

关键字

CNLab

CNSolution

氰化物

方法 OIA-1678

总氰化物

在 1999 年匹兹堡分析
化学和应用实验室光谱会
议上展出, 奥兰多市, 佛
罗里达州, 1999 年 3 月
7-12 日



采用 USEPA 草拟方法 OIA-1678 检测 总氰化物

简介

按照清洁水法案 (CWA)¹ 的 307 (a) (1) 节, 氰化物是一种毒性污染物, 是来自于毒性污染物列表² 中的首要污染物。所有当前批准的测试总氰化物的方法都采用样品蒸馏。虽然它们是代表了时至今日所使用的最佳的方法, 但是这些方法极易导致明显的基体干扰问题。公共和私立的机构遵从清洁水法案下的氯化处理氰化物的管理限制, 同时清洁水法案的管理权威指出, 当采用当前批准的方法测量某些样品基体时存在干扰。在第十七届环保署年会上关于环境污染物的分析中 (1994 年 5 月 3-5 日), 这个干扰的现状被公开, 要求评价和考虑一种可以降低或消除这些干扰的测氰方法。³

总氰化物检测因非常粗糙的分析条件 (温度 >100°C 和 pH < 0) 而产生问题, 再加上“增色反应”采取加入吡啶、巴比妥酸和氯胺-T (一个极强的氧化剂)。这些条件与样品基体的复杂性一起, 经常形成复杂反应途径, 从而在蒸馏和相关的比色定量过程中导致氰产物 (真实的和人为产生的) 的生成。

USEPA 的 OIA-1678 草拟方法不需要蒸馏; 因此, 它不会存在那些过程中产生的干扰。除了克服了干扰问题, OIA-1678 草拟方法在分析时间、实验室安全性以及实验室费用方面有明显的改进。

OIA-1678 草拟方法的总结

OIA-1678 草拟方法通过如下的步骤测量总氰化物。首先, 在 FIA 系统中, 一份液态样品被吸入到一个包括注入后分段的流动注射分析系统中。然后样品被注入到一个酸性的载液流中并由紫外光照射, 在此分解氰的金属络合物。系统的酸性条件导致生成氰化氢 (HCN) 气体, 其通过一片疏水性的气体扩散 (GD) 膜片扩散进入碱性的吸收液体流中, 在这里转换回氰离子 (CN⁻)。在碱性吸收溶液中的氰离子采用包括银工作电极、银/氯化银参比电极和施加 0V 电位的铂/不锈钢计数电极的安培计 (AMP) 进行测量。在池中生成的电流比例于样品中存在的氰化物浓度, 并由校准曲线定量。总氰化物的测试过程需要 6 分钟的分析物测定时间。采用相关的硬件和软件, 允许样品每 2 分钟注入一次, 每小时可以测定 30 个样品。图 1 显示了总氰化物的流路图。

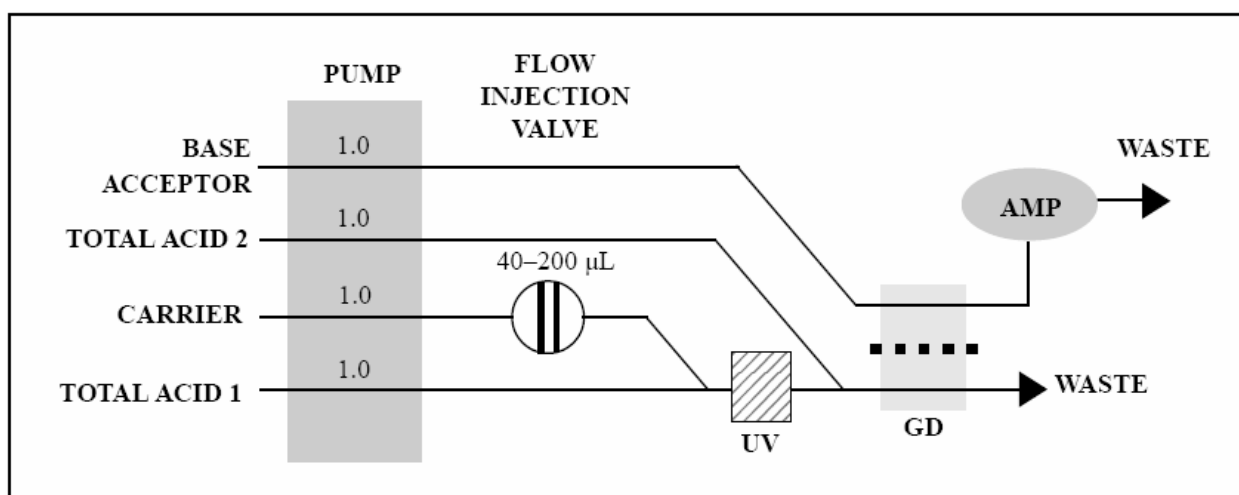


图 1 用于定量总氰化物的流动注射模板概图

单个实验室研究

起初，OI 分析仪器公司执行单个的实验室验证研究，以改善方法并确认方法的技术特性和选择性。研究的结果可以从 USEPA 的 *草拟方法 OIA-1678 单个实验室验证研究的报告*⁴ 中获得。单独实验室研究包括三部分，(1) OIA-1678 方法测试各种氰金属络合物中的氰化物的能力，(2) OIA-1678 方法用于识别存在干扰物质时测氰的能力，(3) OIA-1678 方法相比 USEPA 的 335.1 方法和标准方法 4500 CN⁻ I 时的回收率和精密度。

要检测方法测量各种氰金属络合物中的氰化物的能力，15 种不同的氰金属络合物的两种浓度（0.2 和 2.0mg/L）被单独分析 3 次，共 90 个分析结果。要比较 OIA-1678 方法的性能与当前批准的方法的性能，分别按照 USEPA 批准的 CATC 335.3 方法、标准方法 4500 CN⁻ C 和 D，分析同样 15 种金属氰络合物的同样的浓度，并分析 3 次。这生成了另外 90 个数据点的集合（见表 1）。

表 1 分别采用 USEPA 和 ASTM 以及 OIA-1678 方法获得的不同氰化物种类的回收率（%）

种类	0.200mg/L CN ⁻		2.000mg/L CN ⁻	
	USEPA/ASTM	OIA-1678	USEPA/ASTM	OIA-1678
[Zn(CN) ₄] ²⁻	99.5	97.2	104.4	99.6
[Cd(CN) ₄] ²⁻	103.8	104.3	102.9	100.9
[Cu(CN) ₄] ³⁻	97.7	100.0	98.0)	100.3
[Ag(CN) ₄] ⁻	97.8	104.3	100.2	99.0
[Ni(CN) ₄] ²⁻	104.2	98.3	97.1	100.0
[Hg(CN) ₄] ²⁻	95.8	96.7	97.6	99.6
Hg(CN) ₂	98.0	96.1	97.3	102.5
[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	100.8	102.3	99.6	102.2
[Fe(CN) ₆] ³⁻	104.0	95.4	99.5	86.3
[Pd(CN) ₄] ²⁻	69.1	17.7	66.5	21.9
[Pt(CN) ₄] ²⁻	0.0	0.54	0.0	0.4
[Pt(CN) ₆] ²⁻	0.0	0.0	0.0	0.0
[Ru(CN) ₆] ⁴⁻	50.1	0.51	51.0	0.51
[Au(CN) ₄] ⁻	56.6	49.5	58.4	42.8
[Co(CN) ₆] ³⁻	0.0	13.8	2.5	14.6

比较由 OIA-1678 方法得到的所有种类的完整的 CN^- 的回收率，基本类似氯化后与铁（II）氰络合物的测定结果。OIA-1678 草拟方法对于钴（III）得到更高氰化物值，对于金（I）和铁（III）得到稍低的氰化物值，对于铷（II）和钡（II）物质则得到明显低的氰化物值。对于这些实际环境中的样品，OIA-1678 草拟方法与标准方法得到几乎相同的回收率。

要测试 OIA-1678 草拟方法当存在干扰物质时识别氰化物的能力，18 种不同的可能干扰的物质以 20 和 200mg/L 的浓度进行测试，而 KCN 的浓度为 0.200mg/L（见表 2）。同样的实验也采用 $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ 代替 KCN 来进行（见表 3）。

表 2 有效氰化物方法对于在可能存在干扰物的情况下 CN^- （作为 KCN 加入）的检测

干扰物	20 mg/L CN^-					200 mg/L CN^-				
	比例 ^a	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b	比例 ^a	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b
Cl^-	73	0.205	0.200	0.200	0.202 (1.4)	730	0.201	0.201	0.202	0.201 (0.3)
Br^-	33	0.199	0.197	0.198	0.198 (0.5)	330	0.195	0.201	0.195	0.197 (1.8)
I^-	20	0.203	0.204	0.206	0.204 (0.8)	200	0.196	0.204	0.208	0.203 (3.0)
SO_4^{2-}	27	0.196	0.201	0.200	0.199 (1.3)	270	0.205	0.202	0.200	0.202 (1.2)
SO_3^{2-}	32	0.200	0.198	0.199	0.199 (0.5)	320	0.174	0.174	0.178	0.175 (1.3)
NO_3^-	42	0.201	0.203	0.199	0.201 (1.0)	420	0.205	0.195	0.202	0.201 (2.5)
NO_2^-	56	0.199	0.200	0.198	0.199 (0.5)	560	0.204	0.200	0.194	0.199 (2.5)
CO_3^{2-}	43	0.204	0.199	0.198	0.200 (1.6)	430	0.199	0.201	0.200	0.200 (0.5)
OCN^-	62	0.197	0.200	0.195	0.197 (1.3)	620	0.204	0.201	1.990	0.201 (1.2)
OCl^-	50	0.0	0.0	0.0	0.0	500	0.0	0.0	0.0	0.0
NH_4^+	144	0.205	0.198	0.203	0.202 (1.8)	1440	0.204	0.201	0.199	0.201 (1.2)
CH_3CHO	59	0.186	0.185	0.192	0.188 (2.0)	590	0.043	0.044	0.044	0.044 (1.3)
$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$	28	0.205	0.196	0.197	0.199 (2.5)	280	0.202	0.201	0.196	0.200 (1.6)
$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$	14	0.199	0.204	0.202	0.202 (1.2)	140	0.184	0.184	0.187	0.185 (0.9)
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$	15	0.198	0.201	0.199	0.199 (0.8)	150	0.186	0.185	0.188	0.188 (2.0)
S^{2-} ^c	81	0.198	0.196	0.200	0.198 (1.0)	810	0.155	0.153	0.151	0.153 (1.3)
SCN^-	45	0.211	0.205	0.208	0.208 (1.4)	450	0.212	0.215	0.205	0.211 (2.4)
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	23	0.198	0.197	0.194	0.196 (1.1)	230	0.225	0.213	0.215	0.218 (2.9)

^a 摩尔浓度比：干扰物/ CN^- 。

^b 在圆括号内给出的是%相对标准偏差（n=3）。

^c 在加入 PbCO_3 之后。

表 3 有效氰化物方法对于在可能存在干扰物的情况下 CN⁻（作为[Fe(CN)₆]⁴⁻加入）的检测

干扰物	20 mg/L CN ⁻					200 mg/L CN ⁻				
	比例 ^a	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b	比例 ^a	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b
Cl ⁻	73	0.198	0.192	0.200	0.197 (2.1)	730	0.200	0.200	0.206	0.202 (1.7)
Br ⁻	33	0.197	0.199	0.206	0.201 (2.3)	330	0.199	0.198	0.196	0.198 (0.8)
I ⁻	20	0.171	0.168	0.172	0.170 (1.2)	200	0.175	0.172	0.171	0.173 (1.2)
SO ₄ ²⁻	27	0.195	0.194	0.193	0.194 (0.5)	270	0.199	0.196	0.196	0.197 (0.9)
SO ₃ ²⁻	32	0.196	0.201	0.200	0.199 (1.3)	320	0.201	0.201	0.200	0.201 (0.3)
NO ₃ ⁻	42	0.200	0.207	0.198	0.202 (2.3)	420	0.192	0.199	0.203	0.198 (2.8)
NO ₂ ⁻	56	0.137	0.136	0.138	0.137 (0.7)	560	0.070	0.070	0.065	0.068 (4.2)
CO ₃ ²⁻	43	0.203	0.203	0.201	0.202 (0.6)	430	0.203	0.201	0.202	0.202 (0.5)
OCN ⁻	62	0.194	0.200	0.199	0.198 (1.6)	620	0.193	0.203	0.200	0.199 (2.6)
OCl ⁻	50	0.192	0.192	0.190	0.191 (0.6)	500	0.179	0.175	0.173	0.176 (1.7)
NH ₄ ⁺	144	0.206	0.199	0.195	0.200 (2.8)	1440	0.202	0.205	0.202	0.203 (0.9)
CH ₃ CHO	59	0.198	0.202	0.195	0.198 (1.8)	590	0.201	0.200	0.193	0.198 (2.2)
C ₃ H ₈ O ₃	28	0.201	0.196	0.200	0.199 (1.3)	280	0.199	0.200	0.199	0.199 (0.3)
C ₆ H ₁₂ O ₆	14	0.200	0.200	0.199	0.200 (0.3)	140	0.197	0.196	0.196	0.196 (0.3)
C ₆ H ₈ O ₆	15	0.195	0.198	0.200	0.198 (1.3)	150	0.197	0.196	0.196	0.196 (0.3)
S ²⁻ ^c	81	0.191	0.189	0.188	0.189 (0.8)	810	0.149	0.145	0.150	0.148 (1.8)
SCN ⁻	45	0.199	0.200	0.198	0.199 (0.5)	450	0.204	0.205	0.202	0.204 (0.8)
S ₂ O ₃ ²⁻	23	0.194	0.199	0.198	0.197 (1.3)	230	0.201	0.199	0.197	0.199 (1.0)

^a 摩尔浓度比：干扰物/ CN⁻。

^b 在圆括号内给出的是%相对标准偏差 (n=3)。

^c 在加入 PbCO₃之后。

包含 0.200mg/L 的 CN⁻（作为 KCN 加入）和 20 或 200mg/L 的 OCl⁻ 和 CH₃CHO 的样品，采用已知的干扰物去除方法进行处理，然后采用 OIA-1678 草拟方法进行分析。控制实验（无干扰处理方法）也实施。得到的数据见表 4。

表 4 干扰物存在时（包含与不包含干扰预处理），由 OIA-1678 草拟方法得到的 CN 浓度（以 NaCN 形式加入）^a

样品	检测的 CN ⁻ (ppm)			
	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm OCl ⁻	0.0	0.0	0.0	0.0
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm OCl ⁻ +50mg C*/100mL	0.0	0.0	0.0	0.0
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm OCl ⁻	0.0	0.0	0.0	0.0
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm OCl ⁻ +50mg C*/100mL	0.115	0.117	0.122	0.118 (3.0)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm CH ₃ CHO	0.043	0.044	0.044	0.044 (1.3)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm CH ₃ CHO+2mL 3.5% en**	0.167	0.165	0.172	0.168 (2.1)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm CH ₃ CHO	0.186	0.185	0.192	0.188 (2.0)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm CH ₃ CHO+2mL 3.5% en**	0.190	0.194	0.194	0.193 (1.2)

^a 在分析之前所有样品保存在 4°C 中冷藏 12 个小时。当 CN⁻与干扰物混合之后，在一分钟之内加入乙二胺或抗坏血酸。

^b 在圆括号内给出的是%相对标准偏差 (n=3)。

* 抗坏血酸

** 乙二胺

包含 0.200mg/L 的 CN⁻（作为 K₄[Fe(CN)₆]加入）和 20 或 200mg/L 的 OCl⁻和 NO₂⁻的样品，分别采用抗坏血酸和]氨基磺酸进行处理，然后采用 OIA-1678 草拟方法进行分析。控制实验（无干扰处理方法）也实施。得到的数据见表 5。由表 5 显示，氨基磺酸和抗坏血酸的加入，消除了 NO₂⁻和 OCl⁻的干扰。

表 5 干扰物存在时（包含与不包含干扰预处理），由 OIA-1678 草拟方法得到的 CN 浓度（作为 [Fe(CN)₆]⁴⁻加入）^a

样品	检测的 CN ⁻ (ppm)			
	注入 1	注入 2	注入 3	平均值 ^b
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm NO ₂ ⁻	0.070	0.070	0.065	0.068 (4.2)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm NO ₂ ⁻ +1mL sa*/100mL	0.124	0.123	0.134	0.127 (4.8)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm NO ₂ ⁻ +2mL sa*/100mL	0.199	0.201	0.200	0.200 (0.5)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm NO ₂ ⁻	0.137	0.136	0.138	0.137 (0.7)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm NO ₂ ⁻ +1mL sa*/100mL	0.199	0.196	0.197	0.197 (0.8)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm NO ₂ ⁻ +2mL sa*/100mL	0.198	0.199	0.196	0.198 (0.8)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm OCl ⁻	0.179	0.175	0.173	0.176 (1.7)
0.2ppm CN ⁻ + 200ppm OCl ⁻ +50mg C**/100mL	0.201	0.198	0.201	0.200 (0.9)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm OCl ⁻	0.192	0.192	0.190	0.191 (0.6)
0.2ppm CN ⁻ + 20ppm OCl ⁻ +50mg C**/100mL	0.200	0.202	0.196	0.199 (1.5)

^a 在分析之前所有样品保存在 4°C 中冷藏 12 个小时。当 K₄[Fe(CN)₆]与干扰物混合之后，在一分钟之内加入氨基磺酸和抗坏血酸。

^b 在圆括号内给出的是%相对标准偏差 (n=3)。

* 氨基磺酸(40g/L)

** 抗坏血酸

要测试总氰 2 试剂在线去除 S²⁻的效率（见图 1），分析了一系列含有 S²⁻的溶液。这些数据见表 6。这个方法具有大约 50,000ppm 的硫化物选择性的因子，证明不需要任何类似碳酸铅沉淀的预先处理，其

对高达 50ppm 的 S^{2-} 不灵敏。

表 6 当存在不同浓度的 S^{2-} 时, OIA-1678 方法的响应 (以 mg/L 氰化物计)

样品	注入 1	注入 2	注入 3
0.1 ppm S^{2-}	0.0	0.0	0.0
0.5 ppm S^{2-}	0.0	0.0	0.0
1.0 ppm S^{2-}	0.0	0.0	0.0
10 ppm S^{2-}	0.0	0.0	0.0
20 ppm S^{2-}	0.0	0.0	0.0
50 ppm S^{2-}	1.0	1.2	1.5

要测试紫外裂解硫氰酸盐在不同 CN 浓度的效果, 分析了一系列含有 SCN^- 的样品。这些结果总结在表 7。

表 7 CN^- 作为 SCN^- 浓度的函数状态下, OIA-1678 草拟方法的响应

样品	检测的 CN^- (ppb)		
	注入 1	注入 2	注入 3
1 ppm SCN^-	0.5	0.6	0.6
5 ppm SCN^-	1.6	2.2	2.3
10 ppm SCN^-	3.3	2.9	3.4
20 ppm SCN^-	4.5	4.0	4.0
50 ppm SCN^-	5.2	5.9	5.8
100 ppm SCN^-	7.4	7.2	6.4
200 ppm SCN^-	9.3	10.1	1.1
100 ppm SCN^- + 10 ppb CN^-	17.5	17.5	18.3

注意当 Total Acid 2 试剂中含有硫化物络合试剂时, 不会在 SCN^- 信号上产生效果, 表明当紫外裂解硫氰酸盐时不会产生 S^{2-} 物质。OIA-1678 草拟方法对硫氰酸盐的选择性因子大约为 2, 500。

分析了一系列含有 $S_2O_3^{2-}$ 的样品, 以测试 OIA-1678 草拟方法对于硫氰酸盐的浓度和试剂组成这些因素的响应。得到的结果列在表 8。这些结果表明 OIA-1678 草拟方法对过硫酸盐的选择性因子大约为 10, 000。

表 8 OIA-1678 草拟方法对于不同 $S_2O_3^{2-}$ 浓度的响应

样品	注入 1	注入 2	注入 3
1 ppm $S_2O_3^{2-}$	0.0	0.0	0.0
5 ppm $S_2O_3^{2-}$	0.0	0.0	0.0
10 ppm $S_2O_3^{2-}$	1.0	1.0	1.0
20 ppm $S_2O_3^{2-}$	1.4	1.8	2.1
50 ppm $S_2O_3^{2-}$	4.6	5.3	3.9
100 ppm $S_2O_3^{2-}$	12.3	13.3	11.9
200 ppm $S_2O_3^{2-}$	28.4	29.4	27.4
100 ppm $S_2O_3^{2-}$ + 10 ppb CN^-	22.1	24.0	23.1

九个采集自实际环境的样品由 OIA-1678 草拟方法、USEPA 比色方法和一个修订的 USEPA 方法（电流测量方法）进行分析。这些结果和数据显示于表 9。

表 9 由 OIA-1678 草拟方法、USEPA 比色方法和一个修订的 USEPA 方法（电流测量方法），在总氰化物蒸馏之后得到的实际采集样品的总氰化物平均值^a

样品	OIA-1678 草拟方法 检测的 CN ⁻ (ppm)	USEPA 比色方法 检测的 CN ⁻ (ppm)	修订的 USEPA 方法 ^b 检测的 CN ⁻ (ppm)
1	0.341 (0.4)	0.045 (13.0)	0.044 (12.0)
2	108.6 (1.8)	108.1 (1.1)	109.5 (0.9)
3	12.40 (1.4)	12.46 (0.9)	12.20 (0.9)
4	0.0096 (5.8)	0.0258 (5.1)	0.0250 (5.5)
5	0.0500 (1.2)	0.0050 (3.5)	0.0500 (2.0)
6	13.5 (1.3)	14.52 (1.0)	14.42 (1.4)
7	970.0 (0.5)	978.0 (1.6)	982.0 (1.1)
8	29.13 (0.7)	25.96 (1.6)	27.07 (2.2)
9	0.155 (1.0)	0.269 (2.6)	0.271 (.4)

^a 在圆括号内给出的是%相对标准偏差 (n=3)。
^b 电流测量方法。

实验室之间的研究

实验室间研究的目的在于 (1) 在多个实验室内确认方法的性能, (2) 评估 OIA-1677 方法实验室间数据的可变性, 和 (3) 逐步得到方法的质量控制 (QC) 可接受的判据。完整的数据可以在 *OIA-1678 草拟方法的实验室间验证报告* 中发现。因为这个研究是遵照格式化的方法批准过程执行测试的, 研究由 OI 分析仪器公司和 USEPA 共同管理完成。

实验室间研究的特定目的在于:

- 确认方法的线性范围;
- 评估草拟方法测试水和污水中的典型氰化物种类的可应用性;
- 检测方法当干扰存在时测定氰化物的可应用性;
- 检测多个实验室能够达到指定方法检出限 (MDL) 的能力;
- 根据实验室间的数据获得可接受的质量控制判据; 和
- 收集足够多的信息以文档化一个用于总氰化物测试的完整的方法。

对于 OIA-1678 草拟方法, 九个实验室同意参与实验室间方法验证的研究, 一起协作作为总氰化物 Round Robin 集团 (TCRRG) 的一部分。这些参与的实验室由 OI 分析仪器公司选择, 根据其实验室是否具有流动注射分析仪器, 在此之前使用 FIA 仪器用于氰化物的分析, 并且乐于参与研究。每个实验室测试 9 个不同的样品。根据建议的格式化指南, 这些数据量超过了全国性公认标准的第三等级。

方法检出限 (MDL)

MDL 被定义为一个物质能够被测量和报告的最低浓度, 具有 99% 的置信度, 而且其分析物的浓度大于 0。要测定 MDL, 每个实验室需要遵照 40 CFR 136 部分的附录 B 中的步骤执行。来自每个实验室的结果用于得到方法指定的 MDL, 按照格式化指南 3.4.3.1 节中指定的步骤综合来自九个实验室的结果。最终的 MDL 为 0.5 μg/L。

最低浓度 (ML)

ML 被定义为整个分析系统产生的一个可识别的信号和一个可接受的校准点的浓度。OIA-1678 草拟方法的 ML 根据格式化指南 3.4.3.1 节和 3.4.1.1 节中指定的要求建立。ML 由一个数理统计的因子乘以汇总得到的 MDL 值计算得到。最终 ML 的为 $2 \mu\text{g/L}$ ，其用于建立 OIA-1678 草拟方法的最低校准点浓度。

方法线性

OIA-1678 草拟方法确认在整个动态分析范围内 (0.002 至 5mg/L) 的响应是线性的。图 2 和图 3 显示了具有代表性的总氰化物校准曲线。

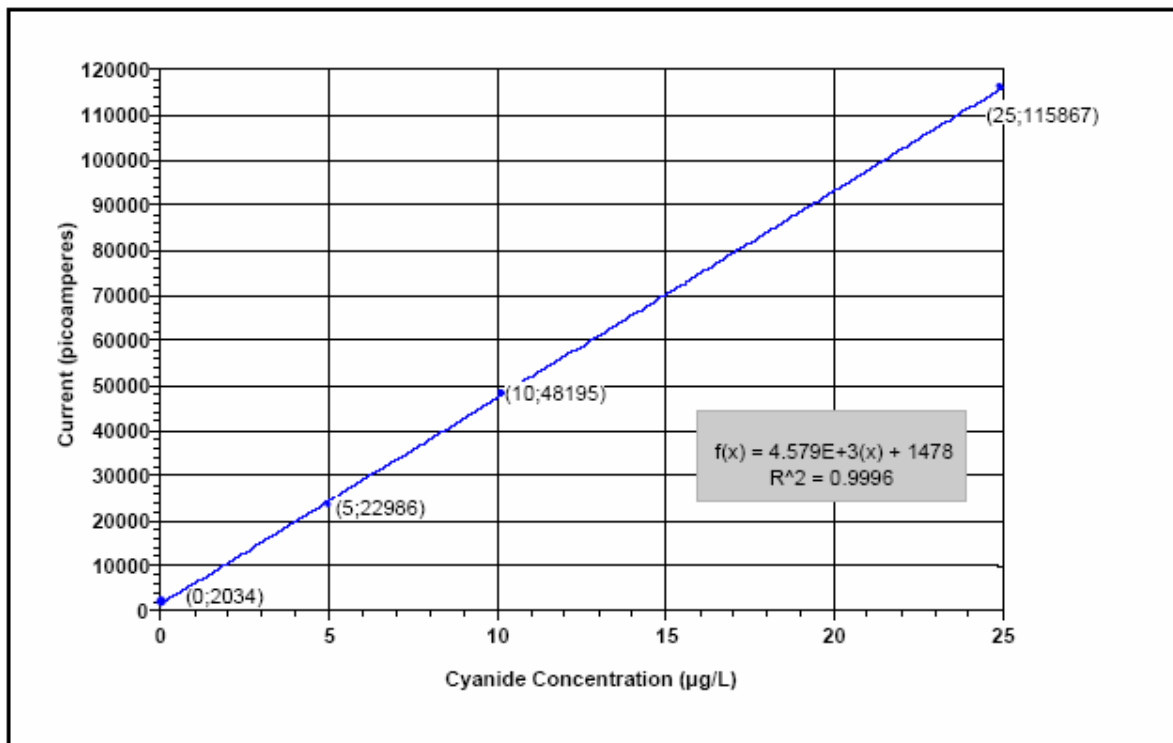


图 2 0 到 $25 \mu\text{g/L}$ 的总氰化物的校准曲线

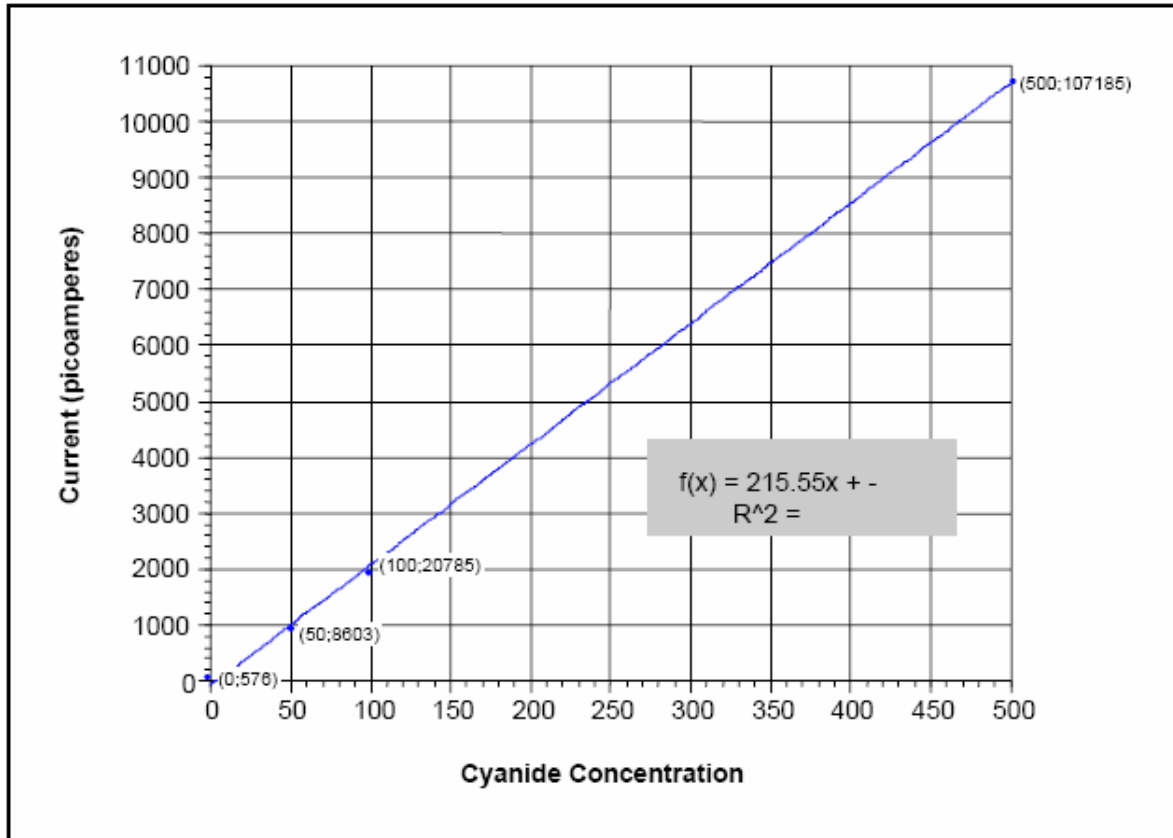


图 3 0 到 500 μ g/L 的总氰化物的校准曲线

实验室间的研究确认了 OIA-1678 草拟方法分析真实世界排出物样品的有效性。表 10 显示了在实验室间研究中分析得到的排出物样品的平均实验室结果。根据预期的初始样品浓度和加标浓度，氰化物的回收率是很好的。结果的数理评估得到了很多的限值，表明 OIA-1678 草拟方法是一个完全可靠地应用于实验室分析的重复性的过程。另外，所有实验室测试的样品的平均相对标准偏差（RSD）是 22%，证明 OIA-1678 草拟方法能够对真实世界的样品得到精确的结果。所有参与的实验室的所有类型排出物的平均样品回收率为 104%，平均基体加标回收率/基体加标重复回收率为 101/100%。来自实验室间验证研究得到的可接受的质量控制判据证明 OIA-1678 草拟方法优于当前的总氰化物测定方法。

表 10 在实验室之间的研究中有有效氰化物在不同液体基体检测中的回收率

样品描述	样品号	样品 CN ⁻ 的浓度	加入 CN 的浓度	平均% 回收率	相对 标准偏差
鼓处理操作过滤器 排出物	30751	45 μ g/L	2mg/L 的 [Fe (CN) ₆] ⁴⁻	90	13
POTW 二级排出物	30752	4 μ g/L	100 μ g/L 的 [Fe (CN) ₆] ³⁻	94	13
石油精炼厂的二级 排出物	30753	320 μ g/L	2mg/L 的 [Ag (CN) ₂] ⁻ + 2mg/L 的 [Ni (CN) ₄] ²⁻	95	10
Coke® 工厂的二级排 出物	30754	3, 450 μ g/L	未加标	82	25
轧钢厂直接过滤排 出物	30755	0 μ g/L	20 μ g/L 的 [Fe (CN) ₆] ⁴⁻	147	27
金属抛光的间接一 级排出物	30756	4 μ g/L	未加标	98	14
压铸件厂二级排出 物 *	30757	30 μ g/L	未加标	111	43
贵金属矿回收水	30758	33 μ g/L	1.0mg/L 的 [Fe (CN) ₆] ⁴⁺ + 20mg/L 的 SCN ⁻ , 以 KSCN 计	101	21
水处理厂过滤器排 出物	30759	7 μ g/L	未加标	122	31

* 样品是以胶体存在的, 执行有代表性的样品分析很困难。

结论

相比当前批准的方法, OIA-1678 草拟方法是更加准确、精密而且更少干扰的。相比当前批准的过程, 这个方法能够检测更低浓度的总氰化物。这个新方法也更为安全, 因为它只需要少量的具有潜在危害性的样品进行检测, 需要极少的可能导致爆炸意外的手工操作, 并且在制备和检测过程中使用很少的有害物质。此外, 这个新的过程明显降低了分析时间, 改进了成本效率。

参考书目

1. 40 CFR 401.15. 毒性污染物。
2. 40 CFR 423. 附录。
3. Goldberg 的文章, 能够从 USEPA 样品控制中心得到, 300 N. Lee Street, Alexandria, VA 22314, (703) 519-1140。
4. OIA-1678 方法支持文档的复印件可以在 USEPA 水摘要回顾中得到, 401M 大街, SW, 华盛顿特区, 20460。要得到摘要材料, 在上午 9:00 到下午 3:30 之间电话联系 (202) 260-3027 预约。



P.O. Box 9010
College Station, Texas 77842-9010
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • www.oico.com