

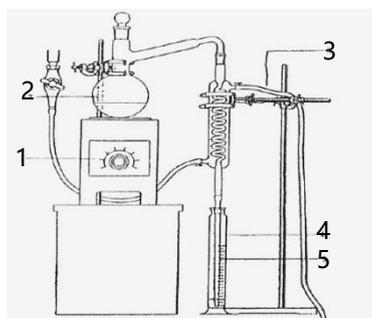
## 氰化物试剂简易操作流程

**浓度预判：**测试水样前，首先对水样的氰化物值进行预判，选择对应量程范围的操作步骤，例：预判氰化物浓度值为 0-0.5mg/L，需要选择 0-0.5mg/L 量程的操作步骤；预判氰化物浓度值为 0.5-1mg/L，则选择 0.5-1mg/L 量程的操作步骤。

**注意事项：**氰化物测量前，水样必须进行预蒸馏！根据预蒸馏方式的不同可测总氰化物和易释放氰化物。样品的预处理（参照 HJ484-2009）

**总氰化物：**在 pH < 2 介质中，磷酸和 EDTA 存在下，加热蒸馏，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（锌氰络合物，铁氰络合物，镍氰络合物，铜氰络合物等），不包括钴氰络合物。

**易释放氰化物：**在 pH=4 介质中，硝酸锌存在下，加热蒸馏，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、镍氰络合物、铜氰络合物、钴氰络合物。



氰化物蒸馏装置图

- |         |       |
|---------|-------|
| 1-可调电炉  | 2-蒸馏瓶 |
| 3-冷凝水出口 | 4-接收瓶 |
| 5-馏出液导管 |       |

### 氰化氢的释放和吸收装置

1. 参照图示连接蒸馏装置，用量筒量取 200ml 样品，移入蒸馏瓶中（若氰化物浓度高可少取样品，加蒸馏水稀释至 200ml），加数粒玻璃珠放置暴沸。
2. 往接收瓶内加入 10ml 氢氧化钠溶液（10g/L），作为吸收液。当样品中存在亚硫酸钠和碳酸钠时，可用 40g/L 氢氧化钠溶液作为吸收液。
3. 馏出液导管上端接冷凝管出口，下端插入吸收液中，检查连接部位，使其严密。蒸馏时馏出液导管要插入吸收液液面以下，使其完全吸收。

（注：氰化氢气体对人体有危害，馏过程必须时刻注意连接处是否有漏气现象，并且馏出液导管必须在吸收液液面以下）。

### 不同目标待测样的制备：

#### a、总氰化物样品的制备

将 10ml EDTA-2Na 溶液（100g/L：称取 10g 溶于 100ml 蒸馏水），加入蒸馏烧瓶内，在迅速加入 10ml 浓磷酸，当样品碱度大时，可适量多加磷酸，使其 pH < 2，立即盖好瓶塞，打开冷凝水打开可调电炉，由低挡逐渐升高，馏出液以 2~4ml/min 速度进行加热蒸馏。

#### b、易释放氰化物样品的制备

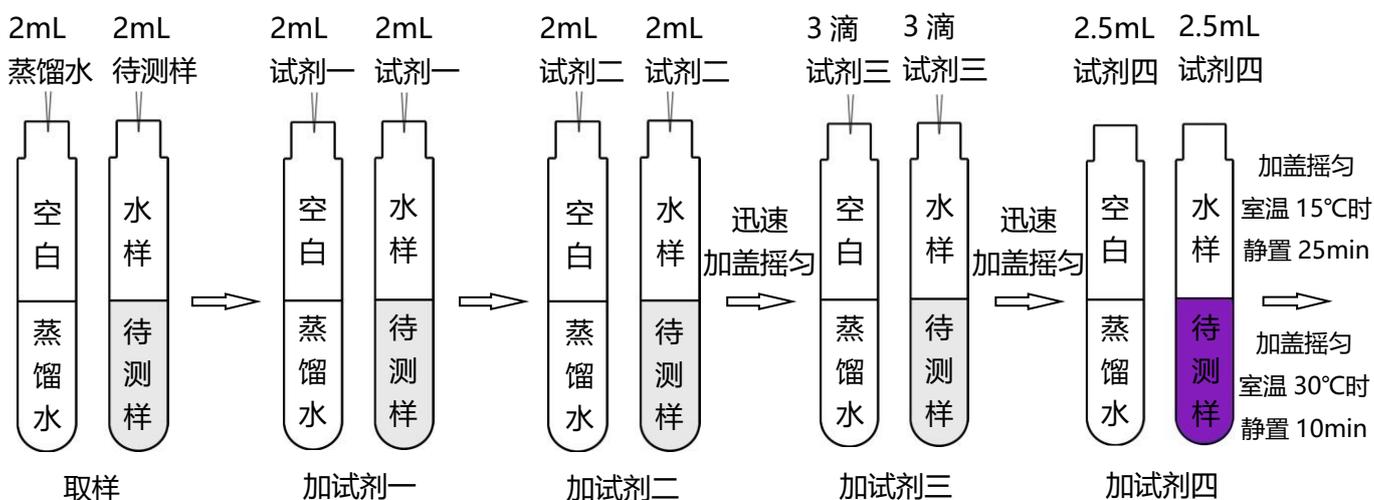
将 10ml 硝酸锌溶液（100g/L：称取 10g 溶于 100ml 蒸馏水）加入蒸馏烧瓶内，加入 7~8 滴甲基橙指示剂（0.5g/L：称取 0.05g 溶于 100ml，变色范围 3.2~4.4），再迅速加入酒石酸（150g/L：称取 15g 溶于水中并稀释至 100ml）溶液，立即盖好瓶塞，使瓶内溶液保持红色。打开冷凝水，打开可调电炉，由低逐渐升高，馏出液以 2~4ml/min 速度进行加热蒸馏。注：蒸馏时应使用 600-800W 可调电炉，不能使用电热套。

#### c、样品的收集

接收瓶内体积在 70-100ml 内时，即可停止蒸馏，用少量蒸馏水冲洗馏出液导管，取出接收瓶，用蒸馏水稀释至 200ml 标线，待测。

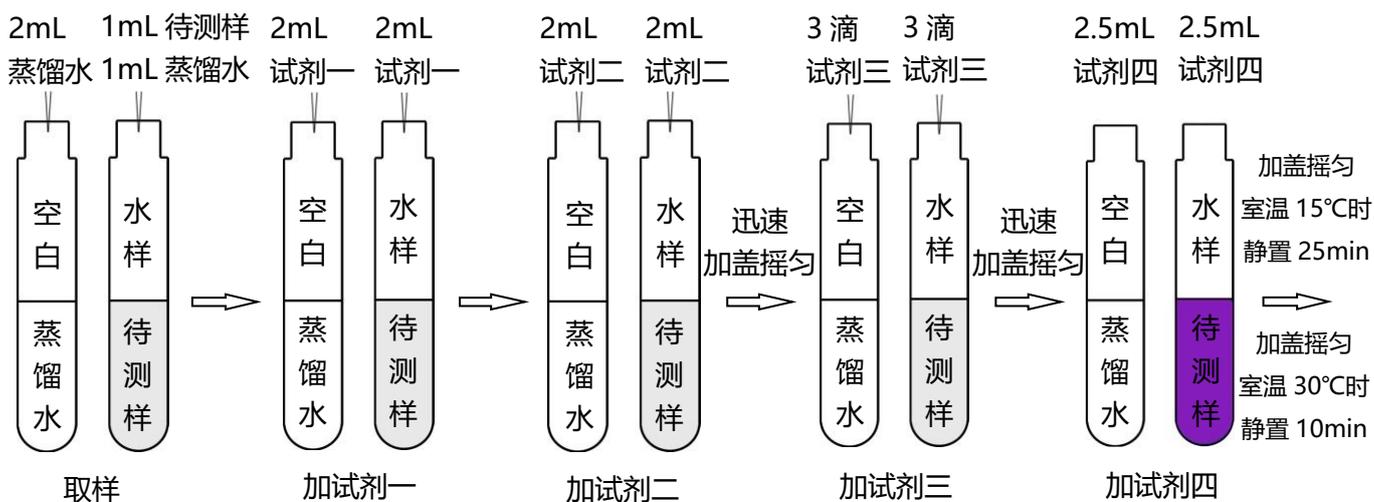
## 1、当预判值为 0-0.5mg/L 范围时

如有氰化物，水样显示紫蓝色，颜色越深水样的浓度值越高。分析程序：**氰化物 L**；注意超量程提示！



## 0.5、当预判值为 0.5-1mg/L 范围时

如有氰化物，水样显示紫蓝色，颜色越深水样的浓度值越高。分析程序：**氰化物 H**；注意超量程提示！



## 3、当预判值超出 1mg/L 时

需将水样稀释到上述 1-2 节对应的浓度值，然后再根据对应范围进行操作，测定结果乘以稀释倍数即可。

## 4、上机测试步骤

