

Application News

No. L498

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用离子色谱柱后衍生化法分析矿泉水中的氰化物和氯化氰

Analysis of Cyanide Ion and Cyanogen Chloride in Mineral Water by Post-Column Ion Chromatography

2014年12月22日，日本颁布了牛奶和奶制品成分标准的相关指令，以及食品、添加物等规格基准的部分修订指令（日本厚生劳动省令第141号、厚生劳动省告示第482号；同日实施），还规定了有关试验方法（食安发1222第4号）。

指令中规定，矿泉水中的氰标准值为0.01 mg/L（氰化物离子和氯化氰的总值），试验方法为离子色谱柱后衍生化法。

本文向您介绍按照修订后的清凉饮料水试验方法（以下称为“指令”），使用岛津氰化物分析系统对矿泉水中的氰化物离子和氯化氰进行分析的示例。

■ 分析方法

Analytical Method

按照指令规定，使用离子排斥柱将氰化物离子和氯化氰分离，然后使用4-吡啶羧酸吡啶酮法进行柱后衍生化，在波长638 nm处进行检测。柱后衍生化反应分两步进行，第一步利用氯胺T溶液进行氯化，第二步利用1-苯基-3-甲基-5-吡啶酮/4-吡啶羧酸溶液进行显色。

图1为按照指令规定的岛津氰化物系统流路图。

■ 标准物质的分析

Analysis of Standard Substances

图2为注入了氰化物离子和氯化氰标准溶液（各0.01 mg/L）100 μL的分析结果。表1为分析条件。

表1 分析条件
Analytical Conditions

<分离>	
色谱柱	: Shimpack-Amino Na (100 mm L. × 6.0 mm I.D.)
保护柱	: Shimpack CN(G) (10 mm L. × 6.0 mm I.D.)
流动相	: 10 mmol/L 酒石酸盐 (钠盐) 缓冲液
流动相流速	: 0.6 mL/min
柱温	: 40 °C
<柱后衍生反应>	
第一步反应	
反应溶液	: 100 mmol/L 磷酸盐 缓冲液 含 3.6 mmol/L 氯胺 T
反应溶液流速	: 0.5 mL/min
反应温度	: 100 °C
第二步反应	
反应溶液	: 28.7 mmol/L 1-苯基-3-甲基-5-吡啶酮 + 96.5 mmol/L 4-吡啶羧酸盐 (钠盐)
反应溶液流速	: 0.5 mL/min
反应温度	: 100 °C
检测器	: SPD-20AV 638 nm (光源: W)

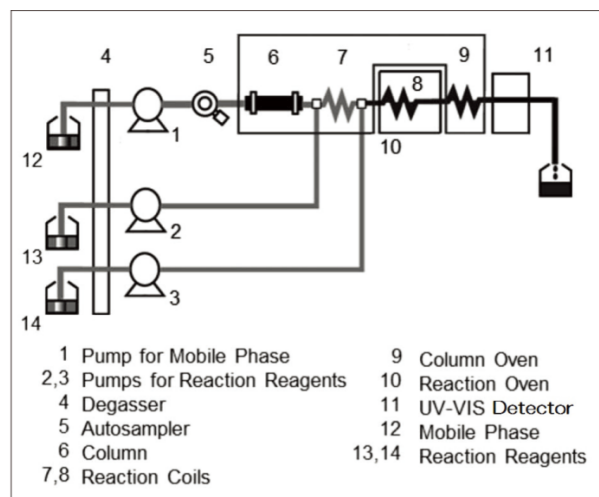


图1 流路图
Flow Diagram

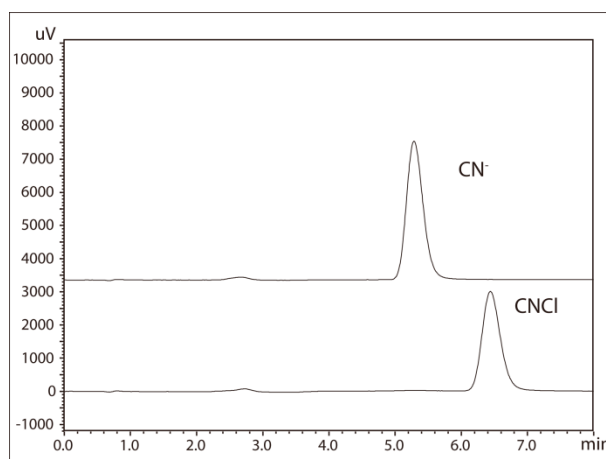


图2 氰化物离子和氯化氰标准溶液的色谱图（各0.01 mg/L）
Chromatograms of Standard Cyanide Ion and Cyanogen Chloride Solutions
(0.01 mg/L each)

■ 线性

Linearity

图3为氰化物离子和氯化氰标准溶液的标准曲线。按照指令规定的0.0025~0.025 mg/L浓度范围绘制。结果表明, 相关系数(R^2)在0.999以上, 线性良好。

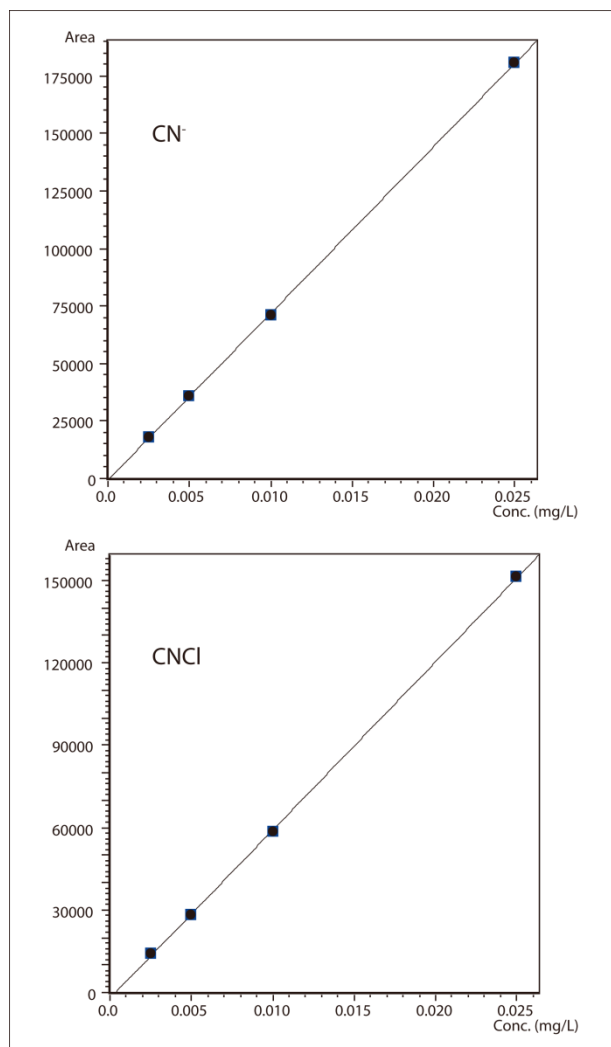


图3 标准曲线的线性 (上图: 氰化物离子, 下图: 氯化氰)
Linearity of Calibration Curves
(Upper: Cyanide, Lower: Cyanogen Chloride)

■ 矿泉水的分析

Analysis of Mineral Water

图4~6为进样100 μL不同硬度的三种矿泉水的测定结果。指令中规定, 分析矿泉水时与自来水不同, 不需要向样品中添加磷酸缓冲液。

图7为进样100 μL添加了氯化氰标准溶液0.001 mg/L(1/10标准值)的矿泉水的测定结果。

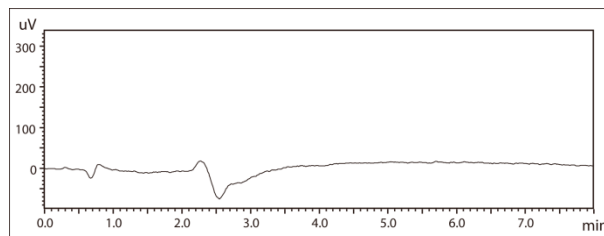


图4 矿泉水A (硬度 64 mg/L) 的色谱图
Chromatogram of Mineral Water A (Hardness 64 mg/L)

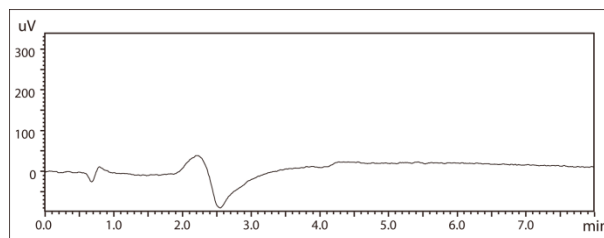


图5 矿泉水B (硬度 323 mg/L) 的色谱图
Chromatogram of Mineral Water B (Hardness 323 mg/L)

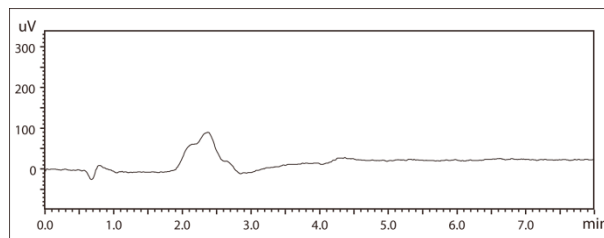


图6 矿泉水C (硬度 1491 mg/L) 的色谱图
Chromatogram of Mineral Water C (Hardness 1491 mg/L)

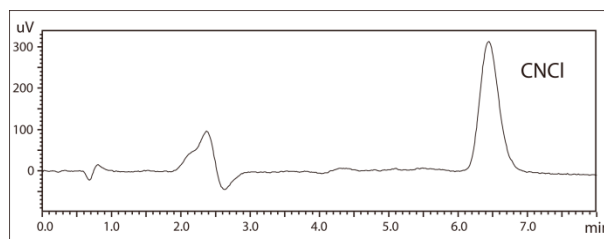


图7 矿泉水C (添加 0.001 mg/L 的氯化氰标准溶液) 的色谱图
Chromatogram of Mineral Water C
(Spiked with 0.001 mg/L Standard Cyanogen Chloride Solution)