

连续流动仪测定水中氰化物方法的优化

张龙 殷悦 王欢 张伟龙 米热古丽艾克木
中国石化塔河炼化有限责任公司 新疆 阿克苏 842000

摘要: 氰化物是一种剧烈的有毒化学物质, 其对人体的危害主要体现在它能够与高铁细胞色素氧化酶发生强烈的结合反应, 进而生成氰化高铁细胞色素氧化酶, 这种化合物失去了原本应有的传递氧气的功能, 导致了人体组织器官的严重缺氧, 最终可能引起窒息和死亡。对于水和废水中总氰化物的测定, 是环境水质监测中一个非常重要的环节。

关键词: 连续流动仪; 氰化物; 曲线; 加标回收

目前, 用于检测氰化物的方法主要有滴定法、比色法和电极法, 而在水质分析中, 分光光度法占据了主导地位。这些方法在操作过程中都需要经过水样的蒸馏、显色反应、比色分析等多个步骤, 整个过程复杂且耗时较长。此外, 由于涉及到手工操作, 这也增加了许多不确定因素, 可能会对最终的结果产生影响, 从而影响到检测的准确性。

为了解决这些问题, 连续流动分析法的出现提供了一种新的可能。这种方法可以实现自动化在线检测, 有效避免了人工操作可能带来的不确定因素, 从而大大提高了检测结果的准确性。对于需要检测大量样品的情况, 这种方法尤为适用。

引言

大量应用于海水, 自来水, 地表水, 污水, 烟草, 土壤, 植株, 肥料, 食品和其他工业样品的自动检测, 多至1500种应用。符合EPA、ISO、AOAC等标准。将实验室手工方法自动化, 解放劳动力, 减少测试成本。数据可比性强, 重复性好, 检测极限低。

AA3应用了气泡片段流技术的所有优点, 反应时间可长达20分钟, 且复杂的反应过程, 如在线蒸馏可自动完成。透析膜消除了样品颜色和颗粒杂质的干扰。紫外消解与ISO测定总氰化物和总磷的方法一致。

1 实验方法

1.1 仪器原理

多通道连续流动分析仪就由一个自动进样器, 多个高精度蠕动泵, 多个化学分析模块, 多个比色计和一个数据处理系统。运行一次能给出多个参数的结果。通常分析速度为30-90样品/小时, 第一个结果出来距离取样时间为2-20分钟。

AutoAnalyzer 3系统由自动进样器, 蠕动泵, 化学分析盒, 检测器和计算机五个独立部分组成。系统在添加一个化学分析模块和一个比色计通道后, 非常容易地由一

个通道扩展成两个通道即可同时测定两个参数。也可将系统扩展成多达16个通道, 并且通过AACE软件的使用, 可以同时控制两个不同的程序。但一个系统同时分析2-3个参数而不是多于3个参数已经成为大家配置的共识, 如果多于三个参数最好加一个自动进样器把系统变为两套。

1.2 实验步骤

1.2.1 把所需的泵管压好卡子, 开启蠕动泵, 调节转速在14Pma每分钟, 将压好的泵管放入蒸馏水(加有1ml30%Birj-35的500ml蒸馏水)中, 分别调节卡子的松紧使各管路的液体都流动。

1.2.2 检查顺序为: 4路进样, 4路空气, 5路试剂, 4路废液, 1个浮子流量计。

1.2.3 依次打开自动进样器、主机、电脑和加热器, 开机运行。

1.2.4 启动AACE分析软件。

1.2.4.1 设置好各项参数: 积分时间、采样次数、波长范围选定等。

1.2.4.2 做基线, 保存零点, 打开基线设置页面, 等能量值在10000以上基本没有波动为最佳值, 保存基线, 关闭零点设置页面。

1.2.4.3 选择一个流程文件, 编辑样品序列列表, 表中包括漂移校正样品, 基线校正样品, 标准曲线系列样品及待测样品的编号和稀释倍数。

1.2.4.4 打开总氰化物的加入开关和紫外灯开关。

1.2.4.5 将总氰化物标样及水样按照样品序列列表的顺序置于自动进样器上。

1.2.4.6 等基线稳定后, 将各试剂管路放入试剂瓶中。能力值在10000以上波动, 保存基线, 关闭零点基线设置页面。

1.2.4.7 等基线走稳以后, 开始进入分析状态, 进样器根据所编制的样品序列列表依次取样。

1.2.4.8 在分析状态时, 可实时监控样品分析状态,

可观察到实时数据结果。同时还可对样品表格进行修改(如样品编号、稀释倍数、标样浓度等)修改以后按重新计算即可。

1.2.4.9 分析结束后,保存图像和数据,打印结果。

1.2.4.10 样品分析完后,将试剂管路放入Birj-35溶液,清洗30分钟,排空,抬起泵卡头,松开拉紧的泵管,关闭系统。

1.3 注意事项

1.3.1 系统的稳定时间为至少30分钟。

1.3.2 试剂泵管在放入试剂瓶中时,必须用蒸馏水完全重洗干净,以去除微小的有机物沉淀和其他的干扰物质。

1.3.3 分析完毕后,用蒸馏水清洗试剂管路30分钟,然后再用泵空管路。

1.3.4 仪器注意保养,每周清洁系统,0.5mol/l氢氧化钠溶液冲洗30分钟,再用蒸馏水冲洗30分钟。若发现泵管变形或堵塞,及时更换。

1.4 适用范围及检出限

本方法用于测定饮用水、地表水、生活污水及工业废水中的氰化物。测定范围时0.0016-0.1000mg/l的总氰化物,检出限为0.0004mg/l。

1.5 氰化物试剂

药品名称	规格
氢氧化钠	优级纯
盐酸	优级纯
柠檬酸	优级纯
聚氧乙烯月桂醚 Brij-35	优级纯
七水合硫酸锌	优级纯
邻苯二甲酸氢钾	优级纯
氯胺-T	优级纯
1,3-二甲基巴比妥酸	优级纯
异烟酸	优级纯

2 结果与分析

2.1 标准曲线的绘制

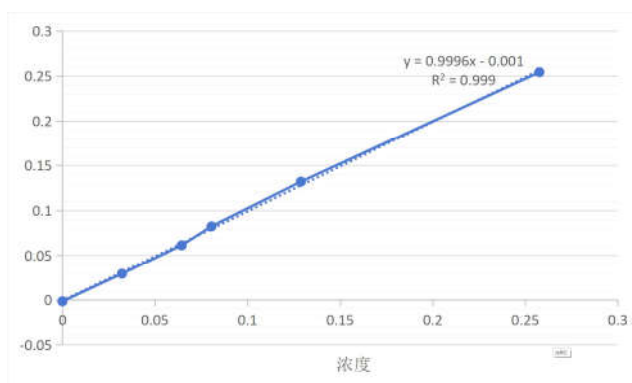


图1 标准曲线

根据图1的数据,我们可以观察到,所建立的校准曲线展现出了极高的线性相关性,其相关系数R达到了0.999。在此,我们需要指出的是,这一结果是符合HJ 823-2017标准中有关水质氰化物测定的要求的^[1]。根据该标准,校准曲线的线性相关系数R应当大于0.995,而我们的实验结果显然超出了这一限值。因此,我们可以得出结论,本次实验所建立的校准曲线满足HJ 823-2017标准的相关系数要求。

2.2 标液、空白、样品的测定

表1 标液浓度结果

次数	标准样品浓度 (mg/L)	连续流动议 (mg/L)	相对误差 %
1	0.0322	0.0312	-3.11
2	0.0644	0.0613	-4.81
3	0.0805	0.0824	2.36
4	0.1288	0.1320	2.48
5	0.2576	0.02543	-1.28
6	0.0805	0.0826	2.61
7	0.1288	0.1250	-2.95

通过仔细分析表1中的数据,我们可以明显地观察到,所得到的相对误差数值完全符合HJ 823-2017这项标准中有关水质氰化物测定的要求,这一标准具体采用的是流动注射-分光光度法技术进行测定。这意味着,在执行水质氰化物测定实验的过程中,我们遵循了该技术指标中详细规定的操作步骤和精确度要求,确保了实验结果的准确性和可靠性。相对误差的符合性表明,我们的实验操作和技术应用是精准且有效的,所得数据可以信赖,为水质监测提供了科学依据^[2]。

表2 精密度实验结果 (mg/l)

标准样品浓度	次数	连续流动议	分光光度法
0.0805	1	0.0824	0.0742
	2	0.0826	0.0741
	3	0.0844	0.0750
	4	0.0781	0.0748
	5	0.0812	0.0750
	平均值	0.0819	0.0746
	RSD%	0.23	0.069

由表2可以看出,经过严格的质量控制和评估,本水质监测实验室所获取的水样测定值,其紧密度已达到既定的质量控制指标^[3]。同时,该测定值的精密度和准确度均保持在允许的误差范围内,且符合标准相对标准误差1.5%。

2.3 在连续流动仪器和分光光度计上分别进行加标实验。

表3 水样加标回收率 (mg/l)

方法	加标量	加标前测定值	加标回收量	加标回收率
连续流动分析仪	0.50	ND	0.48	96.0
分光光度法	0.52	ND	0.46	92.0
连续流动分析仪	10	ND	9.81	98.1
分光光度法	10	ND	9.62	96.2

经过数据处理与分析，得出本实验加标回收率稳定符合规定范围，充分证明了该分析方法在测定氰化物的可靠性与准确性。

3 结论

从以上数据可以看出，用连续流动仪测定水中总氰化物，方法简单、快捷、准确可靠、灵敏度高，适用性强，易于蒸馏后分光光度分析，缩短了分析时间，提升了工作效率。

参考文献

- [1]国家环保局.水和废水监测分析方法[M].北京：中国环境科学出版社,2002：144-155.
- [2]国家环境保护总局.HJ484-2009水质 氰化物的测定[S].京：中国环境科学出版社,2009.
- [3]廖建萍,两种方法测定水样中氰化物的比较,[J]环境与健康,2002年11月第19卷6期：451