

不同蒸馏方法测定水中氰化物的比较浅析

张绿雅

江阴秋毫检测有限公司

DOI:10.12238/eep.v5i1.1529

[摘要] 氰化物对于人体会产生严重伤害,而在水中氰化物的存在不仅不容易发现,而且还可能导致严重后果发生。为了对氰化物予以更好测定,选用不同蒸馏方法探索氰化物的析出满意度,则更有助于蒸馏水的测定和分解,更有助于氰化物测定结果准确性的提升。基于此,本文结合应用生活饮用水标准检验方法和水质氰化物的测定容量法和分光光度法不同蒸馏测定方法的应用,探索氰化物的测定满意度,希望可以为氰化物测定质量提升提供借鉴。

[关键词] 蒸馏水测定; 氰化物; 蒸馏水; 测定方法

中图分类号: X2 文献标识码: A

Comparative Analysis of Different Distillation Methods for the Determination of Cyanide in Water

Lvya Zhang

Jiangyin Qiuhao Testing Co., Ltd

[Abstract] Cyanide will cause serious harm to human body, and the existence of cyanide in water is not easy to find, which may lead to serious consequences. In order to better determine cyanide, different distillation methods are selected to explore the precipitation satisfaction of cyanide, which is more conducive to the determination and decomposition of distilled water and the improvement of the accuracy of cyanide determination results. Based on this, combined with the application of standard inspection methods of drinking water and the application of different distillation determination methods such as: water quality determination of cyanide – volumetric method and spectrophotometry, this paper explores the determination satisfaction of cyanide, hoping to provide reference for the improvement of cyanide determination quality.

[Key words] distilled water determination; cyanide; distilled water; determination method

引言

氰化物属剧毒物质,对人体会产生严重危害,水质监测中对氰化物予以测定能够深度了解水质情况,并就其中氰化物析出采取相关措施,进而保证水质安全。目前氰化物测定已经成为水质监测必测项目。而国家标准GB/T 5750.5—2006及环保部标准HJ484—2009在样品蒸馏和分析步骤中对于氰化物的测定规定有所不足,这极容易给操作者带来不便,借助异烟酸—巴比妥酸分光光度法就水中的氰化物予以测定,比较两种方法中蒸馏体系及操作步骤,探索氰化物测定的更好方式。

1 氰化物对人体的危害

氰化物特指带有氰基(CN)的化合物,

一般分为无机氰化物和有机氰化物。人们大多理解的氰化物多为无机氰化物,例如常见的氰化钾和氰化钠。氰化物是一种剧毒化学品,会对人体造成严重损害,成年人口服150—250mg可引起猝死。如人们日常饮用水中含有氰化物,所引发的后果不堪设想。为了实现水中氰化物的完全提取,实现人们身体健康的保障,探索水中氰化物提取方式就显得极为重要,其是保证水质质量以及人们饮用水健康性的重要措施。

2 不同蒸馏方法测定水中氰化物的比较

2.1 获取蒸馏水

装配好蒸馏烧瓶、冷凝管仪器,在蒸馏烧瓶中加入普通水或者自来水,体积

为烧瓶容积的一半,再加入碎瓷片,将插有温度计的橡皮塞塞紧,给蒸馏烧瓶加热。当水温达到100℃时,水沸腾,水蒸气经过冷凝管冷凝,并将其收集在锥形瓶中。

2.2 材料与方法

(1) 仪器与试剂。实验开展选用721型分光光度计,25ml具塞比色管,全玻璃蒸馏瓶,规格为500ml。异烟酸、巴比妥酸、氰胺T、氰化物标准溶液浓度50g/ml。

(2) 方法。第一,样品本实验制备24个样品,其中样品1和样品2分别选取蒸馏水250ml,应用生活饮用水标准检验方法析出蒸馏水50ml和100ml;

样品3和样品4选取蒸馏水200ml,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度

法提取馏出液50ml和100ml;

样品5和样品6选取蒸馏水250ml,其中加入20氰化物标准液,并依照生活饮用水标准检验方法提取蒸馏水50ml和100ml;

样品7和样品8选取蒸馏水200ml,加入20氰化物标准溶液,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度法提取馏出液50ml和100ml;

样品9和样品10,选取蒸馏水250ml,加入60氰化物标准溶液,依照生活饮用水标准检验方法析出蒸馏水50ml和100ml;

样品11和样品12,选取蒸馏水200ml,加入60氰化物标准溶液,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度法析出蒸馏水50ml和100ml;

为保证实验结果准确性,同时制备平行样:样品13和样品14为样品9和样品10的平行样;样品15和样品16为样品11和样品12的平行样;

样品17和样品18选取蒸馏水25ml,并加入20氰化物标准溶液,依照应用生活饮用水标准检验方法析出蒸馏水50ml和100ml;

样品19和样品20选取蒸馏水200ml,加入20氰化物标准溶液,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度法析出蒸馏水50ml和100ml;

样品21选取质控样200ml,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度法收集馏出液50ml;

样品22、样品23、样品24选取质控样200ml,依照水质氰化物的测定容量法和分光光度法收集馏出液100ml。

(3)绘制曲线。为防止实验过程中的氢氧化钠因为浓度或者定容等而对实验结果造成影响,实验测绘6条不同标准曲线,并对24个样品进行测定。

标准曲线1:氢氧化钠10ml,浓度为1g/LNaOH。待测溶液定容至25ml,操作如应用生活饮用水标准检验方法要求和标准。

标准曲线2:氢氧化钠10ml,浓度为12g/L NaOH。待测溶液定容至25ml,操作如应用生活饮用水标准检验方法要求和标准。

附表:

样品	标准曲线1	标准曲线2	标准曲线3	标准曲线4	标准曲线5	标准曲线6
1-4	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
5	0.004	0.004	0.004	0.004	/	/
6	0.004	0.004	0.004	0.004	0.004	0.006
7	0.005	0.005	0.005	/	/	/
8	0.004	0.005	0.005	0.005	0.004	0.006
9	0.013	0.013	0.012	/	/	/
10	0.012	0.013	0.012	0.012	0.013	0.018
11	0.015	0.016	0.016	/	/	/
12	0.016	0.016	0.015	0.014	0.016	0.022
13	0.012	0.013	0.013	/	/	/
14	0.012	0.013	0.013	0.013	0.013	0.017
15	0.015	0.015	0.016	/	/	/
16	0.015	0.016	0.016	0.016	0.016	0.021
17	0.039	0.042	0.039	/	/	/
18	0.041	0.043	0.042	0.041	0.042	0.056
19	0.048	0.052	0.051	/	/	/
20	0.053	0.055	0.054	0.054	0.054	0.086
21	0.165	0.181	0.154	0.173	0.169	0.222
22	0.188	0.199	0.198	0.195	0.191	0.198
23	0.193	0.213	0.208	0.205	0.205	0.209
24	0.188	0.207	0.201	0.197	0.196	0.201

标准曲线3:氢氧化钠10ml,浓度为1g/L NaOH。待测溶液定容至25ml,操作水质氰化物的测定容量法和分光光度法要求和标准。

标准曲线4:氢氧化钠10ml,浓度为1g/L NaOH。待测溶液定容至25ml,操作水质氰化物的测定容量法和分光光度法要求和标准。

标准曲线5:氢氧化钠10ml,浓度为1g/L NaOH。待测溶液未定容至25ml,操作如应用生活饮用水标准检验方法要求和标准。

标准曲线6:氢氧化钠10ml,浓度为12g/L NaOH。待测溶液未定容至25ml,操作如水质氰化物的测定容量法和分光光度法要求和标准。

2.3检测结果

(1)分析方法比较。第一,NaOH浓度通过实验过程可以得知,NaOH浓度保持在1g/L的情况下,定容而得出的结果能够达到全部满意,也就是标准曲线1、3、4、5。NaOH浓度保持在12g/L的情况下时候,溶液需要定容至25ml时候,所得出的结果能够达到满意,也就是标准曲线2,而如果溶液未定容至25ml,则结果无法达到满意程度,也就是标准曲线6。

低浓度加标样品,6条标准曲线之间差异具有统计学意义,即 $F=3.65$ 、 $P<0.05$ 。中等浓度加标样品,6条标准曲线之间具有统计系意义,即 $F=7.584$ 、 $P<0.05$ 。高浓度加标样品,6条标准曲线之间具有统计系意义,即 $F=3.505$ 、 $P<0.05$ 。

第二,待测溶液容积选择

通过实验可以看出,待测溶液至25ml时候,所有样品检测结果能够达到满意程度,即标准曲线1~3,而若待测溶液未至25ml,则标准曲线则需要保证NaOH浓度为1g/L。以上两种检测结果差异无统计学意义, $F=0.026$, $P>0.05$ 。

第三,分析方法的确定

通过实验可以得出在使用第二种方法测定质控样品和加标样品的,均能够获得满意结果,并能够省略水质氰化物的测定容量法和分光光度法中溶液PH值的调节步骤,高样浓度样品稀释减少,线性范围扩大。采用此种方法能够使用标准溶液稀释、蒸馏、标准曲线配置等多过程中保持NaOH浓度统一。

(2)方法学验证。结合工作曲线和线性关系,可以看出氰化物在蒸馏水中的含量如保持在0.1~5范围内,则能够实现

较强稳定性,两者关系良好。同时从实验中也可以看出,不同样品所采用的蒸馏方法不同,相对准确性偏差为4.3%,质控样品全部满足不确定度范围,相对标准偏差为3.6%

3 结论

通过实验的开展,同时结合应用生活饮用水标准检验方法和水质氰化物的测定容量法和分光光度法不同蒸馏测定方法的应用,可以看出后一方法在测定氰化物方面更具优势,这主要是通过该方法的应用能够达到调节溶液PH值的目的,并简化了蒸馏体系选择的麻烦。结合该实验也可以看出,蒸馏水定容可至

25ml,这样更有利于蒸馏水释放氰化物,以达到更为准确的检测目的。

[参考文献]

[1]杨金星,徐勇,高适,等.光光度法测定消毒后水体中总氰化物含量[C]//中国化学会第二十届全国有机分析及生物分析学术研讨会论文摘要集.[出版者不详],2019:92.

[2]张瑞云,钟小伶,俞涛.不同蒸馏方法及分析方法测定水中氰化物的比较研究[J].中国卫生检验杂志,2015,25(18):3207-3209.

[3]郑延清.连续流动注射分析法测定水样中总氰化物[J].高师理科学刊,2018,

38(06):55-58.

[4]张晓燕,来庆云,高飞.流动注射分析法测定废水中的氰化物[J].化学分析计量,2015,24(03):70-72.

[5]汪曼.连续流动分析仪测定水中氰化物影响因素的研究[J].广东化工,2014,41(11):221+216.

[6]沈建红,闫国利,曹雪英.AA3流动注射仪同时测定水中氨氮和氰化物[J].预防医学论坛,2012,18(6):441-442+445.

作者简介:

张绿雅(1984--),女,汉族,江苏人,大专,中级工程师,研究方向:环境检测。

中国知网数据库简介:

CNKI介绍

国家知识基础设施(National Knowledge Infrastructure, NKI)的概念由世界银行《1998年度世界发展报告》提出。1999年3月,以全面打通知识生产、传播、扩散与利用各环节信息通道,打造支持全国各行业知识创新、学习和应用的交流合作平台为总目标,王明亮提出建设中国知识基础设施工程(China National Knowledge Infrastructure, CNKI),并被列为清华大学重点项目。

CNKI 1.0

CNKI 1.0是在建成《中国知识资源总库》基础工程后,从文献信息服务转向知识服务的一个重要转型。CNKI1.0目标是面向特定行业领域知识需求进行系统化和定制化知识组织,构建基于内容内在关联的“知网”、并进行基于知识发现的知识元及其关联关系挖掘,代表了中国知网服务知识创新与知识学习、支持科学决策的产业战略发展方向。

CNKI 2.0

在CNKI1.0基本建成以后,中国知网充分总结近五年行业知识服务的经验教训,以全面应用大数据与人工智能技术打造知识创新服务业为新起点,CNKI工程跨入了2.0时代。CNKI 2.0目标是将CNKI 1.0基于公共知识整合提供的知识服务,深化到与各行业机构知识创新的过程与结果相结合,通过更为精准、系统、完备的显性管理,以及嵌入工作与学习具体过程的隐性知识管理,提供面向问题的知识服务和激发群体智慧的协同研究平台。其重要标志是建成“世界知识大数据(WKBD)”、建成各单位充分利用“世界知识大数据”进行内外脑协同创新、协同学习的知识基础设施(NKI)、启动“百行知识创新服务工程”、全方位服务中国世界一流科技期刊建设及共建“双一流数字图书馆”。