

氰化物及卤代氰化物分析

氰化物均被认为是氢氰酸化合物，因其高毒性，水质标准等对它们都有限制。以前有介绍过用 HPLC 分离、定量氰化物，本文介绍采用小尺寸柱、小流量和优化试剂以更高的灵敏度和更短的时间分析氰化物。

1 仪器

- (1) Hitachi L-7100 (7110) 输液泵 (3 个)
- (2) Hitachi L-7200 自动进样器
- (3) Hitachi L-7300 柱温箱 (2 个)
- (4) Hitachi L-7240 紫外可见检测器
- (5) Hitachi D-7500 积分仪
- (6) 组织器

2 色谱条件

柱: Hitachi gel 2618, 4.6mm I.D. * 100mm L

流速: 0.4mL/min

柱温: 40°C

波长: 638nm

进样量: 50 μL

流动相: 1mM H₂SO₄

试剂 1: 0.02M KH₂PO₄, 0.08 M NaH₂PO₄, 0.71mM 氯胺-T

试剂 2: (1) 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮 (2.5g) /NN-DMF:150mL

(2) 4-嘧啶钠羧酸酯 (11.0g): 850mL (四水异烟酸钠: 定量分析氰)

试剂 (1) 30 mL+试剂 (2) 170 mL=200 mL*

*试剂 (1) 和 (2) 最后浓度分别为 0.25% 和 50mM。

试剂必须在 10°C 下避光保存。试剂在 20 天内使用完。

3 系统结构及流路框图

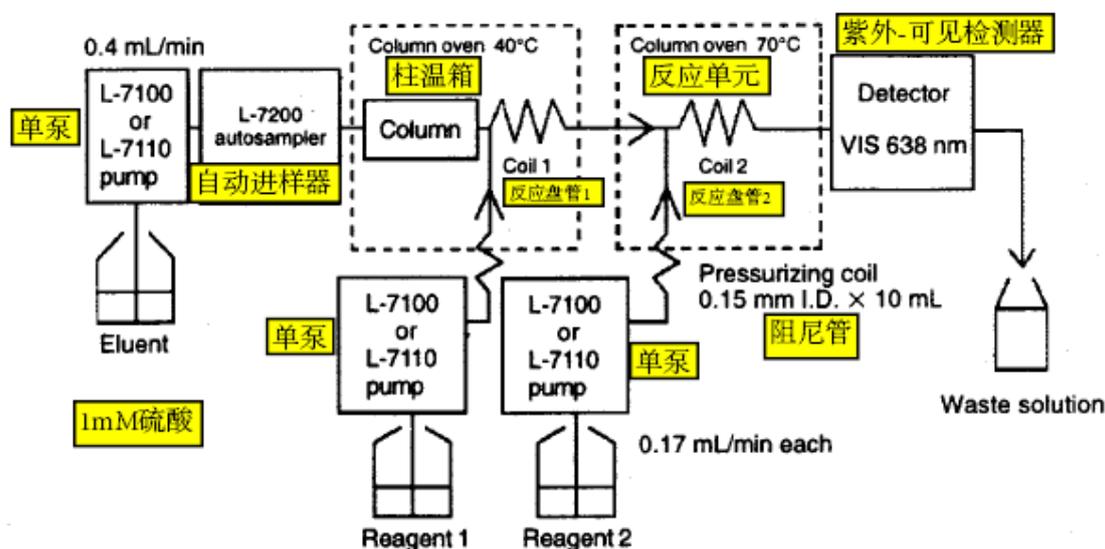


图 1 系统结构图

4 实验结果

4.1 环境中硫化氰和氰离子测定

4.1.1 特点

- 1) 测量达到 ppb 级, 适用于工业废水和环境水分析。
- 2) 水质标准中氰化物规定为 10ppb, 其 1/10 的量也可以测出。
- 3) 6 分钟内可以完成硫氰酸离子和氰化物离子的测定。

4.1.2 标样测定

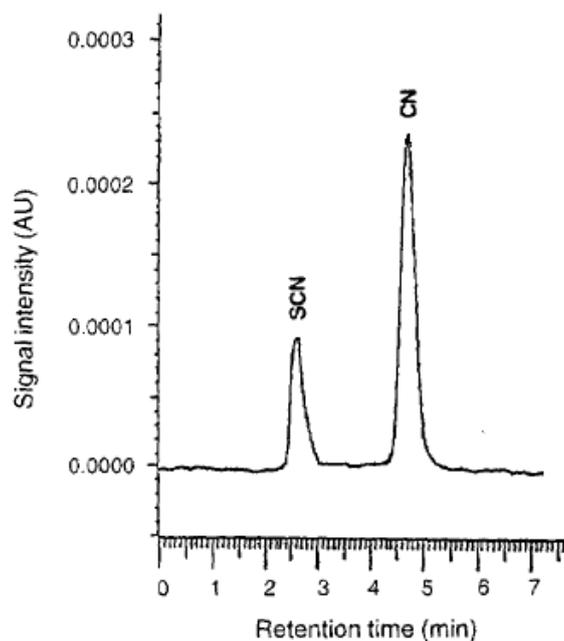


图2 50 µL (1 ppb) 标样色谱图

4.1.3 标准曲线

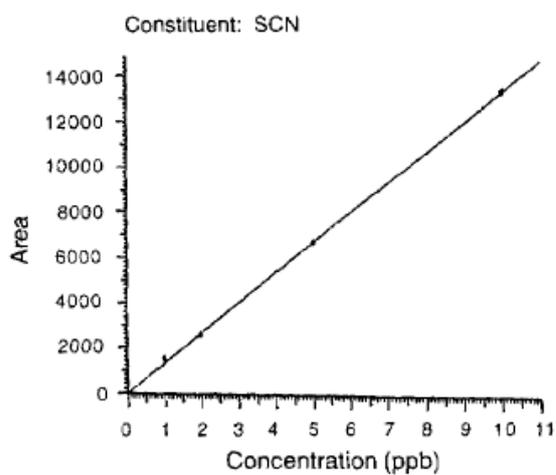


图3 硫化氰标准曲线

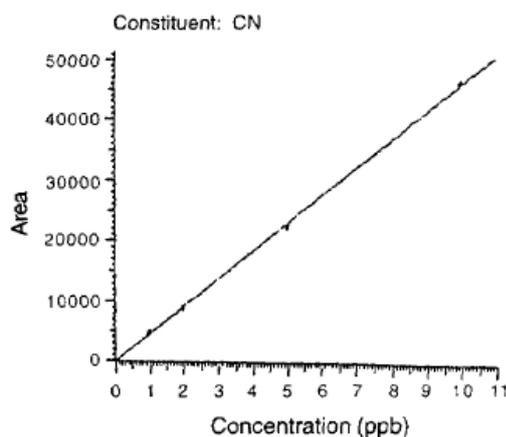


图4 氰标准曲线

4. 2 环境中氯化氰的测定

4. 2. 1 标样的测定

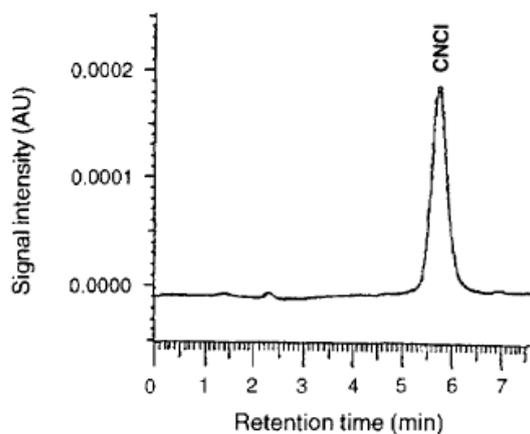


图 5 1ppb 氯化氰标样测定

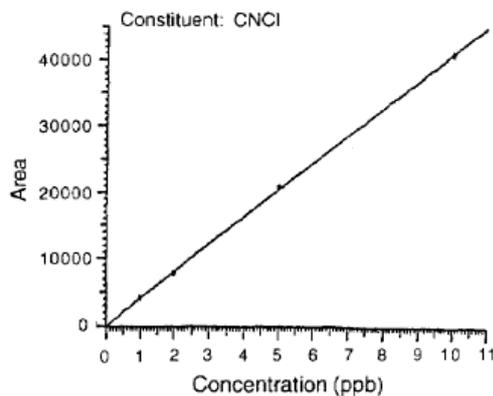


图 6 氯化氰从 1 到 10ppb 的标准曲线

7 分钟内完成氯化氰的测定

4. 2. 2 环境中实际样品的测定

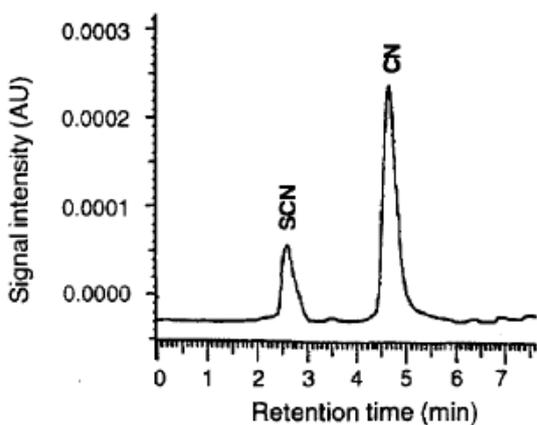


图 7 加 1ppb 标样的矿泉水图

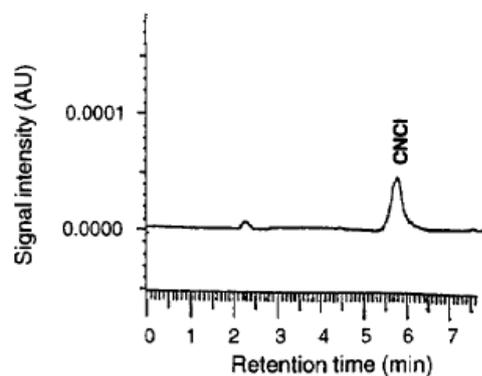


图 8 加 0.1ppb 硫化氰和氰的自来水图

实际样品的测定低至标准值的 1/10；氯化氰的洗脱依靠自来水中氯的浓度。