

流动注射分析法同时测定 活 水中挥发 、 氰化

李白, 蔡聪勃*

市 控制中心, 建 泉州 362700

探 建 同时测定 活 水中挥发 、 氰化 流动注射分析法。 应 Futura 流动分析仪、挥发 (在) 模块、氰/总氰(在 、消) 模块及 240 位 XYZ 三 取 样器, 仪器各参数, 活 水样 接 样,在 、显 , 测定挥发 、 氰化 含 。

法挥发 在 0~50.0 μg/L、氰化 在 0~100.0 μg/L 围内 性 好, 关 数 r 均 > 0.9995; 挥发 与 氰化 检出 分别为 0.3 μg/L、0.2 μg/L; 密度 RSD 分别为 0.4%~1.7%、0.5%~1.4%; 加标回收 分别为 97.6%~107.3%、98.8%~106.7%; 与 GB/T 5750 国标检 方法比 , 差异无 学意义。 流动注射分析法实 操作 便、快 , 有 好 灵敏度、 密度和准 度, 可作为 活 水中挥发 、 氰化 含 测定 替代方法。

水检测; 流动注射分析法; 挥发 ; 氰化

R123.1

B

1007-2705(2020)01-0000-00

挥发 、 氰化 是反映 活 水水 基本 况 常 指标^[1]。 前 GB/T 5750 国 标检 方法仍为分光光度法手工分析^[2], 实 中水样 处 时多且操作 , 无法实 时 、大批 水样同时测定。流动注射分析法 动化 度 、人工操作 差小, 样品 、 剂 消 少, 具备在 、消 功 , 因此操作更 便、分析 度更快, 检测灵敏度、准 性 国标法有所提 ^[3]。本文对流动注射分析法 实 步 、 检出 、 密度与准 度 分析, 探 流动注射分析法在测定 活 水中挥 发 、 氰化 可 性与优势。

方法原理

连续流动分析仪工作原理 流动分析仪是将比 分析 动化 一 测 。它将标准液、样品、 剂按比例泵入 中, 同时注入均匀一 气泡, 使 中 形成 流体气泡分 , 既 止样品扩散, 又 去 壁上污染, 使样品保持完整 性, 一 列反应步 成 , 比 检测 光强度, 得到 应峰值 信号, 再 与标准曲 比 动 得到 应浓度。

化学反应原理 挥发 160 °C在 加热 出, 在 性条件下与 氰化 和 4- 氨基安替吡啉反应, 成 合 , 在 500 nm 波 比 测定。氰化 125 °C在

李 , 副主任技师。专业: 化检

勃, 主 医师。专业: 公共卫 , 卫 检 。E-mail: 493652430@qq.com

加热 出，与氯 T 反应 化为氯化氰，再与 1,3-二 基巴比土 和吡啶-4 在 冲条件下反应， 成 合 ，在 600 nm 波 比 测定。

仪器与试剂

仪器 Futura 流动分析仪、挥发 (在) 模块、氰/总氰(在 、 消) 模块、240 位 XYZ 三 取样器(法国 Alliance 公司)。

混合标准使用液 GBW(E)080241 水中挥发 成分分析标准 : 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 、GBW(E)080115 水中氰成分分析标准 : 50.0 $\mu\text{g/mL}$ ，临 时 制成挥发 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、氰化 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准使 液。

挥发酚试剂 溶液：取 25 mL 于 水， 250 mL；安替吡啉溶液：溶 0.13 g 4-氨基安替吡啉于 水，定容 200 mL (声溶 ，氯仿 取提 ，临 时 制)； 冲溶液：溶 0.4 g 氰化 、0.6 g 、1 g 氯化 、0.7 g 氢氧化 于 水，定容 200 mL。

氰化物试剂 剂：溶 10 g 柠檬 、2 g 氢氧化 于 水，定容 500 mL； 冲溶液：溶 10.25 g 二 氢 、1.15 g 氢氧化 于 水，定容 500 mL；氯 T 溶液：溶 1 g 氯 T 于 水，定容 250 mL；显 剂：溶 4.2 g 1,3-二 基巴比土 、3.4 g 吡啶-4 、1.75 g NaOH 于 水，定容 250 mL。

方法

水样来源、采集与处理 市 2019 年 活 水水 测水样；依据 GB/T 5750.2^[2]， 500 mL 水样于具塞棕 ，4 $^{\circ}\text{C}$ 光保存于 24 h 内尽快测定；清 洁水样 接测定，浑浊水样 0.45 μm 滤 滤后测定。

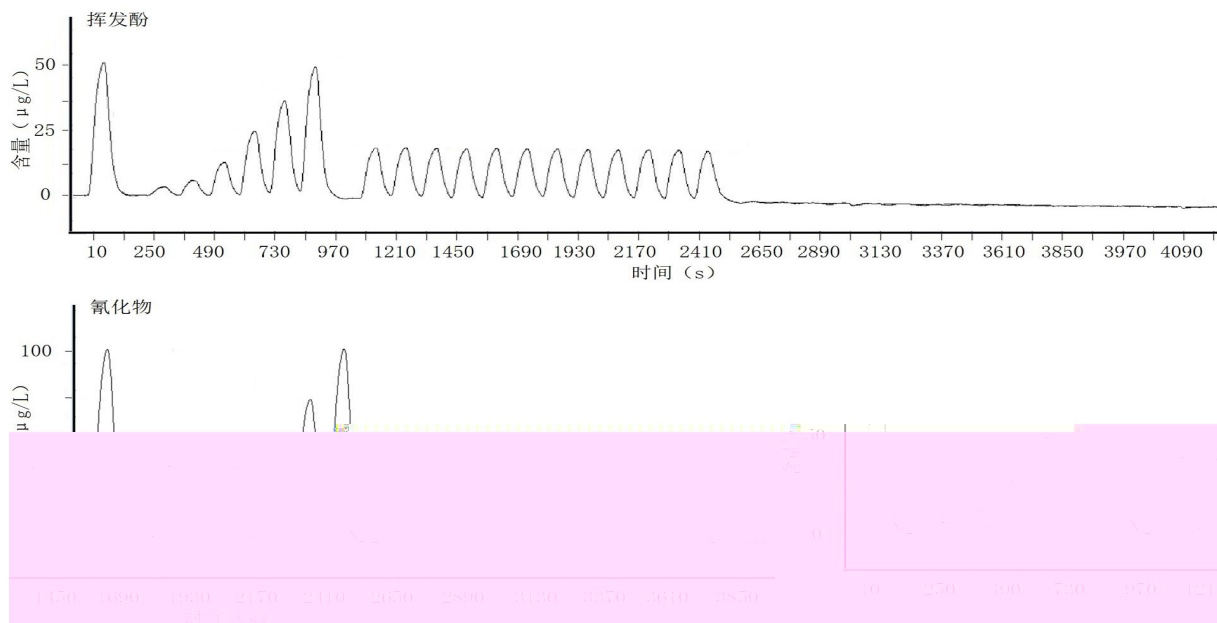
酚氰混合标准系列配制 氰混合标准 列 制 1，均 0.02 mol/L 氢 氧化 溶液定容 100 mL。

序号	挥发 、氰化 混合标准 列 制		
	混合标准使 液 (mL)	挥发 ($\mu\text{g/L}$)	氰化 ($\mu\text{g/L}$)
1	0.0	0.0	0.0

检测条件 开启 及仪器 源开关, 入仪器 件 参数 、标准与样品 , 水晶分液三 将取样器、挥发 模块、氰化 模块 样 接, 所有剂 放入 水中清洗 40 min, 开启温度控制器温度开关、消 器开关, 待温度升 90~100 °C开 氮气, 挥发 -氰化 子流 为45~55 mL/min,待温度升 160 °C和 125 °C, 流 气泡 定后将所有 剂 放入对应 剂中, 待 剂完全 入流 且基 定后开启分析。

数据处理 对此法 性 围、灵敏度、 密度及准 度 分析, 并与 GB/T 5750 国标法 对样本 Wilcoxon 号 和检 , $P < 0.05$ 有 学意义。

方法的线性范围、检出限与重现性 测定 分 检测图 、标准曲 、 关 数、 性 围、检出 与 RSD 值, 图 1、 2。此法挥发 、氰化 在其 性 围内有 好 关性 ($r > 0.9995$), 性 好 ($RSD < 1.0\%$), 满 国标 GB/T 5750 检出 0.002 mg/L 分析 求^[2]。



挥发 、氰化 标准样、 控样、 样检测图

测定方法	标准曲	关 数	性 围	检出	与 RSD 值 ($n=12$)
分	标准曲	(r)	($\mu\text{g/L}$)	($\mu\text{g/L}$)	$RSD(\%)$
挥发	$y=2530.937x - 0.894$	0.9996	0~50.0	0.3	0.5
氰化	$y=370.845x - 1.788$	0.9996	0~100.0	0.2	0.7

方法的精密度与准确度 机 取 3 份待测水样, 分别加入混合标准使 液 0.4、

5.0、7.5 mL，待测水样定容 100 mL。将 3 个浓度水平混合水样分别平 测定 6 次，同时测定待测水样本底浓度， 加标回收 ， 3。此法挥发 、 氰化 回收 分别为：97.6%~107.3%、98.8%~106.7%，回收 好；RSD 分别为：0.4%~1.7%、0.5%~1.4%， 密度 好。

测定 分	本底值 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	平均测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收 (%)	RSD(%)
挥发	0.9	2.0	3.1	107.3	1.7
	1.0	25.0	25.3	97.6	0.5
	0.8	37.5	38.3	99.9	0.4
氰化	1.8	4.0	6.2	106.7	1.4
	1.7	50.0	51.1	98.8	0.9
	1.8	75.0	77.5	100.9	0.5

与国标法的比对结果 制 3 个浓度水平混合水样分别 流动注射法与国标分光光度法各测定 3 次， 对样本 Wilcoxon 号 和检 ，对两 方法测定 果 差异性分析^[4]， 4。挥发 、 氰化 $Z(P)$ 值分别为-0.831(0.406)、-1.129(0.259)，可 两 方法差异无 学意义。

流动注射分析法与 GB/T 5750 分光光度法测定 果比 (n=9, $\mu\text{g/L}$)

序号	挥发		氰化	
	流动注射法	国标法	流动注射法	国标法
1	3.0	3.2	6.1	6.4
2	3.1	3.4	6.1	6.3
3	3.1	3.2	6.2	6.5
4	25.2	25.9	50.7	50.2
5	25.5	26.1	51.6	51.4
6	25.3	25.8	50.5	50.1
7	38.2	37.8	77.2	77.9
8	38.3	37.8	77.7	78.2
9	38.3	37.9	77.2	77.9

本文 三 前 并 方法同时检测 活 水中 挥发 与氰化 ， 方法学 明此法测定 果准 、检测效 ，可作为 活 水样分析 一 检测方法，

与其它结果类似^[5-7]。此法与国标 GB/T 5750 分光光度法比，测定结果差异无学意义，但此法具有优势：①实 操作 便、快，动取样和在、显、测定及数据处，实 复杂 动化，此法基 定后分析测定 为 15 份水样/小时，保 了大批 样品 在 后 24 h 内完成测定；② 取样 和 剂：与分光光度法 250 mL 水样 比，流动注射分析法取样 仅 1~2 mL，大大地减少取样、剂；③灵敏度、密度和准 度更优，此法标准 列溶液和水样均在 处，实 全 动化 保了样品、剂 样 度及反应温度、时 条件 一 性，减少了分光光度法标准样未 水样 前处 条件不一 和人工操作 可 引 差；同时 Futura 数字比、双波 检测、光 流 池 技术 应，拓宽了测 浓度 围、优化了检测 灵敏度。

此法操作 注意事：① 剂 影响：4-氨基安替吡啉最好 口 剂或 取 化后使，氯 -T 有效氯含 为 22% 以上，否则对测定 果影响很大；剂保存时，所 剂最好 度 且临 时 制，声波 气后使，免因 剂原因引 基 不。② 低浓度标准品 定时，混合标准使 溶液、标准 列溶液 每次测 定时 新 制并 制标准曲。

[1] 卫，国家标准化 委员会. 活 水卫 标准:GB 5749-2006[S].
[2] 卫，国家标准化 委员会. 活 水标准检 :GB/T 5750-2006[S].
[3] 志婷,杜 , 珊, .流动注射分析法测定 活 水中氰化 [J].海峡 医学杂 志, 2017, 23(4):51-52.
[4] 方 乾,孙振 .卫 学[M]. 5 .北京:人民卫 出 , 2008. 185-187.
[5] 国家卫 委 控局. 活 水卫 检测 分水 指标 充检测方法手册() [R]. 北京: 委, 2014. 58-64.
[6] 杨丽梅, 权帅. QC8500 流动注射分析仪单 样两 同时分析 [J]. 中国卫 检 杂 志, 2013, 23(10):2271-2273.
[7] 张 ,刘柳, 慧彬, .流动注射分析法同时检测水中挥发、氰化、 、六价 和 子合成洗涤剂[J]. 中国卫 检 杂志, 2016, 26(11):1563-1565.

2019-10-28; : 2019-11-29 晖