

Z 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 7487—1987

水质 氰化物的测定 第二部分 氰化物的测定

Water quality—Determination of cyanide
Part 2 Determination of cyanide

1987-03-14 发布

1987-08-01 实施

国家环境保护局 发布

中华人民共和国国家标准

水质 氰化物的测定 第二部分 氰化物的测定

Water quality—Determination of cyanide Part 2 Determination of cyanide

UDC 614.777
: 543.2
: 546.267
GB/T 7487—1987

氰化物属于剧毒物，在操作氰化物及其溶液时，要特别小心。避免沾污皮肤和眼睛，吸取溶液一定要用安全移液管或用洗耳球吸溶液，切勿吸入口中！

除氰化物剧毒外，吡啶也具有毒性，应注意安全使用。

氰化物可能以氰氢酸、氰离子和络合氰化物的形式存在于水中，这些氰化物可作为总氰化物和氰化物加以测定。

本标准适用于饮用水、地面水、生活污水和工业废水。

活性氯等氧化物干扰，使结果偏低，可在蒸馏前加亚硫酸钠溶液排除干扰，见 GB 7486—87 6.1.7 a。

硫化物干扰，可在蒸馏前加碳酸铅或碳酸镉排除干扰，见 GB 7486—87 6.1.7 c。

亚硝酸离子干扰，可在蒸馏前加适量氨基磺酸排除干扰，见 GB 7486—87 6.1.7 b。

少量油类对测定无影响，中性油或酸性油大于 40 mg/L 时干扰测定，可加入水样体积的 20% 量的正己烷，在中性条件下短时间萃取排除干扰。

本标准分四篇：

第一篇 氰化氢的释放和吸收；

第二篇 硝酸银滴定法；

第三篇 异烟酸—吡啶啉酮比色法；

第四篇 吡啶—巴比妥酸比色法。

硝酸银滴定法最低检测浓度为 0.25 mg/L，检测上限为 100 mg/L。

异烟酸—吡啶啉酮比色法最低检测浓度为 0.004 mg/L，检测上限为 0.25 mg/L。

吡啶—巴比妥酸比色法最低检测浓度为 0.002 mg/L（用 72 型分光光度计吸光度为 0.020 左右），检测上限为 0.45 mg/L（10 mm 比色皿）、0.15 mg/L（30 mm 比色皿）。

第一篇 氰化氢的释放和吸收

1 定义

在 pH4 的介质中，硝酸锌存在下，加热蒸馏，能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（碱金属的氰化物和碱土金属的氰化物）和锌氰络合物，不包括铁氰化物、亚铁氰化物、铜氰络合物、镍氰络合物、钴氰络合物。

2 原理

向水样中加入酒石酸和硝酸锌，在 pH 4 的条件下，加热蒸馏，简单氰化物和部分络合氰化物（如锌氰络合物）以氰化氢形式被蒸馏出，并用氢氧化钠吸收。

3 试剂

3.1 15% (m/V) 酒石酸溶液。

称取 150 g 酒石酸 ($C_4H_6O_6$, tartaric acid) 溶于 1 000 ml 水中。

3.2 0.05% (m/V) 甲基橙指示剂。

3.3 10% (m/V) 硝酸锌 [$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$] 溶液。

3.4 乙酸铅试纸。

称取 5 g 乙酸铅 [$Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$] 溶于水中, 并稀释至 100 ml。将滤纸条浸入上述溶液中, 1 h 后, 取出晾干, 盛于广口瓶中, 密塞保存。

3.5 碘化钾—淀粉试纸。

称取 1.5 g 可溶性淀粉, 用少量水搅成糊状, 加入 200 mL 沸水, 混匀, 放冷, 加 0.5 g 碘化钾和 0.5 g 碳酸钠, 用水稀释至 250 ml, 将滤纸条浸渍后, 取出晾干, 盛于棕色瓶中, 密塞保存。

3.6 1+5 硫酸溶液。

3.7 1.26% (m/V) 亚硫酸钠 (Na_2SO_3) 溶液。

3.8 氨基磺酸 (NH_2SO_2OH , sulfamic acid)。

3.9 4% (m/V) 氢氧化钠 (NaOH) 溶液。

3.10 1% (m/V) 氢氧化钠 (NaOH) 溶液。

4 仪器

4.1 500 ml 全玻璃蒸馏器。

4.2 600 W 或 800 W 可调电炉。

4.3 100 ml 量筒或容量瓶。

4.4 仪器装置如图所示。