

分段流动分析法测定水中总氰化物

陆燕宁

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

摘要: 水样预蒸馏后, 经分段流动分析仪自动进样器进入分析模块对水中的总氰化物进行分析。通过试验, 确定了最佳测定参数, 方法检测限为 0.002 mg/L , 对高低两个不同浓度的标准样品分析, 测定值均在其保证值范围内, 相对标准差 $< 2\%$, 准确度和精密度均较好。循环周期约 70 s , 每小时可测定 50 个样品, 分析速度快, 尤适于大批量样品的测定。

关键词: 分段流动分析; 总氰化物; 水和废水

中图分类号: O 657.39

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)02-0031-02

To Detect Total Cyanide in Water with Stage Flow Analysis

LU Yan-ning

(Nanjing Environmental Monitoring Station, Nanjing, Jiangsu 210013 China)

Abstract After distillation, total cyanide in water sample was determined with stage flow analysis. The best determination condition was studied, detection limit was 0.002 mg/L . For two standard sample with high and low concentration, the relative standard deviation was less 2% . Cycle period was 70 s , 50 sample can be detected in one hour. It is fast and was suitable to large amount samples detection.

Key words Stage flow analysis; Total cyanide; Water and wastewater

总氰化物包括全部简单氰化物(多为碱金属和碱土金属的氰化物)和绝大部分络合氰化物。采用分段流动分析法可分析水中总氰化物, 对测定大批量样品尤为适合。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

FSV 型分段流动分析仪, 由 502 型多管道蠕动泵、随机存取自动进样器、具有 5 mm 光程长流通池和 570 nm 滤光片的带扩展范围的光度检出器、winflowTM 软件数据处理系统和氰化物分析模块组成, 美国 OI 公司; 磷酸盐缓冲溶液 ($\text{pH} = 7$): 称取一水合磷酸二氢钠 138 g 溶于 1000 mL 水中, 再加 Brij 35 (Polyoxyethylene Lauryl Ether) 4 mL , 混匀, 4°C 冷藏; 吡啶-巴比妥酸溶液: 称巴比妥酸 7.5 g 于 500 mL 烧杯中, 加水 50 mL , 在磁力搅拌下, 加吡啶 37.5 mL 和盐酸 7.5 mL , 再加水 300 mL , 盖上烧杯, 继续搅拌直至巴比妥酸完全溶解, 然后用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过滤, 可使用一周;

77.0 mg/L 氰化物标准溶液, 国家环保总局标准物质研究所; 5 g/L 氯胺 T 溶液。

1.2 分析

样品经预蒸馏(同 GB 7486-87)后, 馏出液(吸收于 10 g/L 氢氧化钠溶液中)通过自动进样器采集, 被泵抽到分析模块中, 与试剂充分混合, 在 $\text{pH} < 8$ 条件下, 氰化钠与氯胺 T 作用生成氯化氰, 再与吡啶-巴比妥酸反应生成红紫色化合物, 进入检测器进行光度检测, 在 570 nm 处有最大吸收, 信号被计算机收集, 由数据处理系统自动分析处理, 打印结果。分析流路中输入气泡, 以防止样品扩散引起高本底和交叉污染。分析结束后, 将 $w(\text{Brij } 35) = 30\%$ 清洗液通入整个系统 $10 \text{ min} \sim 15 \text{ min}$, 关闭泵, 切断系统电源。总氰化物的分析流程见图 1。

收稿日期: 2004-08-24; 修订日期: 2005-01-20

作者简介: 陆燕宁(1968-), 女, 江苏南京人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

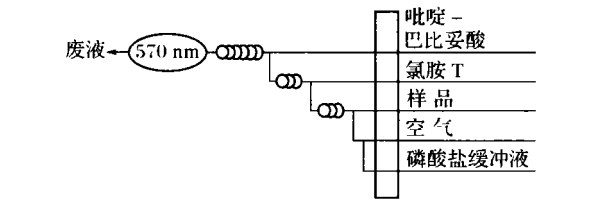


图 1 总氰化物分析流程

2 结果与讨论

2.1 测定参数的确定

通过实验表明, 最佳测试条件为: 水样 (馏出液) 为 0.84 mL /m in, 磷酸盐缓冲溶液、氯胺 T 和吡啶 - 巴比妥酸溶液分别为 0.41 mL /m in, 0.16 mL /m in 和 1.66 mL /m in, 空气为 0.25 mL /m in, 取样时间 25 s, 清洗时间 45 s, 循环周期 70 s, 此时检测频率为 50 个 /h。

2.2 方法检测限的测定

以浓度为预期方法检测限 2~ 3 倍 (10 μg /L) 未经蒸馏样品进行 7 次平行测定, 按方法检出限 MDL= 3.143• s 计算, 检测限为 0.002 mg /L。

2.3 标准曲线的配制

自动稀释仪将 77.0 mg /L 氰化物标准储备液用水配制成 0.00 mg /L、0.005 mg /L、0.010 mg /L、0.050 mg /L、0.10 mg /L、0.20 mg /L 和 0.50 mg /L 标准系列进行测定, 其直线回归方程为 $y = 3.848 0 \times 10^5 x + 2.120 5 \times 10^2$, $r = 0.999 9$ 。

2.4 准确度和精密度

取高低两种浓度国家标样进行准确度和精密度测试, 见表 1。结果表明, 标样的测定值均在其保证

值范围内, 相对标准差分别为 1.8% 和 0.9%。

表 1 准确度和精密度试验 (n = 6)

样品	标样 02232 $\rho /(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	标样 02233 $\rho /(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$
保证值	50.2 ± 3.9	0.334 ± 0.016
测定均值	51.4	0.333

2.5 方法对比试验

取地表水与工业废水样品分别用异烟酸-吡啶啉酮光度法和分段流动分析法进行对比测定, 以异烟酸-吡啶啉酮光度法的测定结果为对比值, 结果见表 2。由表 2 可见, 样品测定结果的相对误差均 < 10%。因此, 这两种方法测定水中总氰化物的结果无明显差异。

表 2 两种方法测定结果的对比

样品名称	地表水	工业废水 1	工业废水 2
分段流动分析法 $\rho /(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	未检出	0.013	0.044
异烟酸-吡啶啉酮光度法 $\rho /(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	未检出	0.012	0.042
相对误差 /%	0.0	8.3	4.8

3 结论

分段流动分析法与传统的分析方法相比, 分析速度快, 试剂消耗量少, 节省了人力、物力, 提高了分析的时效性。该方法的检测限亦较低, 准确性和重现性均较好, 尤其适合大批量样品的测定, 只是购置仪器费用较高, 为其美中不足。

(上接第 30 页)

燥, 环境温度的变化差别应 < 20℃, 抽气速率应当适当。抽气速率过大, 活性炭吸附不充分, 虽然达到吸附饱和的时间短, 但达到饱和程度的吸附效率很低。对 80 g 活性炭, 在 (13 ± 2)℃ 时, 以速率为 10 L /m in 流量采样, 活性炭吸附效率可达到 (99 ± 1)%。

2 小结

氢气的危害已越来越引起人们的高度重视。南京大学研制的主动式活性炭采样系统是一种体积小、耗时少、操作方便的大气氢采样装置, 尤适用于密闭空间 (如隧道、地下室、地铁) 中氢的采样。

[参考文献]

[1] 赵亚民. 环境中氢来源及危害 [M]. 北京: 原子能出版社, 1990.