

# 氰化物水质分析简单操作说明书

仪器出厂前已经标定过，用户可按下列方法直接测定样品：

- 1、打开电源，仪器进入预热状态。
- 2、分别吸取 10mL 蒸馏水（空白）或待测水样（澄清水样或经预处理的水样）置于清洗干净的比色管中，加入 5.0mL 试剂（一）、0.5mL 试剂（二），立即拧紧盖子混匀，静置 5min。加入 5.0mL 试剂（三），拧紧盖子混匀，静置显色 30min（室温低于 25℃时延长显色时间至 40min~60min，或置于 35℃水浴中 20min）。
- 3、按箭头键选择“选择曲线”功能，利用上下箭头键选择所需的标准曲线序号，按“确认”键确认。（因仪器默认第一条曲线，如仪器只有第一条曲线则可跳过这一步）
- 4、将已擦净外壁的样品空白比色管按方向（对应 1 号线）插入比色孔中。选择“测试空白”选项，按“确认”键，待空白信号值稳定后，再按“确认”键确认，仪器自动调零。
- 5、取另一支装有待测样品的比色管按方向（对应 1 号线）插入比色孔中，选择“测试样品”选项，按“确认”键，仪器显示该样品氰化物浓度值(mg/L)，按“确认”键则该值被存储于仪器内。

## 仪器操作

### 一、概述

该仪器适用于天然水和处理过的废水中微量氰化物的测定。

本仪器具有以下优点：

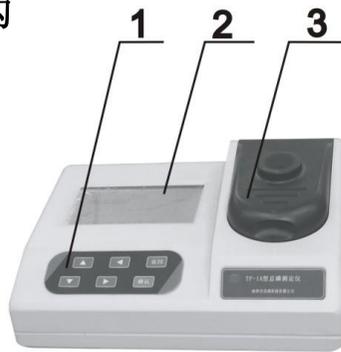
- 1、利用冷光、单色光作光源，光学稳定性极佳，不会受到各种光的干扰。
- 2、操作简便，测量精度高。
- 3、大屏幕液晶中文显示，所有设定、标定、记录操作全部在同集成环境下实现。
- 4、利用 V/F 转换、软件冗余、软件陷阱等技术，抗干扰性强。
- 5、可贮存 10 条工作曲线及 99 个历史记录，用户可自行校准曲线，断电不丢失。
- 6、主机机壳采用模后 ABS 材料，防腐性好。

### 二、仪器主要技术指标

1. 测量范围：0.00~0.50mg/L
2. 示值误差：≤±5%

3. 重复性 :  $\leq 3\%$
4. 光学稳定性: 仪器吸光值在 20min 内漂移小于 0.002A
5. 外形尺寸: 主机 266mm×200mm×130mm
6. 重量: 1kg
7. 正常使用条件:
  - (1) 环境温度: 5~40℃ (2) 相对湿度:  $\leq 85\%$
  - (3) 供电电源: AC(220±22)V; (50±0.5) Hz
  - (4) 无显著的振动及电磁干扰, 避免阳光直射。

### 三、 仪器结构



图一 外形示意图

1. 键盘
  - 1) ↑、↓、←、→键: 用在设定及标定操作时移动光标。
  - 2) 返回键: 当进行一项操作未完成时, 可把刚进行的操作取消
  - 3) 确认键: 对功能键等操作的确认。
2. LCD 液晶显示屏



图二 液晶屏示意图

- 1、 选择曲线: 测定时, 根据样品所在量程选择相应的曲线。
- 2、 空白测量: 进行样品空白值的测定。
- 3、 样品测量: 进行实际样品的测定。
- 4、 曲线标定: 利用标准值测量吸光度进行标准曲线标定。

- 5、 删除曲线：删除标准曲线。
- 6、 查询记录：查询测定历史记录值。在此状态下按上下键头可逐个查询记录。
- 7、 删除记录：删除全部历史记录值，按确认全部删除，按“返回”退回上一操作菜单。
- 8、 时钟设置：利用键头键可进行年、月、日和时、分、秒及星期的设置。

注：上屏为功能选项，下屏为可使用的按键（其中 I 表示正在使用的第几条曲线，R 表示已存储记录的数量。）

### 3. 比色池

4. 后面板结构：①电源插座      ②电源开关      ③功能扩展口

## 四、 仪器安装及使用

### （一） 仪器的使用

1. 将光标移至“选择曲线”功能，按“确认”键予以确认。利用键头键选择所需的标准曲线序号，按“确认”键确认。

1. 选择曲线

01.  $C = \text{xxxx.x} * A + \text{xxx.x}$

r=0.xxxx

2. 将待测的样品空白比色管按方向插入比色孔，将光标移至“空白测量”功能，仪器显示其吸光度，待吸光度值稳定后，按“确认”键，仪器自动调零。

2. 空白测量

0 . X XXX

3. 将被测样品比色管按方向插入比色孔中，将光标移至“样品测量”功能，仪器显示该样品浓度值，待稳定后，按“确认”键，仪器保存样品浓度值于仪器内。放入下个样品进行测定，如不测定按“返回”键仪器返回主菜单。

3. 样品测量

XX . X X mg/L 存储

A=X .XXXX    T=XXX.X%

## (二) 标定曲线

水样中样品浓度  $C$  与消解后样品中的吸光度  $A$  在一定范围内呈线性关系，其表达式为：

$$C = K \times A + b$$

标准曲线通过测定系列已知 COD 值标准样品的吸光度，仪器通过最小二乘法自动算出  $K$ 、 $b$  及  $r$  值。其中， $K$  为斜率，其值在 1.0~9999.9 之间； $b$  为截距，其值在 -999.9~999.9 之间， $r$  为相关系数，其值在 0~1 之间。

本仪器每个参数可保存 10 条标准曲线。在实际测定样品前，仪器内至少存有一条以上标准曲线，标准曲线可以用最小二乘法进行标定，也可以手动输入保存。

### 1. 工作曲线的标定

(1) 将光标移至“曲线标定”功能，按确认键，仪器进入标定状态。

4. 曲线标定		
序号	标准值	吸光度
1	000.00	

(2) 将待测的空白标样比色管，擦净管壁，打开比色计盖子，插入比色孔内。按“确认”键此时仪器显空白吸光度  $A$  值，待读数稳定后，按“确认”键，仪器自动调零。并进入下一个标样的标定。

序号	标准值	吸光度
2	00.05	

(3) 用键头输入 1 号标样的标准浓度值。并将 1 号标样比色管插入比色孔内，按“确认”键测其吸光度值，待读数稳定后按“确认”键予以确认。仪器进入 2 号标样的标定。

序号	标准值	吸光度
3	00.10	

(4) 重复上述操作，分别标定其余标样，直至全部标样标定完后，再按一次“确认”键则结束标定，仪器自动算出并显示此次标定的标准曲线方程及  $r$  值。用“↑”键输入该曲线序号( $I=1-10$ )，按“确认”键保存该曲线于仪器内。

r=0.XXXX

C=XXXX.X\*A+XXX.X

I =00

注：如在标定过程发现标定错误，可按“返回”键，可返回功能选择状态。

## 五、试剂的配制

- 1、CN标准溶液（100mg/L）：称取0.2500g氰化钾溶于0.1%NaOH，移至容量瓶，用0.1%NaOH定容至1000mL。
- 2、CN标准溶液（10mg/L）：吸10.00mL CN标准溶液（100mg/L）于100mL容量瓶中，用0.1%NaOH稀释至刻度。
- 3、CN标准溶液（0.5mg/L）：吸5.00mL CN标准溶液（10mg/L）于100mL容量瓶中，用0.1%NaOH稀释至刻度
- 4、试剂（一）：已配置好，可直接使用。
- 5、试剂（二）：取一包试剂（二）A溶于10毫升试剂（二）B，完全溶解后即可使用。  
（密封置于冰箱可保存三天）
- 6、试剂（三）：使用时将试剂三（A）与试剂三（B）按1:3比例混匀即可。  
（此试剂混匀后易失效，请按使用量混匀）

## 六、操作步骤

### 1. 水样的预处理

- (1) 澄清水样可直接测定，无需进行预处理。
- (2) 若水样含有以下几类物质，则需作如下处理：

#### A、油类物质及脂肪酸

当水样中油类物质及脂肪酸超过一定量时，则对测定有干扰，因此需要将水样用氢氧化钠调至碱性，加1滴酚酞指示剂，再用1mol/L醋酸调至酚酞褪色，用氯仿萃取一次后，即可直接测定水样。

#### B、活性氯及氧化物

取水样进行淀粉碘化钾试验，如呈蓝色，则可以用适量的抗坏血酸将水样中的活性氯及氧化物去除。

#### C、还原性物质

对于水样中较强的还原性物质，如I<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、过量的SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>等，以酚酞作指示剂，用1mol/L醋酸调至酚酞无色，加0.03mol/LHNO<sub>3</sub>5mL（50mL水样），滴加0.1mol/L高锰酸钾（1/7KMnO<sub>4</sub>）至生成MnO<sub>2</sub>（过量的高锰酸钾用抗坏血酸分解），而后用5%的氢氧化钠调至碱性，用1mol/L醋酸调至无色后，便可测定水样。

## 2. 水样的测定

- (1) 分别吸取 10mL 蒸馏水（空白）或待测水样（澄清水样或经预处理的水样）置于清洗干净的比色管中，加入 5.0mL 试剂（一）、0.5mL 试剂（二），立即拧紧盖子混匀，静置 5min。加入 5.0mL 试剂（三），拧紧盖子混匀，静置显色 30min（室温低于 25℃时延长显色时间至 40min~60min，或置于 35℃水浴中 20min）。
- (2) 选择标准曲线，先进行测定空白后，再测定样品，直接显示实际水样浓度值。

## 3. 标定曲线

- (1) 移取 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL CN 标准溶液（0.5mg/L）于干燥一系列比色管中，用蒸馏水依次补足至 10mL，对应的 CN 质量浓度为：0.00、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.5mg/L，加入 5.0mL 试剂（一）、0.5mL 试剂（二），立即拧紧盖子混匀，静置 5min。加入 5.0mL 试剂（三），拧紧盖子混匀，静置显色 30min（室温低于 25℃时延长显色时间至 40min~60min，或置于 35℃水浴中 20min），待测。
- (2) 选择“标定曲线”，用所配标样以最小二乘法标定曲线并存储。

## 4. 干扰消除

在本实验条件，50mL 的水样中，含有以下浓度的物质不干扰测定，超过此浓度限值的水样，则需进行蒸馏。

- (1) 4 mg/L  $S^{2-}$ 、4mg/L  $Fe^{3+}$ 、4mg/L  $Pb^{2+}$ 、10mg/L Zn、10mg/L 酚、5mg/L  $Cr^{6+}$ 、2.5mg/L  $Cr^{3+}$ ；40mg/L  $NH_4^+$ 、1mg/L  $NO_3^-$ 、1 mg/L  $SO_4^{2-}$ 、10 mg/L  $SO_3^{2-}$ 、10 mg/L  $S_2O_3^{2-}$  不干扰测定；
- (2)  $Ni^{2+}$ 、大于 0.5 mg/L 的  $Cu^{2+}$  干扰测定，但在加入试剂（一），即足以消除干扰；
- (3) 含  $SCN^-$ 、 $Ag^+$ （大于 0.04 mg/L）时干扰严重，此时样品必须进行蒸馏。
- (4) 蒸馏方法参照《GB748-87 水质 氰化物的测定》第一篇 氰化氢的释放和吸收，取溜出液进行测定）

## 5. 注意事项

- 1) 为了提高检测的准确性，应减少样品在检测时的相互影响，空白、标样、样品的消解管及管盖应固定，以减少操作带来的误差。
- 2) 一般情况下，标准曲线的相关系数 r 值应在 0.990 以上，如果所标定的标准曲线的 r 值低于 0.990，说明标准配制有问题或比色操作不规范，应仔细分析，逐一排除。
- 3) 比色管必须保持洁净，避免用手触及透光面，比色管置入比色计前如管外壁挂有溶液，应用软布擦拭干净，以免造成零点漂移及腐蚀仪器。

- 4) 仪器应放置在干燥通风处，同时需避免强光直射。长期不用时，应将比色管擦拭干净置于机外，以保证机内干燥，保护光学元件。

## 七、 装箱清单

序号	名 称	单 位	数 量	备 注
1	主机	台	1	
2	电源线	根	1	
3	比色管（Φ25mm）	支	3	
4	试剂	套	1	
5	使用说明书	份	1	
6	产品合格证	份	1	
7	保修卡	份	1	