

“84”消毒液替代氯胺 T 在氰化物测定中的应用

单玉芳

(南京市雨花台区环境保护监测站,江苏 南京 210012)

摘要:采用异烟酸-吡唑啉酮分光光度法测定水中氰化物,用“84”消毒液替代氯胺 T,解决了氯胺 T 易失效的问题。用碘量法测定消毒液的有效氯质量浓度,通过绘制校准曲线,确定最适宜的有效氯溶液质量浓度为 200 mg/L。方法检出限为 0.002 mg/L,标准溶液平行测定的 RSD < 5%,标准样品测定值均在保证值范围内,与标准方法测定值之间无显著性差异。

关键词:氰化物 “84”消毒液;氯胺 T;异烟酸-吡唑啉酮分光光度法;水质

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2013)03-0062-02

异烟酸-吡唑啉酮分光光度法测定氰化物的原理^[1]是:在中性条件下,试样中的氰化物与氯胺 T 反应生成氯化氰,再与异烟酸作用,经水解后生成戊烯二醛,最后与吡唑啉酮缩合生成蓝色染料,其色度与氰化物含量成正比,于 638 nm 波长处进行光度测定。该方法使用的试剂氯胺 T 非常容易失效,会导致有效氯成分不足而无法显色。今尝试用“84”消毒液替代氯胺 T^[2],配制不同质量浓度的有效氯溶液,绘制氰化物校准曲线,确定适宜的试验条件。除以消毒液替代氯胺 T 外,试验采用的其他试剂、材料与步骤均参照文献[1]。

1 用碘量法测定消毒液的有效氯质量浓度^[3-4]

经碘量法测定,10 g/L 氯胺 T 溶液中的有效氯质量浓度约为 2.4 g/L。但用消毒液进行氰化物测试时,其有效氯质量浓度为 0.2 g/L 时,显色反应效果最佳。

试验发现,用消毒液配制的 0.2 g/L 有效氯溶液,放置 24 h 后质量浓度降至 0.06 g/L。因此,有

效氯溶液需临用现配。

2 校准曲线绘制

(1) 用消毒液分别配制 100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L 有效氯溶液各 100 mL(临用现配)。

(2) 取 3 组各 6 支 25 mL 具塞比色管,分别加入 1.00 mg/L 氰化物标准使用溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,再加入 1 g/L 氢氧化钠溶液 10 mL 和磷酸盐缓冲溶液 5.0 mL,混匀。分别迅速加入 100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L 有效氯溶液 0.20 mL,立即盖上塞子,混匀,放置 3 min ~ 5 min。向各管中加入异烟酸-吡唑啉酮溶液 5.0 mL,混匀,加水稀释至标线,摇匀,在 25 °C ~ 35 °C 水浴装置中放置 40 min。用 10 mm 比色皿,以零浓度溶液为参比,于 638 nm 波长处测量吸光值。

用不同质量浓度有效氯溶液绘制的校准曲线见表 1。

表 1 不同质量浓度有效氯溶液绘制的校准曲线

Table 1 The calibration curve from available chlorine solution of different mass-concentrations

有效氯溶液质量浓度 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加标质量 $m/\mu\text{g}$					
	0	1.12	2.24	3.36	4.48	5.60
100	0.002	0.154	0.320	0.500	0.646	0.748
校准曲线回归方程	$y = 0.137x + 0.008$					
相关系数 r	0.997					

收稿日期:2012-05-24;修订日期:2013-04-26

作者简介:单玉芳(1975—),女,江苏南京人,工程师,工程硕士,从事环境监测工作。

续表

有效氯溶液质量浓度 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	加标质量 $m/\mu\text{g}$						
	0	1.12	2.24	3.36	4.48	5.60	
200	吸光值	0.003	0.168	0.325	0.488	0.660	0.801
	校准曲线回归方程	$y = 0.144x + 0.002$					
	相关系数 r	0.999 7					
300	吸光值	0.005	0.151	0.311	0.470	0.637	0.859
	校准曲线回归方程	$y = 0.150x - 0.020$					
	相关系数 r	0.997					

由表 1 可见,当有效氯质量浓度为 100 mg/L 和 300 mg/L 时,曲线高浓度点分别表现为显色不足和显色过度;当有效氯质量浓度为 200 mg/L 时,校准曲线的空白值、斜率、截距和相关系数均符合质控要求^[5-6]较为适宜。

3 方法效能评价

3.1 方法检出限

重复测定零浓度样品 20 次,按 $DL = 4.68$ 计算该方法测定氰化物的检出限为 0.002 mg/L。

3.2 精密度试验

在该试验确定的条件下平行测定不同质量浓度的氰化物标准溶液,测量结果的 $RSD < 5\%$ 结果见表 2。

表 2 精密度试验结果 (n=6)
Table 2 The results of precision tests (n=6)

标准溶液质量浓度 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	1.12	2.24	3.36	4.48	5.60
吸光值范围	0.154 ~ 0.174	0.308 ~ 0.325	0.473 ~ 0.488	0.641 ~ 0.660	0.796 ~ 0.822
RSD/%	4.1	1.7	1.1	1.0	1.1

3.3 标准样品测定

在该试验确定的条件下平行测定总氰化物标准样品(中国环境监测总站配制)(n=4),编号为 202245 的标样保证值(65.6 ± 5.8) μg/L,测定均值 65.9 μg/L;编号为 202248 的标样保证值(0.407 ± 0.036) mg/L 测定均值 0.394 mg/L,均在保证值范围内。

3.4 方法比对

分别用该试验确定的方法与标准方法测定标准样品、地表水和工业废水样品,测定值之间无显著性差异,结果见表 3。

表 3 比对试验结果 mg/L
Table 3 The results of contrast tests mg/L

样品	标准方法测定值	消毒液替代法测定值	相对误差/%
标准样品 1 ^①	64.3	65.9	2.5
标准样品 2	0.389	0.394	1.3
地表水	—	—	0
工业废水	0.025	0.026	4.0

①单位为 μg/L。

4 结语

采用异烟酸-吡唑啉酮分光光度法测定水中氰化物,用“84”消毒液替代氯胺 T,解决了氯胺 T 易失效的问题,方法的精密度与准确度均符合要求,在实际工作中具有一定的实用价值。

[参考文献]

[1] 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.
 [2] 方艳玲, 方艳敏. “84”消毒液代替氯胺 T 对酒和粮食及水中氰化物含量的测定[J]. 中国误诊学杂志, 2004(4): 546-547.
 [3] 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 版增补版. 北京: 中国环境科学出版社 2002: 171-172.
 [4] 徐建芬, 刘奕梅, 潘腊青, 等. 氯胺 T 中有效氯的测定[J]. 环境监测管理与技术 2000, 12(S1): 42-43.
 [5] 袁敏, 崔桂贤. 水质检测项目空白值及校准曲线 a、b 值参考表[J]. 环境监测管理与技术 2008, 20(6): 69-70.
 [6] 金筱青. 标准曲线与工作曲线在不同分析方法中的使用[J]. 环境监测管理与技术 2005, 17(4): 45.

本栏目责任编辑 李文峻 陈宝琳 姚朝英