学アナリテック	DS-5000
蒸留(付表1)(流れ分析法に付属する蒸留装置)	ビーエルテック	D2BX-03
		MiSSion
		synca

小型蒸留装置



□ スギヤマゲンHPより 21

その他事項

- その他の内部精度管理実施は3機関(定量下限の確認、検量線の傾き、添加回収試験、頻度を定めている機関も)
- 検量線の段階は3～8、 r^2 は0.9857～1.000
- 空試験は6機関で未実施
- 25℃に保つための手段は水浴と常温が多い、1機関がインキュベーター使用
- イオンクロマトグラフでも測定し、妨害物質(塩化物イオンや亜硝酸イオン)の有無を確認した事例も

気が付いたこと

- 検定後の平均値は設定値に近く、外れ値を出した機関以外に大きな問題はないと思われる
- 外れ値の原因は、計算間違い×2、前処理が不適切であった(計算間違いは管理体制の強化・適正化で検出できる可能性がある)
- 流れ分析への移行が多く、小型蒸留の導入もある
- 流れ分析はばらつきが少なく、分析終了までの日数が短い

分析の注意点

- 希釈/濃縮操作

蒸留に供した試料量、留出液の液量、メスフラスコの容量、検液の液量

- 検体の濃度の計算

検量線の傾き、試料の吸光度、Blankの吸光度、希釈濃縮倍率

- 蒸留操作の回収率

回収率の確認、留出速度2-3ml/min

- 共存物質の影響

亜硝酸イオン、酸化性物質、油脂、硫化物

- 流れ分析のチャート

ベースラインの安定、ピークの重なりへの注意