

# 异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法测定水中总氰化物的探讨

曾嘉

(上海市环境监测中心, 上海 200030)

**摘要:** 对异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法测定水中总氰化物的试验条件进行了探讨, 分析了蒸馏时馏出液体积对结果的影响, 明确了显色剂的配制及保存时效等问题。提出样品预蒸馏时可适当减少馏出液的收集体积, 测定结果无显著性差异; 将氯胺 T、异烟酸 - 巴比妥酸试剂在冰箱中于 4 °C 保存, 在正常情况下可稳定使用 4 周。

**关键词:** 总氰化物; 异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法; 水质

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2012)03-0072-03

## Discussion on Determination of Total Cyanides in Water by Isonicotinic Acid/Barbituric Acid Spectrophotometry

ZENG Jia

(Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai 200030, China)

**Abstract:** The test condition was discussed on determination of total cyanide in water by isonicotinic acid/barbituric acid spectrophotometry. Influence factor of distillate liquid volumes during distillation time on the test was analyzed. Preparation of colour-display reagent and store time were identified. It made some suggestion such as reducing distillate quantity collected during distillation at no significant differences of test results, storing solution of chloramine-T and isonicotinic acid-barbituric acid in a refrigerator to keep temperature at 4 °C, usually which solution could be stable in 4 weeks.

**Key words:** Total cyanide; Isonicotinic acid-barbituric acid spectrophotometry; Water quality

水中总氰化物的测定方法通常有硝酸银滴定法、吡啶 - 巴比妥酸光度法、电极法、异烟酸 - 吡唑啉酮光度法和异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法<sup>[1]</sup>, 其中异烟酸 - 吡唑啉酮光度法是目前大部分实验室采用的方法<sup>[2-5]</sup>, 但该方法对显色温度要求较高, 且显色时间过长。异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法灵敏度高, 显色条件简单, 显色时间短, 与其他方法的比对结果也证明其易于推广<sup>[6-8]</sup>。然而在实际应用中, 该方法实验步骤比较繁琐, 操作要求严格, 如掌握不当, 则难以获得准确的测定结果。今对异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法测定水中总氰化物的试验条件进行探讨, 分析了蒸馏时馏出液体积对结果的影响, 明确了显色剂的配制及保存时效等问题。

### 1 试验

— 72 —

#### 1.1 主要仪器与试剂

UV-2501 型分光光度计, 日本岛津公司; 可调电炉(600 W 或 800 W)。

50.0 mg/L 氰化钾标准溶液, 国家标准物质中心; 15 g/L 氢氧化钠溶液; 磷酸二氢钾溶液(pH 值 = 4.0); 10 g/L 氯胺 T 溶液; 异烟酸 - 巴比妥酸显色剂: 称取 2.50 g 异烟酸和 1.25 g 巴比妥酸, 溶于 100 mL 15 g/L 氢氧化钠溶液。

#### 1.2 试验方法

校准曲线绘制与样品分析均参照文献 [9]。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 样品预蒸馏对测定结果的影响

收稿日期: 2011-07-09; 修订日期: 2012-04-17

作者简介: 曾嘉(1977—), 女, 上海人, 工程师, 大学, 从事环境监测工作。

样品的预蒸馏过程耗时较长,一般规定当蒸馏的水样体积为 200 mL 时,在接收瓶内馏出液体积接近 100 mL 时停止蒸馏<sup>[9]</sup>。在实际工作中,特别是当样品数量较多需要分批蒸馏时,如果能缩短蒸馏时间,则能提高分析效率。对 202245 号质控标

样  $[(65.6 \pm 5.8) \mu\text{g/L}]$  和 202246 号质控标样  $[(0.126 \pm 0.011) \text{mg/L}]$  作蒸馏预处理,分别收集不同体积的馏出液,定容至 100 mL 后平行测定 3 次,结果见表 1。

表 1 质控标样在不同体积馏出液中的测定结果

Table 1 Test results of sample quality control in different distillate volumes

馏出液体积 V/mL	202245 号质控标样				202246 号质控标样			
	测定值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			测定均值 $\rho/(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	测定值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$			测定均值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$
100	67.8	66.5	64.7	66.3	0.125	0.130	0.122	0.126
95	65.0	62.6	68.5	65.4	0.123	0.129	0.127	0.126
90	63.9	66.5	65.8	65.4	0.125	0.120	0.125	0.123
85	62.0	70.9	60.0	64.3	0.128	0.121	0.122	0.124
80	62.2	60.8	61.5	61.5	0.119	0.125	0.123	0.122
75	64.4	64.3	62.3	63.7	0.127	0.121	0.123	0.124
70	65.5	60.9	62.1	62.8	0.120	0.122	0.118	0.120
65	61.2	64.1	64.3	63.2	0.121	0.121	0.119	0.120
60	60.1	64.3	63.4	62.6	0.118	0.119	0.117	0.118
55	58.9	59.2	60.3	59.5	0.114	0.113	0.116	0.114

由表 1 可见,当馏出液体积为 60 mL ~ 100 mL 时,两个质控标样的测定值均在保证值范围内,结果无显著性差异,能满足分析质控要求。样品预蒸馏时,应保证蒸馏装置的密闭性和吸收的完全性,而采取程序升温的方式,既可以保证吸收完全,又可以有效地防止样品爆沸或倒灌<sup>[10]</sup>。在日常工作中,可以根据实际情况减少馏出液的收集体积,缩短蒸馏时间。

## 2.2 试剂的配制要求

该方法需使用多种不同的试剂,每种试剂都必须按照标准要求准确配制,其中异烟酸 - 巴比妥酸显色剂的配制是影响整个试验的重要因素之一。在实际操作中发现,常温下即使异烟酸和巴比妥酸看似已完全溶解,而整个溶液仍呈混浊状态,往往需要将其置于电炉上加热至沸腾,才能得到澄清透明的溶液。这是因为异烟酸和巴比妥酸都易溶于碱和热水,微溶于冷水,沸点都在 200 °C 以上,只有在加热条件下才能完全溶解,同时不改变其化学性质,一些低沸点的杂质也可能因为沸腾而挥发。试

验中有时会遇到将试剂加热至沸腾得到了澄清透明的溶液,而冷却后又有杂质析出的情况。将这种显色剂加入水样后,15 min 内会产生白色絮状沉淀,导致比色无法进行。出现这种情况,大多与巴比妥酸试剂的纯度不够有关。根据经验,异烟酸选择化学纯即可,而巴比妥酸需选择分析纯。当使用新开封的巴比妥酸试剂时,应按上述方法先加热至沸腾,冷却后用蒸馏水做空白试验,放置 25 min,如无絮状沉淀产生,则可用于样品测定,否则应及时更换试剂。

## 2.3 试剂的保存时效

标准方法规定,氯胺 T、异烟酸 - 巴比妥酸试剂应临用时现配<sup>[9]</sup>,这在实际操作中既浪费人力、物力,又易对环境造成二次污染。试验了连续 4 周使用同一日期配制的氯胺 T、异烟酸 - 巴比妥酸试剂(不用时贮于棕色试剂瓶在冰箱中于 4 °C 保存),平行测定 202246 号质控标样 3 次,考察试剂的稳定性,结果见表 2。

表 2 试剂稳定性试验结果

Table 2 Stability test results of the reagent

保存时间 $t/d$	1	7	14	21	26	28	30	32
测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	0.118	0.125	0.124	0.125	0.122	0.116	溶液浑	溶液浑
	0.124	0.118	0.128	0.125	0.126	0.119	浊, 无法	浊, 无法
	0.122	0.120	0.124	0.125	0.125	0.119	测定	测定
测定均值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	0.121	0.121	0.125	0.125	0.124	0.118		
空白吸光值	0.002	0.003	0.002	0.001	0.001	0.002	0.015	0.033

由表 2 可见,两种试剂放置 4 周,测定值基本保持稳定;当试剂放置至第 5 周时,开始变得混浊,测定空白值偏高,不宜再使用。因此,将氰胺 T、异烟酸 - 巴比妥酸试剂在冰箱中于 4 °C 保存,可稳定使用 4 周。

### 3 结语

采用异烟酸 - 巴比妥酸分光光度法测定水中总氰化物,样品预蒸馏时可适当减少馏出液的收集体积,测定结果无显著性差异,提高了工作效率。配制的氰胺 T、异烟酸 - 巴比妥酸试剂在冰箱中于 4 °C 保存,在正常情况下可稳定使用 4 周,减轻了分析人员的工作量,降低了试验成本。

#### [参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 144 - 145.
- [2] 张磊,王丹君,吴小平. 异烟酸 - 吡唑啉酮光度法快速测定

- 水体中氰化物[J]. 理化检验 - 化学分册, 2004, 40(6): 341 - 342.
- [3] 汪澍. 异烟酸 - 吡唑啉酮光度法测定氰化物的方法研究[J]. 中国环境监测, 2002, 18(5): 32 - 33.
- [4] 李晓燕,钟琼燕. 异烟酸 - 吡唑啉酮光度法测定水中氰化物显色时间对结果的影响[J]. 环境监测管理与技术, 1999, 11(2): 45.
- [5] 肖丽. 异烟酸 - 吡唑啉酮法测定氰化物的探讨[J]. 环境监测管理与技术, 1999, 11(2): 40 - 41.
- [6] 杨代菱,谢能詠,刘右英. 异烟酸 - 巴比妥酸吸光光度法测定微量氰化物的探讨[J]. 环境科学与技术, 1980, 3(3): 39 - 42.
- [7] 陈忠. 浅谈测定水体中氰化物两种方法的比较[J]. 科技信息(学术研究), 2006(9): 308 - 309.
- [8] 孙乐接,余丽娟. 异烟酸 - 巴比妥酸法测定水中总氰化物[J]. 湖南有色金属, 2000, 16(4): 41 - 43.
- [9] 环境保护部. HJ 484 - 2009 水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2009.
- [10] 许锡炜,梁彩萍,董国华,等. 测定水中氰化物影响条件的实验研究[J]. 北方环境, 2011, 23(1-2): 76 - 79.

本栏目责任编辑 姚朝英

### · 简讯 ·

#### “体检”报告称地球严重超载 2050 年需 2.9 个地球

新京报消息 昨日 400 km 之外的国际空间站发布了《地球生命力报告 2012》报告称,过去 40 年,地球生命力下降了 28%,处于“很不健康”的状态。

昨日,兼任世界自然基金会(WWF)推广大使的欧洲航天局宇航员安德鲁·库佩斯从国际空间站向全球发布了该组织所做的《地球生命力报告》。“你可以从太空看到空气污染、水土流失和森林火灾,”安德鲁说,“我在太空可以看到人类活动对地球的影响,这些挑战都反映在报告中。”

《地球生命力报告》是由世界自然基金会(WWF)、伦敦动物学学会以及全球足迹网络共同编写。报告显示,1970 年到 2008 年间,地球生命力指数下降了 28%,其中热带的低收入国家下降了 61%,是重灾区。地球生命力指数跟踪记录全球 2 600 个物种中 9 000 多个种群的变化情况,衡量地球生态系统的健康状况。伦敦动物学学会环境保护主任约翰森·贝利说,“这是一份地球的体检报告,诊断结果显示地球现在很不健康。”报告显示,人类对自然资源的需求自 1966 年以来翻了一番,人类正在使用相当于 1.5 个地球的资源来维持生活。

WWF 中国副首席代表李琳说,按目前的模式预测,到 2030 年,人类将需要两个地球来满足生存需求,到 2050 年,人类需要 2.9 个地球。报告强调,人口增长和过度消费是造成环境压力的主要因素。李琳表示,到 2050 年,全球将有三分之二的人口生活在城市,目前全球城市能源消耗占全球能源消耗的 75%。

摘自 www.jshb.gov.cn 2012 - 05 - 17