

紫外分光光度法测定土壤中的氰化物含量

摘要：本文参考十二五最新环境《土壤 氰化物的测定》标准（征求意见稿），采用紫外分光光度法测定了土壤中氰化物含量，实验结果表明，该方法简单快捷，对评价土壤中氰化物的污染程度有着很好的指导作用。

关键词： 十二五 环境 土壤 氰化物 紫外分光光度法

氰化物是一种含有氰基（ $-C\equiv N$ ）的化合物，可分为无机氰化物和有机氰化物两种，广泛存在于自然界，尤其是生物界。土壤中也普遍含有氰化物，并随土壤的深度增加而递减，其含量为 $0.003\sim 0.130\text{ mg/kg}$ ，天然土壤中的氰化物主要是来自土壤腐殖质。人类的的活动也导致氰化物的形成。环境中的氰化物主要来自工业“三废”，也有来自于含氰的杀虫剂或药剂污染，但以前者为主。汽车尾气和香烟的烟雾中都含有氰化氢，燃烧某些塑料也会产生氰化氢。目前氰化物主要通过分光光度法测定，包括异烟酸-巴比妥酸分光光度法、异烟酸-吡唑啉酮分光光度法和吡啶-巴比妥酸分光光度法三种方法。由于试剂毒性及反应条件限制，本文参考最新环境标准《土壤 氰化物的测定》（征求意见稿），选取异烟酸-巴比妥酸分光光度法进行测定。

1. 实验部分

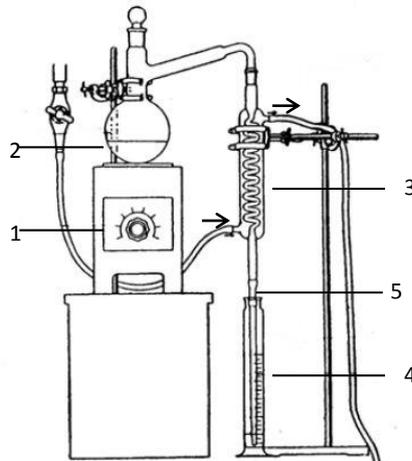
1.1 实验原理

在弱酸性条件下，水样中氰化物与氯胺 T 作用生成氯化氰，然后与异烟酸反应，经水解而成戊烯二醛，最后再与巴比妥酸作用生成一紫蓝色化合物，在一定浓度范围内，其色度与氰化物质量浓度成正比。

1.2 仪器配置

UV-2700（岛津）

10 mm 石英比色皿



1.电炉 2.蒸馏瓶 3.冷凝管 4.接受瓶 5.馏出液导管

图1 样品提取装置示意图

1.3 试剂

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

1.3.2 硝酸锌溶液, $\rho[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2]=100\text{ g/L}$

1.3.3 氢氧化钠溶液, $\rho(\text{NaOH})=100\text{ g/L}$

1.3.4 氢氧化钠溶液, $\rho(\text{NaOH})=10\text{ g/L}$

1.3.5 氢氧化钠溶液, $\rho(\text{NaOH})=15\text{ g/L}$

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

1.3.7 磷酸二氢钾溶液 (pH=4)。

称取 136.1 g 磷酸二氢钾溶于水, 加入 2.00 mL 冰乙酸, 用水稀释至 1000 mL, 摇匀。

1.3.8 异烟酸—巴比妥酸显色剂

称取 2.50 g 异烟酸和 1.25 g 巴比妥酸溶于 100 mL 氢氧化钠溶液 (1.3.5), 摇匀, 用时现配。

1.3.9 氰化钾标液, 市购标液 $50\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

1.3.10 氰化钾使用液, $1.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

吸取 10.00 mL 氰化钾标准溶液 (1.3.9) 于 500 mL 棕色容量瓶中, 用氢氧化钠溶液 (1.3.4) 稀释至标线, 摇匀, 用时现配。

2. 测定步骤

2.1 工作曲线的测定

取 8 支 25 mL 具塞比色管, 分别加入氰化钾使用液 (1.3.10) 0.00、0.10、0.30、1.00、2.00、4.00、8.00 和 10.00 mL, 再加入氢氧化钠溶液 (1.3.4) 至 10 mL。

向各管中加入 5 mL 磷酸二氢钾溶液, 混匀, 迅速加入 0.30 mL 氯胺 T 溶液, 立即盖塞子, 混匀, 放置 1 min~2min。

向各管中加入 6.0 mL 异烟酸-巴比妥酸显色剂, 加水稀释至标线, 摇匀, 于 25℃ 显色 15 min。在 600 nm 波长下, 用 10 mm 比色皿, 以水作参比测定吸光度, 扣除试剂空白后绘制校准曲线。

2.2 样品前处理

称取相当于 10 g 干样的原始样品于称量纸上, 移入 500 mL 蒸馏瓶, 然后加入 200 mL 水和 3.0 mL 氢氧化钠溶液 (1.3.3), 摇匀。接收瓶中加入 10 mL 氢氧化钠溶液 (1.3.4) 作为吸收液。

将 10 mL 硝酸锌溶液加入蒸馏瓶内, 摇匀, 迅速加入 5 mL 酒石酸溶液, 立即盖好瓶塞, 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, 用少量水洗馏出液导管, 取出接收瓶, 用水稀释至标线, 此碱性试样“A”待测。

同时制备试剂空白, 得到空白试验试样“B”待测。

3. 实验结果

3.1 线性方程

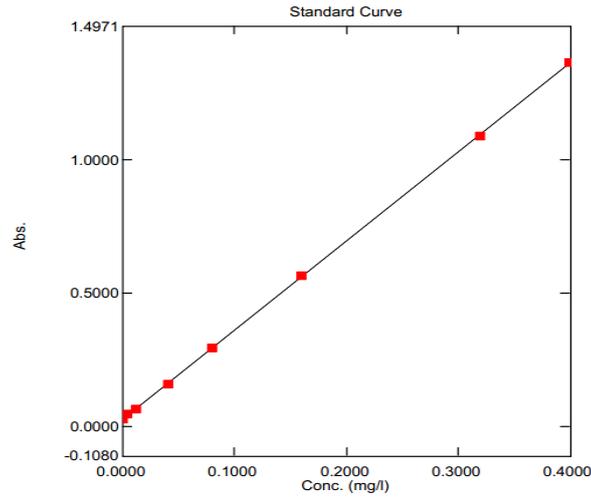


图2 工作曲线

工作曲线方程 $Abs=3.32914c+0.02687$ ，相关系数 $r^2=0.99994$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，检出限为 0.0001 mg/L。

3.2 样品测试结果

在同等实验条件下对土壤样品进行测试，结果为未检出。

4. 结论

本文参考十二五最新环境《土壤 氰化物的测定》标准（征求意见稿），采用紫外分光光度法测定了土壤中氰化物含量。该方法简单快捷，对评价土壤中氰化物的污染程度有着很好的指导作用。