

F-HZ-HJ-SZ-ISO-030

水质—总氰化物和游离氰化物的测定—连续流动分析法

1 适用范围

本方法适用于不同类型的水（地下水、饮用水、地表水、浸取液、废水）中浓度（以氰离子计）大于 $3\mu\text{g/L}$ 的氰化物的测定。连续流动分析法适用的质量浓度范围为 $10\mu\text{g/L} \sim 100\mu\text{g/L}$ 。

2 原理概要

总氰化物浓度的测定：络合氰化物在连续流动中被紫外光分解。用一个 UV-B 灯（312nm）和一个硼硅玻璃分解螺旋管滤掉 290nm 的紫外光，这样防止硫氰酸盐转变成氰化物。或者使用一个长波的紫外灯，它不会发射 290nm 以下的光，并配有石英玻璃或聚四氟乙烯的分解螺旋管。pH 为 3.8 时存在的氰化氢在 125 管道内蒸馏时被分离，或使用一疏水膜在 30 经气体扩散分离。然后氰化氢通过氰化物与氯胺-T 反应生成氯化氰的反应进行光度测定。它与吡啶-4-碳酸和 1,3—二甲基巴比土酸反应产生红色染料。

游离氰化物浓度的测定：测定游离氰化物时紫外灯要关闭，在 pH 为 3.8 蒸馏分离氰化氢时，在样品流中加入硫酸锌溶液，使铁氰化物以铁氰化锌的形式沉淀下来。

3 主要仪器和试剂

3.1 仪器

常规实验室仪器，蒸馏法所用的连续流动分析装置，气体扩散法所用的连续流动分析装置，容量瓶，醋酸铅试纸，吸移管，烧杯，膜滤器，pH 值测量装置。

3.2 主要试剂

所用试剂均为分析纯。水为 ISO 3696 所述的一级水，12mol/L, 1mol/L, 0.1mol/L 的盐酸，2.5mol/L, 1.0mol/L, 0.1mol/L, 0.01mol/L 的氢氧化钠溶液，表面活性剂（聚氧乙烯十二烷基醚），一水柠檬酸，七水硫酸锌，邻苯二甲酸氢钾，三水氯胺-T，1,3—二甲基巴比土酸，吡啶-4-碳酸，铁氰酸钾，铁氰化钾，氰化钾，四氰合锌酸钾，蒸馏和气体扩散法所用缓冲剂（PH=3.8），硫酸锌溶液（蒸馏法用），光度检测用缓冲溶液，显色剂，抗坏血酸，粉状碳酸铅。

4 过程简述

4.1 采样准备

用氢氧化钠溶液将水样的 pH 值调至 12。采样后尽快分析。

4.2 干扰物的处理

4.2.1 氧化剂

采样后立即处理样品，用碘化钾-淀粉试纸测试样品，呈蓝色说明需要处理。加入抗坏血酸，每次加少量，直至样品在试纸上无颜色，然后在每 1000mL 样品中加 0.6g 抗坏血酸。

4.2.2 硫化物

若样品滴在醋酸铅试纸上表明有硫化物，取比测氰所需量多 25mL 的稳定的样品，用粉状的碳酸铅处理。重复操作直至处理过的样品溶液不使醋酸铅试纸变黑。用干燥的滤纸将溶液滤至一干燥的烧杯中，用滤液进行分析。

4.3 测试

需校准和做空白实验。

5 准确度与精密度

经多个实验室间饮用水、废水、地表水的测试数据验证，游离氰化物的回收率 91% ~ 105%，重现性标准偏差 $2.50 \sim 4.98\mu\text{g/L}$ ，重现性变异系数 6.48% ~ 20.3%，重复性标准偏差 $0.428 \sim 0.916\mu\text{g/L}$ ，重复性变异系数 1.53% ~ 2.96%。

总氰化物的回收率 81% ~ 97%，重现性标准偏差 $3.91 \sim 16.2\mu\text{g/L}$ ，重现性变异系数 8.09% ~

28.1%，重复性标准偏差 0.535 ~ 0.971 μ g/L，重复性变异系数 1.26% ~ 2.17%。

6 来源

国际标准化组织，ISO 14403：2002（E）

中国知网