ICS 67.160.10

X 62

TB

团 体 标 准

T/ NAIA XXX—2021

水中氯化氰的测定

流动注射分光光度法

Determination of CNCl in water

-Flow injection analysis and spectrophotometric method

2021-XX-XX 发布　　2021-XX-XX 实施

宁 夏 化 学 分 析 测 试 协 会　　发　布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定编写。

本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的起草和发布机构不承担相关责任。

本文件由银川智慧食品安全检验检测中心（有限公司）提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会归口。

本文件起草单位：银川智慧食品安全检验检测中心（有限公司）、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：霍宗权、马贤、丁玉波、张小飞。

本文件于 2021 年 XX 月 XX 日首次发布。

水中氯化氰的测定 流动注射分光光度法

1 范围

本文件规定了测定水中氯化氰的流动注射分光光度法。

本文件适用于水中氯化氰的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

GB 8538 《食品安全国家标准 饮用天然矿泉水检验方法》

GB/T 5750.2 《生活饮用水标准检验方法 水样的采集和保存》

HJ 484 《水质 氰化物的测定 容量法和分光光度法》

HJ 164 《地下水环境监测技术规范》

HJ 91.1 《污水监测技术规范》

3 原理

水中的氯化氰（CNCl）与异烟酸-巴比妥酸试剂反应，生成紫蓝色化合物，于 600nm 处比色测定。

4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氢氧化钠（NaOH）。

4.2 氢氧化钠（NaOH）溶液（0.025mol/L）。

4.3 磷酸盐缓冲液（97g/L）。

4.4 氯胺-T 溶液（2g/L）。

4.5 异烟酸/巴比妥酸显色试剂（13.6g/L）。

以上 4.2～4.5 试剂的配制同 GB 8538-2016 中的 45.3.2.1～45.3.2.4。

4.6 标准溶液配制

4.6.1 水中氰成分分析标准物质（50mg/L）：标准物质编号为 GBW(E)080115。

4.6.2 氰离子标准中间液（0.10mg/L）：50mg/L 的水中氰成分分析标准物质（4.6.1）适量，用氢氧化钠溶液（4.2）逐级稀释配制成浓度为 0.10mg/L 的标准中间液。

5 仪器和设备

5.1 流动注射分析仪：氰化物反应单元及在线加热模块、600nm 比色检测器、自动进样器、自动稀释器、多通道蠕动泵、数据处理系统等。

5.2 玻璃器皿：容量瓶、移液管。

6 水样采集与保存

按照 GB/T 5750.2、HJ 484、HJ 164、HJ 91.1 的相关规定进行水样的采集。样品应采集在密闭的塑料样品瓶中。样品采集后，应立即加入氢氧化钠（4.1），使样品的 pH 至 12～12.5 之间。

采集的样品尽快测定。否则，应将样品贮存于 4°C 以下，并在采样后 24h 内进行测定。

注：有明显颗粒物的样品应用超声仪超声粉碎后进样。

7 分析步骤

7.1 标准系列的制备

使用 0.10mg/L 的氰标准中间液（4.5.2），用自动稀释器在线稀释得到氰浓度分别为 0.10mg/L、0.05mg/L、0.01 mg/L、0.005 mg/L、0.002 mg/L、0.000 mg/L 的标准工作溶液。

7.2 仪器操作

参考仪器说明书，开机，将样品进样管连接至反应单元六通阀进样口，调整流路系统，输入系统参数，确定分析条件，并将工作条件调整至测氯化氰的最佳测定状态。仪器参考条件见表 1。

表 1 流动注射分析仪的参考测试参数

自动进样器	蠕动泵	模块温度	流路系统	数据处理系统
初始化 正常	转速设为 35 级， 转动平稳	60℃±1℃	无泄漏， 试剂流动平稳	基线平直

7.3 测定

流路系统稳定后，依次测定标准系列及试样。

8 分析结果的表述

以所测试样的吸光度，从校准曲线或回归方程中查得试样溶液中氰化物（以 CN^-计）的质量浓度（mg/L）。

9 精密度

在重复性测定条件下，获得 5～11 次连续测定结果的相对标准偏差不超过 5%。

10 其他

本法检出限为 0.0004mg/L。