

生活饮用水中氰化物的测定

张嘉芮

（“环境应激与慢病防控教育部重点实验室（中国医科大学）”

中国医科大学公共卫生学院，辽宁省沈阳市 110000）

摘要：在 PH=7.0 的溶液中，用氯胺 T 将氰化物转变为氯化氰，再与异烟酸-吡唑啉酮（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）作用，生成蓝色染料，比色定量。

关键词：生活饮用水；氰化物

Determination of cyanide in drinking water

Zhang Jiarui

(Key Laboratory of Environmental Stress and Chronic Disease Control & Prevention (China Medical University), Ministry of Education

School of Public Health, China Medical University, Shenyang, Liaoning 110000)

Abstract:In a solution with pH=7.0, the cyanide is converted into cyanide chloride using chloramine T, and then reacts with isonicotinic acid pyrazolone (1-phenyl-3-methyl-5-pyrazolone) to generate a blue dye, which is quantified by colorimetry.

Keywords:Drinking water, cyanide

1 检测方法

依据国家标准 GB/T 5750.5-2006 生活饮用水标准检验方法之无机非金属指标：4 氰化物：

4.1 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法。

2 试剂和材料

2.1 试剂的制备

2.1.1 酒石酸 ($C_4H_6O_6$): 分析纯

2.1.2 乙酸锌溶液 (100g/L): 称取 50g 二水合乙酸锌 ($Zn(CH_3COOC)_2 \cdot 2H_2O$), 溶于纯水中, 并稀释至 500ml。

2.1.3 氢氧化钠溶液 (20g/L): 称取 2.0g 氢氧化钠溶液 (NaOH), 溶于纯水中, 并稀释至 100ml。

2.1.4 氢氧化钠溶液 (1g/L): 将氢氧化钠溶液 (20g/L) 用纯水稀释 20 倍。

2.1.5 磷酸盐缓冲溶液 (PH=7.0): 称取 34.0g 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 和 35.5g 磷酸氢二钠

(Na_2HPO_4) 溶于纯水中，并稀释至 1000ml。

2.1.6 异烟酸-吡唑啉酮（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）溶液：称取 1.5g 异烟酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_2\text{N}$)，溶于 24ml 氢氧化钠溶液 (20g/L) 中，用纯水稀释至 100ml；另取 0.25g 吡唑啉酮（1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮）($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$)，溶于 20ml N-二甲基甲酰胺 ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$) 中，合并两种溶液，混匀。

2.1.7 氯胺 T 溶液 (10g/L)：称取 1g 三水合氯胺 T ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)，溶于纯水中，并稀释至 100ml，现配现用。

2.1.8 试银灵指示剂 (0.2g/L)：称取 0.02g 试银灵（对二甲氨基苄罗丹宁， $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}_2$ ）溶于 100ml 丙酮中。

2.1.9 甲基橙指示剂 (0.5g/L)：称取 50 mg 甲基橙，溶于纯水中，并稀释至 100ml。

2.2 材料与仪器

2.2.1 全玻璃蒸馏器：500ml。

2.2.2 具塞比色管：25 ml 和 50 ml。

2.2.3 恒温水浴锅

2.2.4 分光光度计

3 标准品的制备

3.1 硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.01920\text{mol/L}$]：称取 3.2617g 硝酸银 (AgNO_3)，溶于纯水，并定容在 1000ml 容量瓶中，按照氯化物测定法法标定。此溶液 1.00ml 相当于 1.00 mg 氰化物。

3.2 氰化钾标准溶液 [$\rho(\text{CN}^-) = 100\mu\text{g/ml}$]：称取 0.25g 氰化钾 (KCN)，溶于纯水中，并定容至 1000ml。此溶液 1ml 约含 0.1 mg (CN^-)。其准确度可在使用前用硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.01920\text{mol/L}$] 标定，计算溶液中氰化物的含量，再用氢氧化钠溶液 (1g/L) 稀释成 $\rho(\text{CN}^-) = 1\mu\text{g/ml}$ 的标准使用溶液。或使用有证标准物质。

氰化钾溶液标定方法：吸取 10.00ml 氰化钾溶液于 100ml 锥形瓶中，加入 1ml 氢氧化钠溶液 (20g/L)，使 PH 在 11 以上，加入 0.1ml 试银灵指示剂 (0.2g/L)，用硝酸银标准溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 0.01920\text{mol/L}$] 滴定至溶液有黄色变为橙色。消耗硝酸银溶液的毫升数即为该 10.00ml 氰化钾标准溶液中氰化物（以 CN^- 计）的质量数（单位为 mg）。

4 实验步骤

4.1 操作步骤