

# 紫外分光光度法测定土壤中的氰化物含量

UV-045

**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-吡啶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。

## 实验部分

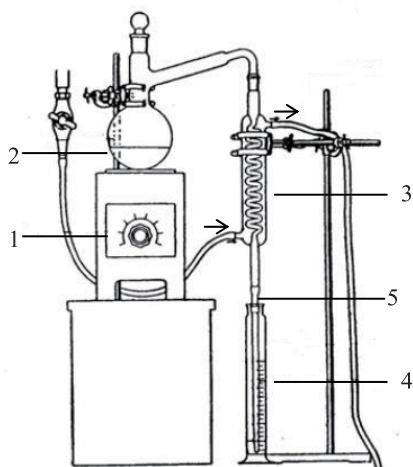
### 1.1 实验原理

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， $\rho(C_4H_6O_6) = 150 \text{ g/L}$

1.3.2 硝酸锌溶液， $\rho[Zn(NO_3)_2] = 100 \text{ g/L}$

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

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

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

1.3.6 氯胺 T 溶液， $\rho(C_7H_7ClNNaO_2S \cdot 3H_2O) = 10 \text{ g/L}$

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  $50 \mu\text{g/mL}$ 。

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

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。

## 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 ~ 2 min。

向各管中加入 6.0mL 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。

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。

## 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。

## 实验结果

### 3.1 线性方程

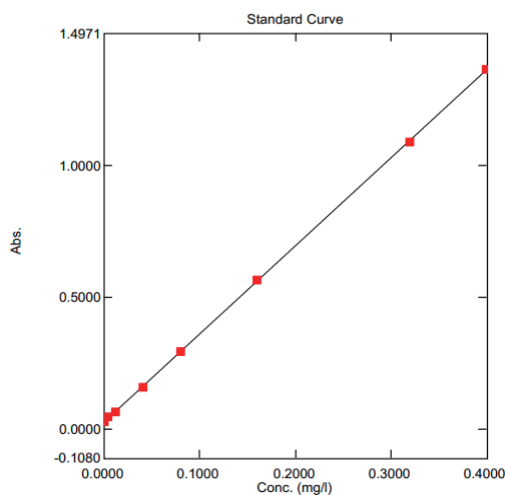


图 2 工作曲线