

测定气体中 HCN 的应用方案（异烟酸—吡唑啉酮分光光度法）

引言

本方案依据采用 GB/T16033-1995 《车间空气中氰化氢的测定.异烟酸 - 吡唑啉酮分光光度法》

原理用氢氧化钠溶液吸收氰化氢，在中性条件下，与氯铵 T 作用生成氯化氰（CNCl），氯化氰与异烟酸反应，经水解生成戊烯二醛，再与吡唑啉酮进行缩聚反应，生成蓝色化合物，用分光光度法测定。

仪器及试剂

美析 UV-1700 分光光度计

大型气泡吸收管 10ml

具塞比色管 25ml

湿式气体流量计

棕色酸式滴定管：25ml

比色皿 1cm

方法原理

2%NaOH 溶液:称取 2gNaOH 溶解于少量水中，转移至 100ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

0.05mol/LNaOH 吸收液:称取 2gNaOH 溶解于少量水中，转移至 1000ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

0.6%乙酸溶液:称取冰乙酸 3.0ml 于 500ml 容量瓶中，用水稀释至标线。

0.0200mol/L 氯化钠标准溶液:将氯化钠置于瓷坩埚内，经 400-500℃

灼烧至无爆裂声后于干燥器内冷却。称取 1.169g 氯化钠于烧杯中，用水溶解，移入 1000ml 容量瓶中，并稀释至标线，混合均匀。

硝酸银标准溶液：称取 3.4g 硝酸银，溶解于水，稀释至 1000ml,贮于棕色细口瓶中。

标定：吸取氯化钠标准溶液 10.00ml，置于 150ml 锥形瓶中，加水 50ml 及 4~5 滴铬酸钾指示剂，用硝酸银标准溶液滴定，直至溶液由黄色变成浅砖红色。记下读数（V）。平行滴定所消耗硝酸银溶液体积之差应不大于 0.04ml。

取水 60ml，同法做空白滴定，所消耗硝酸银溶液体积为 V_0 。按下式计算硝酸银标准溶液的浓度：

$$C_{(AgNO_3)} = \frac{C_{(NaCl)} \times 10.00}{V - V_0}$$

式中：C（AgNO₃）—硝酸银标准溶液的浓度，mol/L

C(NaCl)—氯化钠标准溶液的浓度，mol/L

V， V_0 —分别为滴定氯化钠标准溶液、空白溶液时消耗硝酸银标准溶液体积，ml

氰化钾贮备液：称取 0.25g 氰化钾（注意：剧毒），溶解于 0.1%NaOH 溶液中，并用 0.1%NaOH 稀释至 100ml，混匀后避光贮存于棕色细口瓶中。该溶液 1ml \cong 1.0mg 氰化氢。

标定：吸取 10.00ml 氰化钾贮备液，置于 150ml 锥形瓶中，加 50ml 水和 2%氢氧化钠溶液 1.0ml，加 2~3 滴试银灵指示剂，

用硝酸银标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙红色,记录硝酸银标准溶液 (V)。平行滴定所消耗硝酸银溶液体积之差应不超过 0.04ml。

另取水 60ml ,同法做空白滴定,记录所消耗硝酸银溶液体积为 V 0 。

按下式计算氰化钾贮备溶液的浓度：

$$C_{(mg/ml)} = \frac{C_{(AgNO_3)} \times (V - V_0) \times 54.04}{10.00}$$

式中：C—氰化钾贮备液中相当于氰化氢的浓度，mg/ml

C(AgNO₃)—硝酸银标准溶液的浓度，mol/L

V，V₀—分别为滴定氰化钾贮备液、空白溶液所消耗硝酸银标准溶液体积，ml。

10.00—氰化钾贮备液的体积，ml。

54.04—相当于 1L1mol / L 硝酸银标准溶液氰化氢质量，g。

氰化钾标准溶液 (10.0ug/ml)：准确吸取一定体积标定好的氰化钾标准贮备液于 100ml 容量瓶中，用 1.0mol / LNaOH 溶液稀释至标线，贮存于冰箱 (2-5℃) 保存可稳定 5 天。

氰化钾标准使用液 (1.00ug/ml)：临用前，吸取 10.00μg/ml 氰化钾标准溶液 10.00ml 于 100ml 容量瓶中，用 0.1mol / L 氢氧化钠溶液稀释至标线。

磷酸盐缓冲溶液 (pH=7)：称取 34.0g 磷酸二氢钾(KH₂PO₄)和 35.5g 无水磷酸氢二钠(Na₂HPO₄)，溶解于水，移入 1000ml 容量瓶中，用水稀释至刻线，若溶液浑浊，可过滤后使用。

铬酸钾指示剂：称取 10.00g 铬酸钾，溶解于少量水，滴加硝酸银标

准溶液至产生少量浅砖红色沉淀为止，放置过夜，过滤，滤液用水稀释至 100ml，待用。

0.1%酚酞指示剂：称取 0.10g 酚酞，溶于 95 %乙醇中，稀释至 100ml。若浑浊应过滤。

氯胺 T 溶液：称取 0.50g 氯胺 T 溶解于水，稀释至 50ml，贮于棕色细口瓶中，贮于冰箱可使用 3 天。

试银灵指示剂：称取 0.02g 试银灵溶于 100ml 丙酮中。贮存于棕色细口瓶，于暗处可稳定 1 个月。

异烟酸 - 吡唑啉酮溶液：

异烟酸溶液：称取 3.0g 异烟酸，溶解于 2%氢氧化钠溶液 48.0ml, 溶解后,加水稀释至 200ml。

吡唑啉酮溶液：称取 0.50g 吡唑啉酮溶解于 40.0mlN,N' -二甲基甲酰胺中。

临用前，将异烟酸溶液和吡唑啉酮溶液按[5+1]体积混合，贮存于棕色试剂瓶中。

取样

用装有 0.05mol/L 氢氧化钠吸收液 5ml 多孔玻板吸收管，用湿式气体流量计以一定的流量取样。

操作步骤

标准曲线的绘制

取 8 支 25ml 具塞比色管，按下表配制标准色列。

氰化钾标准色列

管号	0	1	2	3	4	5	6
氰化钾标准使用液 ml	0	0.2	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0
吸收液 (ml)	5.0	4.8	4.5	4.0	3.5	3.0	2.0
氰化氢含量 (μg)	0	0.2	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0

每管各加 1 滴 0.1% 酚酞指示剂, 摇动下逐滴加入 0.6% 乙酸溶液, 至酚酞指示

剂刚好褪色为止, 加磷酸盐缓冲溶液 5.00ml, 摇匀, 再加氯胺 T 溶液 0.20ml, 立即盖好瓶盖, 轻轻摇动, 放置 5min。加异烟酸 - 吡挫啉酮溶液 5.00ml, 立即盖好瓶盖塞, 摇匀, 用水稀释至 25ml 标线, 摇匀。在 25°C ~ 35°C 放置 40min。于波长 638nm 处, 用 1cm 比色皿, 以水为参比, 测定吸光度。以吸光度对氰化氢含量(μg), 绘制标准曲线。

样品测定

采样后, 将样品移入 25ml 具塞比色管中, 用少量水洗涤吸收管两次, 洗涤液合并于具塞比色皿中, 使总体积不超过 10ml。然后加 0.1% 酚酞指示剂 1 滴, 以下操作同标准曲线的绘制。

计算

氰化氢 (HCN mg/m^3) = W/V_n

式中: W—样品溶液中氰化氢含量(μg);

V_n —标准状态下的采样体积(L)。

氧化剂 (如 Cl_2) 和硫化氢的存在对测定有干扰, 必须消除。

关于美析

美析主营光谱类仪器：可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS，生命科学仪器：超微量分光光度计、全自动核酸提取仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。