

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 745—2015

土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法

Soil—Determination of cyanide and total cyanide
—Spectrometric method



2015-06-04 发布

2015-07-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公 告

2015 年 第 39 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法》等两项标准为国家环境保护标准，并予发布。标准名称、编号如下：

- 一、《土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法》（HJ 745—2015）；
- 二、《土壤 氧化还原电位的测定 电位法》（HJ 746—2015）。

以上标准自 2015 年 7 月 1 日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可登录环境保护部网站（bz.mep.gov.cn）查询。

特此公告。

环境保护部
2015 年 6 月 4 日

目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	3
8 样品.....	4
9 分析步骤.....	4
10 结果计算与表示.....	5
11 精密度和准确度.....	6
12 质量保证和质量控制.....	6
13 废物处理.....	6
附录 A（资料性附录） 铁氰化钾标准溶液的配制和标定.....	7

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体安全健康，规范土壤中氰化物和总氰化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤中氰化物和总氰化物的分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：上海市环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、南京市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、上海市浦东新区环境监测站、上海市普陀区环境监测站、上海纺织节能环保中心。

本标准环境保护部 2015 年 6 月 4 日批准。

本标准自 2015 年 7 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法

警告：氢氰酸和氰化物属于剧毒物质。在酸性溶液中，剧毒的氢氰酸气体（带有刺鼻的杏仁味）会挥发出来。故除非是在特定步骤下进行实验，否则不应酸化样品。整个实验过程应在通风橱内进行，实验人员在处理被污染的样品时应戴上合适的防毒面具。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中氰化物和总氰化物的分光光度法。

本标准适用于土壤中氰化物和总氰化物的测定。

当样品量为 10 g，异烟酸-巴比妥酸分光光度法的检出限为 0.01 mg/kg，测定下限为 0.04 mg/kg；异烟酸-吡唑啉酮分光光度法的检出限为 0.04 mg/kg，测定下限为 0.16 mg/kg。

2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ 484 水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法

HJ 613 土壤 干物质和水分的测定 重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

氰化物 cyanide

是指在 pH=4 介质中，硝酸锌存在下，加热蒸馏能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（多为碱金属和碱土金属的氰化物）和锌氰络合物，不包括铁氰化物、亚铁氰化物、铜氰络合物、镍氰络合物和钴氰络合物。

3.2

总氰化物 total cyanide

是指在 pH<2 磷酸介质中，二价锡和二价铜存在下，加热蒸馏能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（多为碱金属和碱土金属的氰化物，铵的氰化物）和绝大部分络合氰化物。

4 方法原理

4.1 异烟酸-巴比妥酸分光光度法

试样中的氰离子在弱酸性条件下与氯胺 T 反应生成氯化氰，然后与异烟酸反应，经水解后生成戊烯二醛，最后与巴比妥酸反应生成紫蓝色化合物，该物质在 600 nm 波长处有最大吸收。

4.2 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法

试样中的氰离子在中性条件下与氯胺 T 反应生成氯化氰, 然后与异烟酸反应, 经水解后生成戊烯二醛, 最后与吡唑啉酮反应生成蓝色染料, 该物质在 638 nm 波长处有最大吸收。

5 干扰和消除

当试样微粒不能完全在水中均匀分散, 而是积聚在试剂-空气表面或试剂-玻璃器壁界面时, 将导致准确度和精密度降低, 可在蒸馏前加 5 ml 乙醇以消除影响。

试样中存在硫化物会干扰测定, 蒸馏时加入的硫酸铜可以抑制硫化物的干扰。

试料中酚的含量低于 500 mg/L 时不影响氰化物的测定。

油脂类的干扰可在显色前加入十二烷基硫酸钠予以消除。

6 试剂和材料

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂, 实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。

6.1 酒石酸溶液: $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 150 \text{ g/L}$ 。

称取 15.0 g 酒石酸溶于水中, 稀释至 100 ml, 摇匀。

6.2 硝酸锌溶液: $\rho[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 100 \text{ g/L}$ 。

称取 10.0 g 硝酸锌溶于水中, 稀释至 100 ml, 摇匀。

6.3 磷酸: $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1.69 \text{ g/ml}$ 。

6.4 盐酸: $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

6.5 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

量取 83 ml 盐酸 (6.4) 缓慢注入水中, 放冷后稀释至 1 000 ml。

6.6 氯化亚锡溶液: $\rho(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 50 \text{ g/L}$ 。

称取 5.0 g 二水合氯化亚锡溶于 40 ml 盐酸溶液 (6.5) 中, 用水稀释至 100 ml, 临用时现配。

6.7 硫酸铜溶液: $\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 200 \text{ g/L}$ 。

称取 200 g 五水合硫酸铜溶于水中, 稀释至 1 000 ml, 摇匀。

6.8 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 100 \text{ g/L}$ 。

称取 100 g 氢氧化钠溶于水中, 稀释至 1 000 ml, 摇匀, 贮于聚乙烯容器中。

6.9 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 10 \text{ g/L}$ 。

称取 10.0 g 氢氧化钠溶于水中, 稀释至 1 000 ml, 摇匀, 贮于聚乙烯容器中。

6.10 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 15 \text{ g/L}$ 。

称取 15.0 g 氢氧化钠溶于水中, 稀释至 1 000 ml, 摇匀, 贮于聚乙烯容器中。

6.11 氯胺 T 溶液: $\rho(\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 10 \text{ g/L}$ 。

称取 1.0 g 氯胺 T 溶于水中, 稀释至 100 ml, 摇匀, 贮存于棕色瓶中, 临用时现配。

6.12 磷酸二氢钾溶液 (pH=4)。

称取 136.1 g 无水磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 溶于水中, 加入 2.0 ml 冰乙酸 ($\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$), 用水稀释至 1 000 ml, 摇匀。

6.13 异烟酸-巴比妥酸显色剂。

称取 2.50 g 异烟酸 ($\text{C}_6\text{H}_6\text{NO}_2$) 和 1.25 g 巴比妥酸 ($\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_3$) 溶于 100 ml 氢氧化钠溶液 (6.10) 中, 摇匀, 临用时现配。

6.14 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 20 \text{ g/L}$ 。

称取 20.0 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至 1 000 ml，摇匀，贮于聚乙烯容器中。

6.15 磷酸盐缓冲溶液 (pH=7)。

称取 34.0 g 无水磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 和 35.5 g 无水磷酸氢二钠 (Na_2HPO_4) 溶于水中，稀释至 1 000 ml，摇匀。

6.16 异烟酸-吡唑啉酮显色剂。

6.16.1 异烟酸溶液。

称取 1.5 g 异烟酸 ($\text{C}_6\text{H}_6\text{NO}_2$) 溶于 25 ml 氢氧化钠溶液 (6.14) 中，加水稀释定容至 100 ml。

6.16.2 吡唑啉酮溶液。

称取 0.25 g 吡唑啉酮 (3-甲基-1-苯基-5-吡唑啉酮, $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{ON}_2$) 溶于 20 ml *N,N*-二甲基甲酰胺 [$\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$] 中。

6.16.3 异烟酸-吡唑啉酮溶液。

将吡唑啉酮溶液 (6.16.2) 和异烟酸溶液 (6.16.1) 1:5 混合，临用时现配。

注 1: 异烟酸配成溶液后如呈现明显淡黄色，使空白值增高，可过滤。实验中以选用无色的 *N,N*-二甲基甲酰胺为宜。

6.17 氰化钾标准贮备溶液: $\rho(\text{KCN}) = 50 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

购买市售有证标准物质。如自行配制，可参照 HJ 484 执行。

6.18 氰化钾标准使用溶液: $\rho(\text{KCN}) = 0.500 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

吸取 10.00 ml 氰化钾标准溶液 (6.17) 于 1 000 ml 棕色容量瓶中，用氢氧化钠溶液 (6.9) 稀释至标线，摇匀，临用时现配。

7 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

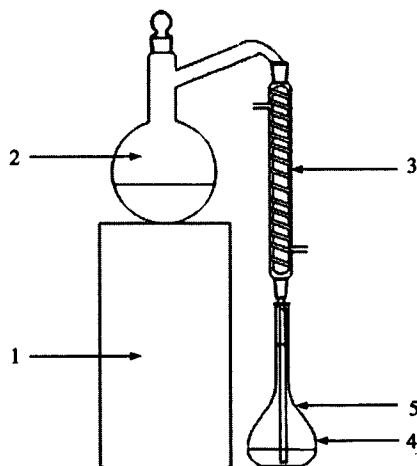
7.1 分析天平: 精度, 0.01 g。

7.2 分光光度计: 带 10 mm 比色皿。

7.3 恒温水浴装置: 控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

7.4 电炉: 600 W 或 800 W, 功率可调。

7.5 全玻璃蒸馏器: 500 ml, 仪器装置如图 1 所示。



1. 可调电炉; 2. 蒸馏瓶; 3. 冷凝管; 4. 接收瓶; 5. 馏出液导管

图 1 全玻璃蒸馏器

HJ 745—2015

7.6 接收瓶：100 ml 容量瓶。

7.7 具塞比色管：25 ml。

7.8 量筒：250 ml。

7.9 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 采集与保存

采样点位的布设和采样方法按照 HJ/T 166 执行,采集后用可密封的聚乙烯或玻璃容器在 4℃左右冷藏保存,样品要充满容器,并在采集后 48 h 内完成样品分析。

8.2 样品称量

称取约 10 g 干重的样品于称量纸上(精确到 0.01 g),略微裹紧后移入蒸馏瓶。另称取样品按照 HJ 613 进行干物质的测定。

注 2: 如样品中氰化物含量较高,可适当减少样品称量或对吸收液(试样 A)稀释后进行测定。

8.3 氰化物试样制备

参照图 1 连接蒸馏装置,打开冷凝水,在接收瓶(7.6)中加入 10 ml 氢氧化钠溶液(6.9)作为吸收液。在加入试样后的蒸馏瓶(7.5)中依次加 200 ml 水、3.0 ml 氢氧化钠溶液(6.8)和 10 ml 硝酸锌溶液(6.2),摇匀,迅速加入 5.0 ml 酒石酸溶液(6.1),立即盖塞。打开电炉(7.4),由低挡逐渐升高,馏出液以 2~4 ml/min 速度进行加热蒸馏。接收瓶内试样近 100 ml 时,停止蒸馏,用少量水冲洗馏出液导管后取出接收瓶,用水定容(V_1),此为试样 A。

8.4 总氰化物试样制备

参照图 1 连接蒸馏装置,打开冷凝水,在接收瓶(7.6)中加入 10 ml 氢氧化钠溶液(6.9)作为吸收液。在加入试样后的蒸馏瓶(7.5)中依次加 200 ml 水、3.0 ml 氢氧化钠溶液(6.8)、2.0 ml 氯化亚锡溶液(6.6)和 10 ml 硫酸铜溶液(6.7),摇匀,迅速加入 10 ml 磷酸(6.3),立即盖塞。打开电炉(7.4),由低挡逐渐升高,馏出液以 2~4 ml/min 速度进行加热蒸馏。接收瓶内试样近 100 ml 时,停止蒸馏,用少量水冲洗馏出液导管后取出接收瓶,用水定容(V_1),此为试样 A。

注 3: 如在试样制备过程中,蒸馏或吸收装置发生漏气导致氰化氢挥发,将使氰化物分析产生误差且污染实验室环境,所以在蒸馏过程中一定要时刻检查蒸馏装置的气密性。蒸馏时,馏出液导管下端务必要插入吸收液液面下,使氰化氢吸收完全。

8.5 空白试样制备

蒸馏瓶(7.5)中只加 200 ml 水和 3.0 ml 氢氧化钠溶液(6.8),按步骤 8.3 或 8.4 操作,得到空白试验试样 B。

9 分析步骤

9.1 校准曲线绘制

9.1.1 异烟酸-巴比妥酸分光光度法

取 6 支 25 ml 具塞比色管 (7.7), 分别加入氰化钾标准使用溶液 (6.18) 0.00、0.10、0.50、1.50、4.00 和 10.00 ml, 再加入氢氧化钠溶液 (6.9) 至 10 ml。标准系列中氰离子的含量分别为 0.00、0.05、0.25、0.75、2.00、5.00 μg 。向各管中加入 5.0 ml 磷酸二氢钾溶液 (6.12), 混匀, 迅速加入 0.30 ml 氯胺 T 溶液 (6.11), 立即盖塞, 混匀, 放置 1~2 min。向各管中加入 6.0 ml 异烟酸-巴比妥酸显色剂 (6.13), 加水稀释至标线, 摇匀, 于 25 $^{\circ}\text{C}$ 显色 15 min (15 $^{\circ}\text{C}$ 显色 25 min; 30 $^{\circ}\text{C}$ 显色 10 min)。分光光度计 (7.2) 在 600 nm 波长下, 用 10 mm 比色皿, 以水为参比, 测定吸光度。以氰离子的含量 (μg) 为横坐标, 以扣除试剂空白后的吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。

9.1.2 异烟酸-吡啶啉酮分光光度法

取 6 支 25 ml 具塞比色管 (7.7), 分别加入氰化钾标准使用溶液 (6.18) 0.00、0.10、0.50、1.50、4.00 和 10.00 ml, 再加入氢氧化钠溶液 (6.9) 至 10 ml。标准系列中氰离子的含量分别为 0.00、0.05、0.25、0.75、2.00、5.00 μg 。向各管中加入 5.0 ml 磷酸盐缓冲溶液 (6.15), 混匀, 迅速加入 0.20 ml 氯胺 T 溶液 (6.11), 立即盖塞, 混匀, 放置 1~2 min。向各管中加入 5.0 ml 异烟酸-吡啶啉酮显色剂 (6.16), 加水稀释至标线, 摇匀, 于 25~35 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴装置 (7.3) 中显色 40 min。分光光度计 (7.2) 在 638 nm 波长下, 用 10 mm 比色皿, 以水为参比, 测定吸光度。以氰离子的含量 (μg) 为横坐标, 以扣除试剂空白后的吸光度为纵坐标, 绘制校准曲线。

注 4: 氰化氢易挥发, 因此 9.1.1 和 9.1.2 中每一步骤操作都要迅速, 并随时盖紧瓶塞。

9.2 试样的测定

从试样 A 中吸取 10.0 ml 试料 A 于 25 ml 具塞比色管 (7.7) 中, 按 9.1.1 或 9.1.2 进行操作。

9.3 空白试验

从试样 B 中吸取 10.0 ml 空白试料 B 于 25 ml 具塞比色管 (7.7) 中, 按 9.1.1 或 9.1.2 进行操作。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

氰化物或总氰化物含量 w , 以氰离子 (CN^-) 计, 按式 (1) 计算:

$$w = \frac{(A - A_0 - a) \times V_1}{b \times m \times w_{\text{dm}} \times V_2} \quad (1)$$

式中: w ——氰化物或总氰化物 (105 $^{\circ}\text{C}$, 干重) 的含量, mg/kg;

A ——试料 A 的吸光度;

A_0 ——空白试料 B 的吸光度;

a ——校准曲线截距;

b ——校准曲线斜率;

V_1 ——试样 A 的体积, ml;

V_2 ——试料 A 的体积, ml;

m ——称取的样品质量, g;

w_{dm} ——样品中干物质含量, %。

10.2 结果表示

当测定结果小于 1 mg/kg 时, 保留小数点后两位; 当测定结果大于等于 1 mg/kg 时, 保留 3 位有效

HJ 745—2015

数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6家实验室对氰化物含量为 0.17 mg/kg、0.18 mg/kg、1.48 mg/kg 的统一样品进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 2.9%~16%、3.7%~12%、0.6%~8.1%；实验室间相对标准偏差分别为 9.0%，22%，23%；重复性限为 0.04 mg/kg，0.04 mg/kg，0.23 mg/kg；再现性限为 0.06 mg/kg，0.12 mg/kg，0.96 mg/kg。

6家实验室对总氰化物含量为 0.19 mg/kg，0.41 mg/kg，23.0 mg/kg 的统一样品进行测定，实验室内相对标准偏差分别为 1.2%~20%，3.5%~12%，1.2%~9.5%；实验室间相对标准偏差分别为 8.9%，8.5%，13%；重复性限为 0.06 mg/kg，0.09 mg/kg，3.2 mg/kg；再现性限为 0.07 mg/kg，0.13 mg/kg，9.0 mg/kg。

11.2 准确度

6家实验室对氰化物含量为 0.17 mg/kg，0.18 mg/kg 的统一样品进行加标分析测定，加标量为 3.0~4.0 μg ，加标回收率分别为 72.1%~95.8%，71.8%~94.8%；加标回收率最终值 87.7% \pm 16.6%，85.4% \pm 18.8%。

6家实验室对总氰化物含量为 0.19 mg/kg，0.41 mg/kg 的统一样品进行加标分析测定，加标量为 6.0~8.0 μg ，加标回收率分别为 72.8%~118.7%，83.0%~112.1%；加标回收率最终值 92.6% \pm 29.8%，96.2% \pm 21.4%。

6家实验室对总氰化物含量为 25.7 mg/kg 的标准物质进行测定，相对误差为-26%~8.2%，相对误差最终值-10.3% \pm 23.6%。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验的氰化物和总氰化物含量应小于方法检出限。

12.2 每批样品应做 10%的平行样分析，其氰化物的相对偏差应小于 25%，总氰化物的相对偏差应小于 15%。如样品不均匀，应在满足精密度的要求下做至少两个平行样的测定，平行样取均值报出结果。

12.3 每批样品应做 10%的加标样分析，氰化物和总氰化物的加标回收率均应控制在 70%~120%之间。氰化物的加标物使用氰化物标准溶液，总氰化物的加标物可使用铁氰化钾标准溶液（配制与标定见附录 A），加标后的样品与待测样品同步处理。

12.4 定期使用有证标准物质进行检验。

12.5 校准曲线回归方程的相关系数 $r \geq 0.999$ ；每批样品应做一个中间校核点，其测定值与校准曲线相应点浓度的相对偏差应不超过 5%。

13 废物处理

实验中产生的废液应集中收集，并进行明显标识，如“有毒废液（氰化物）”，委托有资质的单位处置。

附 录 A
(资料性附录)

铁氰化钾标准溶液的配制和标定

A.1 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。

A.1.1 碘化钾 (KI)。

A.1.2 盐酸溶液: 1+1。

A.1.3 淀粉溶液: $\rho=0.01$ g/ml。

称取 1.0 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状,慢慢倒入 100 ml 沸水,继续煮沸至溶液澄清,冷却后贮存于试剂瓶中,临用时现配。

A.1.4 冰乙酸 ($C_2H_4O_2$)。

A.1.5 硫酸锌溶液: $\rho(ZnSO_4)=0.15$ g/ml。

称取 15g 硫酸锌,用刚煮沸水溶解稀释至 100 ml。

A.1.6 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000$ mol/L。

称取 105℃ 烘干 2 h 的基准重铬酸钾 4.903 0 g 溶于水中,转移至 1 000 ml 容量瓶中,定容至标线,摇匀。

A.1.7 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L。

称取 24.5 g 五水合硫代硫酸钠 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 和 0.2 g 无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 溶于水中,转移到 1 000 ml 棕色容量瓶中,定容至标线,摇匀。待标定后使用。

硫代硫酸钠标准溶液的标定:

吸取重铬酸钾标准溶液 (A.1.6) 15.00 ml 于碘量瓶中,加入 1g 碘化钾 (A.1.1) 及 50 ml 水,加入 5ml 盐酸溶液 (A.1.2) 5 ml, 密塞混匀。置暗处静置 5 min 后,用待标定的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色时,加入 1 ml 淀粉溶液 (A.1.3),继续滴定至蓝色刚好消失,记录标准溶液用量,同时作空白滴定。

硫代硫酸钠标准溶液的浓度按式 (A.1) 计算:

$$c = \frac{15.00}{(V_1 - V_2)} \times 0.1000 \quad (A.1)$$

式中: V_1 ——滴定重铬酸钾标准溶液时硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

V_2 ——滴定空白溶液时硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

0.100 0——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L。

A.1.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.01$ mol/L。

移取 10.00 ml 上述标定过的硫代硫酸钠标准溶液 (A.1.7) 于 100 ml 棕色容量瓶中,用水定容至标线,摇匀,临用时现配。

A.2 铁氰化钾标准储备溶液的配制和标定

A.2.1 铁氰化钾标准储备溶液: $\rho_1(CN) \approx 1$ g/L。

A.2.1.1 铁氰化钾标准储备溶液的配制

称取 1.3 g 铁氰化钾 ($K_3[Fe(CN)_6]$) 溶于水中, 稀释至 500 ml, 摇匀, 避光贮存于棕色瓶中, 4℃ 以下冷藏至少可稳定 2 个月。临用前用硫代硫酸钠标准溶液 (A.1.8) 标定其准确浓度。

A.2.1.2 铁氰化钾贮备溶液的标定

吸取 25.00 ml 铁氰化钾标准贮备溶液于碘量瓶中, 加入 25 ml 水和 3g 碘化钾 (A.1.1), 摇动溶液使碘化钾溶解, 加入 1 滴冰乙酸 (A.1.4) 和硫酸锌溶液 (A.1.5) 10 ml, 塞紧瓶塞, 摇匀, 于暗处放置 10 min 后, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (A.1.8) 滴定至溶液呈淡黄色时, 加入 3 ml 淀粉溶液 (A.1.3), 继续滴定至溶液蓝色消失为终点, 记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量。另取 50.00 ml 实验用水作空白试验, 记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量。

注: 铁氰化钾和碘化钾的反应是可逆的, 只有在含有锌盐的微酸性溶液中, 生成亚铁氰化锌沉淀后, 反应才能定量; 在滴定时, 必须严格控制酸度, 反应液只能呈微酸性 (几乎接近中性), 如稍偏碱, 就有次硫酸盐生成, 影响标定结果。

铁氰化钾标准贮备溶液的浓度以氰离子 (CN^-) 计, 按式 (A.2) 计算:

$$\rho_1 = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 104.08}{25.00} \quad (A.2)$$

式中: ρ_1 ——铁氰化钾标准贮备溶液的质量浓度, g/L;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度, mol/L;

V_3 ——滴定铁氰化钾标准贮备溶液时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量, ml;

V_4 ——空白试验时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量, ml;

104.08——氰离子 ($4CN^-$) 摩尔质量, g/mol;

25.00——铁氰化钾标准贮备溶液的体积, ml。

A.2.2 铁氰化钾标准中间溶液: $\rho_2 (CN) = 10.00 \text{ mg/L}$ 。

A.2.2.1 铁氰化钾标准中间溶液的浓度计算

先按式 (A.3) 计算出配制 500 ml 铁氰化钾标准中间溶液 (A.2.2) 时, 应吸取铁氰化钾标准贮备溶液 (A.2.1) 的体积。

$$V = \frac{10.00 \times 500}{\rho_1 \times 1000} \quad (A.3)$$

式中: V ——吸取铁氰化钾贮备溶液的体积, ml;

ρ_1 ——铁氰化物贮备溶液的质量浓度, g/ml;

10.00——铁氰化钾标准中间溶液的质量浓度, mg/L;

500——铁氰化钾标准中间溶液的体积, ml。

A.2.2.2 铁氰化钾标准中间溶液的配制

准确吸取 V ml 铁氰化钾贮备溶液 (A.2.1) 于 500 ml 棕色容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 避光, 临用时现配。

A.2.3 铁氰化钾标准使用溶液: $\rho_3 (CN) = 1.00 \text{ mg/L}$ 。

吸取 10.00 ml 铁氰化钾标准中间溶液 (A.2.2) 于 100 ml 棕色容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀, 避光, 临用时现配。

中华人民共和国国家环境保护标准
土壤 氰化物和总氰化物的测定
分光光度法
HJ 745—2015

*

中国环境出版社出版发行
(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

010-67125803

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2015年8月第1版 开本 880×1230 1/16

2015年8月第1次印刷 印张 1

字数 30千字

统一书号: 135111·411

定价: 16.00元

*



135111411