

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 745-2015

土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法

Soil—Determination of cyanide and total cyanide—

Spectrometric method

（发布稿）

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-06-04发布

2015-07-01实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	2
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	3
8 样品.....	4
9 分析步骤.....	5
10 结果计算与表示.....	6
11 精密度和准确度.....	6
12 质量保证和质量控制.....	7
13 废物处理.....	7
附录 A （资料性附录）铁氰化钾标准溶液的配制和标定.....	8

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体安全健康，规范土壤中氰化物和总氰化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定土壤中氰化物和总氰化物的分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：上海市环境监测中心。

本标准验证单位：江苏省环境监测中心、南京市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、上海市浦东新区环境监测站、上海市普陀区环境监测站、上海纺织节能环保中心。

本标准环境保护部2015年6月4日批准。

本标准自2015年7月1日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤 氰化物和总氰化物的测定 分光光度法

警告：氢氰酸和氰化物属于剧毒物质。在酸性溶液中，剧毒的氢氰酸气体（带有刺鼻的杏仁味）会挥发出来。故除非是在特定步骤下进行实验，否则不应酸化样品。整个实验过程应在通风橱内进行，实验人员在处理被污染的样品时应戴上合适的防毒面具。

1 适用范围

本标准规定了测定土壤中氰化物和总氰化物的分光光度法。

本标准适用于土壤中氰化物和总氰化物的测定。

当样品量为10 g，异烟酸-巴比妥酸分光光度法的检出限为0.01 mg/kg，测定下限为0.04 mg/kg；异烟酸-吡啶啉酮分光光度法的检出限为0.04 mg/kg，测定下限为0.16 mg/kg。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ 484 水质氰化物的测定容量法和分光光度法

HJ 613 土壤干物质和水分的测定重量法

HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

氰化物 cyanide

是指在pH=4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（多为碱金属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、镍氰络合物和钴氰络合物。

3.2

总氰化物 total cyanide

是指在pH<2磷酸介质中，二价锡和二价铜存在下，加热蒸馏能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（多为碱金属和碱土金属的氰化物，铵的氰化物）和绝大部分络合氰化物。

4 方法原理

4.1 异烟酸-巴比妥酸分光光度法

试样中的氰离子在弱酸性条件下与氯胺T反应生成氯化氰，然后与异烟酸反应，经水解后生成戊烯二醛，最后与巴比妥酸反应生成紫蓝色化合物，该物质在600 nm 波长处有最大吸收。

4.2 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法

试样中的氰离子在中性条件下与氯胺T反应生成氯化氰，然后与异烟酸反应，经水解后生成戊烯二醛，最后与吡唑啉酮反应生成蓝色染料，该物质在638 nm 波长处有最大吸收。

5 干扰和消除

当试样微粒不能完全在水中均匀分散，而是积聚在试剂-空气表面或试剂-玻璃器壁界面时，将导致准确度和精密度降低，可在蒸馏前加5 ml 乙醇以消除影响。

试样中存在硫化物会干扰测定，蒸馏时加入的硫酸铜可以抑制硫化物的干扰。

试样中酚的含量低于500 mg/L 时不影响氰化物的测定。

油脂类的干扰可在显色前加入十二烷基硫酸钠予以消除。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂，实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。

6.1 酒石酸溶液： $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 150 \text{ g/L}$ 。

称取15.0 g 酒石酸溶于水中，稀释至100 ml，摇匀。

6.2 硝酸锌溶液： $\rho[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 100 \text{ g/L}$ 。

称取10.0 g 硝酸锌溶于水中，稀释至100 ml，摇匀。

6.3 磷酸： $\rho(\text{H}_3\text{PO}_4) = 1.69 \text{ g/ml}$ 。

6.4 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

6.5 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

量取 83 ml 盐酸（6.4）缓慢注入水中，放冷后稀释至 1000 ml。

6.6 氯化亚锡溶液： $\rho(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 50 \text{ g/L}$ 。

称取5.0 g 二水合氯化亚锡溶于40ml盐酸溶液（6.5）中，用水稀释至100 ml，临用时现配。

6.7 硫酸铜溶液： $\rho(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 200 \text{ g/L}$ 。

称取200 g 五水合硫酸铜溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀。

6.8 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 100 \text{ g/L}$ 。

称取100 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀，贮于聚乙烯容器中。

6.9 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 10 \text{ g/L}$ 。

称取10.0 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀，贮于聚乙烯容器中。

6.10 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 15 \text{ g/L}$ 。

称取 15.0 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀，贮于聚乙烯容器中。

6.11 氯胺 T 溶液： $\rho(\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S}\cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 10 \text{ g/L}$ 。

称取1.0 g 氯胺T溶于水中，稀释至100 ml，摇匀，贮存于棕色瓶中，临用时现配。

6.12 磷酸二氢钾溶液（pH=4）。

称取136.1 g 无水磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）溶于水中，加入2.0 ml 冰乙酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ），用水稀释至1000 ml，摇匀。

6.13 异烟酸—巴比妥酸显色剂。

称取2.50 g 异烟酸（ $\text{C}_6\text{H}_6\text{NO}_2$ ）和1.25 g 巴比妥酸（ $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_3$ ）溶于100 ml 氢氧化钠溶液（6.10）中，摇匀，临用时现配。

6.14 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH}) = 20 \text{ g/L}$ 。

称取20.0 g 氢氧化钠溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀，贮于聚乙烯容器中。

6.15 磷酸盐缓冲溶液（pH=7）。

称取34.0 g 无水磷酸二氢钾（ KH_2PO_4 ）和35.5 g 无水磷酸氢二钠（ Na_2HPO_4 ）溶于水中，稀释至1000 ml，摇匀。

6.16 异烟酸—吡唑啉酮显色剂。

6.16.1 异烟酸溶液。

称取 1.5 g 异烟酸（ $\text{C}_6\text{H}_6\text{NO}_2$ ）溶于 25 ml 氢氧化钠溶液（6.14）中，加水稀释定容至100ml。

6.16.2 吡唑啉酮溶液。

称取 0.25 g 吡唑啉酮（3-甲基-1-苯基-5-吡唑啉酮， $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{ON}_2$ ）溶于 20 ml N,N-二甲基甲酰胺[$\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$]中。

6.16.3 异烟酸-吡唑啉酮溶液。

将吡唑啉酮溶液（6.16.2）和异烟酸溶液（6.16.1）1:5 混合，临用时现配。

注1：异烟酸配成溶液后如呈现明显淡黄色，使空白值增高，可过滤。实验中以选用无色的N,N-二甲基甲酰胺为宜。

6.17 氰化钾标准贮备溶液： $\rho(\text{KCN}) = 50 \mu\text{g/ml}$ 。

购买市售有证标准物质。如自行配制，可参照HJ 484执行。

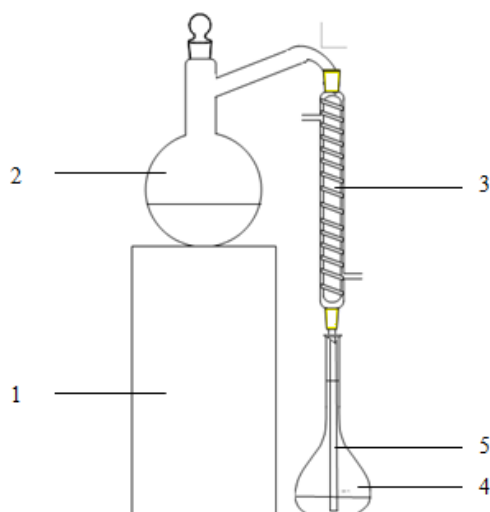
6.18 氰化钾标准使用溶液： $\rho(\text{KCN}) = 0.500 \mu\text{g/ml}$ 。

吸取10.00 ml 氰化钾标准溶液（6.17）于1000 ml 棕色容量瓶中，用氢氧化钠溶液（6.9）稀释至标线，摇匀，临用时现配。

7 仪器和设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准A级玻璃量器。

- 7.1 分析天平：精度，0.01 g。
- 7.2 分光光度计：带 10 mm 比色皿。
- 7.3 恒温水浴装置：控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.4 电炉：600 W 或 800 W，功率可调。
- 7.5 全玻璃蒸馏器：500 ml，仪器装置如图 1 所示。
- 7.6 接收瓶：100 ml 容量瓶。
- 7.7 具塞比色管：25 ml。
- 7.8 量筒：250 ml。
- 7.9 一般实验室常用仪器和设备。



1-可调电炉 2-蒸馏瓶 3-冷凝管 4-接收瓶 5-馏出液导管

图1 全玻璃蒸馏器

8 样品

8.1 采集与保存

采样点位的布设和采样方法按照HJ/T 166执行，采集后用可密封的聚乙烯或玻璃容器在 4°C 左右冷藏保存，样品要充满容器，并在采集后48 h 内完成样品分析。

8.2 样品称量

称取约10 g 干重的样品于称量纸上（精确到0.01 g），略微裹紧后移入蒸馏瓶。另称取样品按照HJ 613进行干物质的测定。

注2：如样品中氰化物含量较高，可适当减少样品称量或对吸收液（试样A）稀释后进行测定。

8.3 氰化物试样制备

参照图 1 连接蒸馏装置，打开冷凝水，在接收瓶（7.6）中加入 10 ml 氢氧化钠溶液（6.9）作为吸收液。在加入试样后的蒸馏瓶（7.5）中依次加 200 ml 水、3.0 ml 氢氧化钠溶液（6.8）和 10 ml 硝酸锌溶液（6.2），摇匀，迅速加入 5.0 ml 酒石酸溶液（6.1），立即盖塞。打开电炉（7.4），由低档逐渐升高，馏出液以 2 ml/min~4 ml/min 速度进行加热蒸馏。接收瓶内试样近 100 ml 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管后取出接收瓶，用水定容（ V_1 ），此为试样 A。

8.4 总氰化物试样制备

参照图1连接蒸馏装置，打开冷凝水，在接收瓶（7.6）中加入10 ml 氢氧化钠溶液（6.9）作为吸收液。在加入试样后的蒸馏瓶（7.5）中依次加200 ml 水、3.0 ml 氢氧化钠溶液（6.8）、2.0 ml 氯化亚锡溶液（6.6）和10 ml 硫酸铜溶液（6.7），摇匀，迅速加入10 ml 磷酸（6.3），立即盖塞。打开电炉（7.4），由低档逐渐升高，馏出液以2 ml/min~4 ml/min 速度进行加热蒸馏。接收瓶内试样近100 ml 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管后取出接收瓶，用水定容（ V_1 ），此为试样A。

注3：如在试样制备过程中，蒸馏或吸收装置发生漏气导致氰化氢挥发，将使氰化物分析产生误差且污染实验室环境，所以在蒸馏过程中一定要时刻检查蒸馏装置的气密性。蒸馏时，馏出液导管下端务必要插入吸收液液面下，使氰化氢吸收完全。

8.5 空白试样制备

蒸馏瓶（7.5）中只加200 ml 水和3.0 ml 氢氧化钠溶液（6.8），按步骤8.3或8.4操作，得到空白试验试样B。

9 分析步骤

9.1 校准曲线绘制

9.1.1 异烟酸-巴比妥酸分光光度法

取 6 支 25 ml 具塞比色管（7.7），分别加入氰化钾标准使用溶液（6.18） 0.00、0.10、0.50、1.50、4.00 和 10.00 ml，再加入氢氧化钠溶液（6.9）至 10 ml。标准系列中氰离子的含量分别为 0.00、0.05、0.25、0.75、2.00、5.00 μg 。向各管中加入 5.0 ml 磷酸二氢钾溶液（6.12），混匀，迅速加入 0.30 ml 氯胺 T（6.11）溶液，立即盖塞，混匀，放置 1 min~2 min。向各管中加入 6.0 ml 异烟酸-巴比妥酸显色剂（6.13），加水稀释至标线，摇匀，于 25 $^{\circ}\text{C}$ 显色 15 min（15 $^{\circ}\text{C}$ 显色 25 min；30 $^{\circ}\text{C}$ 显色 10 min）。分光光度计（7.2）在 600 nm 波长下，用 10 mm 比色皿，以水为参比，测定吸光度。以氰离子的含量（ μg ）为横坐标，以扣除试剂空白后的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

9.1.2 异烟酸-吡啶啉酮分光光度法

取 6 支 25 ml 具塞比色管（7.7），分别加入氰化钾标准使用溶液（6.18） 0.00、0.10、0.50、1.50、4.00 和 10.00 ml，再加入氢氧化钠溶液（6.9）至 10 ml。标准系列中氰离子的含量分别为 0.00、0.05、0.25、0.75、2.00、5.00 μg 。向各管中加入 5.0 ml 磷酸盐缓冲溶液（6.15），混匀，迅速加入 0.20 ml 氯胺 T（6.11）溶液，立即盖塞，混匀，放置 1 min~2 min。向各管中加入 5.0ml 异烟酸-吡啶啉酮显色剂（6.16），加水稀释至标线，摇匀，于 25 $^{\circ}\text{C}$ ~35 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴装置（7.3）中显色 40 min。分光光度计（7.2）在 638 nm 波长下，用 10 mm 比色皿，以水为参比，测定吸光度。以氰离子的含量（ μg ）为横坐标，以扣除试剂空白后的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

注4: 氰化氢易挥发, 因此9.1.1和9.1.2中每一步骤操作都要迅速, 并随时盖紧瓶塞。

9.2 试样的测定

从试样 A 中吸取 10.0 ml 试料 A 于 25 ml 具塞比色管 (7.7) 中, 按 9.1.1 或 9.1.2 进行操作。

9.3 空白试验

从试样 B 中吸取 10.0 ml 空白试料 B 于 25 ml 具塞比色管 (7.7) 中, 按 9.1.1 或 9.1.2 进行操作。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

氰化物或总氰化物含量 ω (mg/kg), 以氰离子 (CN⁻) 计, 按式 (1) 计算:

$$\omega = \frac{(A - A_0 - a) \times V_1}{b \times m \times w_{dm} \times V_2} \quad (1)$$

式中: ω ——氰化物或总氰化物 (105℃干重) 的含量, mg/kg;

A ——试料A的吸光度;

A_b ——空白试料B的吸光度;

a ——校准曲线截距;

b ——校准曲线斜率;

V_1 ——试样A的体积, ml;

V_2 ——试料A的体积, ml;

m ——称取的样品质量, g;

w_{dm} ——样品中干物质含量, %。

10.2 结果表示

当测定结果小于1 mg/kg, 保留小数点后两位; 当测定结果大于等于1 mg/kg, 保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6家实验室对氰化物含量为0.17 mg/kg, 0.18 mg/kg, 1.48mg/kg的统一样品进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为2.9~16%, 3.7~12%, 0.6~8.1%; 实验室间相对标准偏差分别为9.0%, 22%, 23%; 重复性限为0.04 mg/kg, 0.04 mg/kg, 0.23 mg/kg; 再现性限为0.06 mg/kg, 0.12 mg/kg, 0.96 mg/kg。

6家实验室对总氰化物含量为0.19 mg/kg, 0.41 mg/kg, 23.0 mg/kg的统一样品进行测定, 实验室内相对标准偏差分别为1.2~20%, 3.5~12%, 1.2~9.5%; 实验室间相对标准偏差分别为8.9%, 8.5%, 13%; 重复性限为0.06 mg/kg, 0.09 mg/kg, 3.2 mg/kg; 再现性限为0.07 mg/kg, 0.13 mg/kg, 9.0 mg/kg。

11.2 准确度

6家实验室对氰化物含量为0.17 mg/kg, 0.18 mg/kg的统一样品进行加标分析测定, 加标量为3.0~4.0 μg , 加标回收率分别为72.1%~95.8%, 71.8%~94.8%; 加标回收率最终值 $87.7\%\pm 16.6\%$, $85.4\%\pm 18.8\%$ 。

6家实验室对总氰化物含量为0.19 mg/kg, 0.41 mg/kg 的统一样品进行加标分析测定, 加标量为6.0~8.0 μg , 加标回收率分别为72.8%~118.7%, 83.0%~112.1%; 加标回收率最终值 $92.6\%\pm 29.8\%$, $96.2\%\pm 21.4\%$ 。

6家实验室对总氰化物含量为25.7 mg/kg 的标准物质进行测定, 相对误差分别为-26%~8.2%, 相对误差最终值: $-10.3\%\pm 23.6\%$ 。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验的氰化物和总氰化物含量应小于方法检出限。

12.2 每批样品应做 10%的平行样分析, 其氰化物的相对偏差应小于 25%, 总氰化物的相对偏差应小于 15%。如样品不均匀, 应在满足精密度的要求下做至少两个平行样的测定, 平行样取均值报出结果。

12.3 每批样品应做 10%的加标样分析, 氰化物和总氰化物的加标回收率均应控制在 70%~120%之间。氰化物的加标物使用氰化物标准溶液, 总氰化物的加标物可使用铁氰化钾标准溶液(配制与标定见附录 A), 加标后的样品与待测样品同步处理。

12.4 定期使用有证标准物质进行检验。

12.5 校准曲线回归方程的相关系数 $\gamma \geq 0.999$; 每批样品应做一个中间校核点, 其测定值与校准曲线相应点浓度的相对偏差应不超过 5%。

13 废物处理

实验中产生的废液应集中收集, 并进行明显标识, 如“有毒废液(氰化物)”, 委托有资质的单位处置。

附录 A
(资料性附录)
铁氰化钾标准溶液的配制和标定

A.1 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂,实验用水为新制备的蒸馏水或去离子水。

A.1.1 碘化钾 (KI)。

A.1.2 盐酸溶液: 1+1。

A.1.3 淀粉溶液: $\rho=0.01$ g/ml。

称取 1.0 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状,慢慢倒入 100 ml 沸水,继续煮沸至溶液澄清,冷却后贮存于试剂瓶中,临用时现配。

A.1.4 冰乙酸 ($C_2H_4O_2$)。

A.1.5 硫酸锌溶液: $\rho(ZnSO_4)=0.15$ g/ml。

称取 15g 硫酸锌,用刚煮沸水溶解稀释至 100 ml。

A.1.6 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000$ mol/L。

称取 105 °C 烘干 2 h 的基准重铬酸钾 4.9030 g 溶于水中,转移至 1000 ml 容量瓶中,定容至标线,摇匀。

A.1.7 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L。

称取 24.5 g 五水合硫代硫酸钠 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 和 0.2 g 无水碳酸钠 (Na_2CO_3) 溶于水中,转移到 1000 ml 棕色容量瓶中,定容至标线,摇匀。待标定后使用。

硫代硫酸钠标准溶液的标定:

吸取重铬酸钾标准溶液 (A.1.6) 15.00 ml 于碘量瓶中,加入 1g 碘化钾 (A.1.1) 及 50 ml 水,加入 5ml 盐酸溶液 (A.1.2) 5 ml, 密塞混匀。置暗处静置 5 min 后,用待标定的硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色时,加入 1 ml 淀粉溶液 (A.1.3),继续滴定至蓝色刚好消失,记录标准溶液用量,同时作空白滴定。

硫代硫酸钠标准溶液的浓度按式 (A.1) 计算:

$$c = \frac{15.00}{(V_1 - V_2)} \times 0.1000 \quad (A.1)$$

式中: V_1 ——滴定重铬酸钾标准溶液时硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

V_2 ——滴定空白溶液时硫代硫酸钠标准溶液用量, ml;

0.1000——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L。

A.1.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

移取 10.00 ml 上述标定过的硫代硫酸钠标准溶液 (A.1.7) 于 100 ml 棕色容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，临用时现配。

A.2 铁氰化钾标准贮备溶液的配制和标定

A.2.1 铁氰化钾标准贮备溶液： $\rho_1(\text{CN}) \approx 1 \text{ g/L}$ 。

A.2.1.1 铁氰化钾标准贮备溶液的配制

称取 1.3g 铁氰化钾 ($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$) 溶于水中，稀释至 500ml，摇匀，避光贮存于棕色瓶中，4℃ 以下冷藏至少可稳定 2 个月。临用前用硫代硫酸钠标准溶液 (A.1.8) 标定其准确浓度。

A.2.1.2 铁氰化钾贮备溶液的标定

吸取 25.00 ml 铁氰化钾标准贮备溶液于碘量瓶中，加入 25 ml 水和 3g 碘化钾 (A.1.1)，摇动溶液使碘化钾溶解，加入 1 滴冰乙酸 (A.1.4) 和硫酸锌溶液 (A.1.5) 10 ml，塞紧瓶塞，摇匀，于暗处放置 10 min 后，用硫代硫酸钠标准滴定溶液 (A.1.8) 滴定至溶液呈淡黄时，加入 3 ml 淀粉溶液 (A.1.3)，继续滴定至溶液蓝色消失为终点，记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量。另取 50.00 ml 实验用水作空白试验，记录硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量。

注：铁氰化钾和碘化钾的反应是可逆的，只有在含有锌盐的微酸性溶液中，生成亚铁氰化锌沉淀后，反应才能定量；在滴定时，必须严格控制酸度，反应液只能呈微酸性（几乎接近中性），如稍偏碱，就有次硫酸盐生成，影响标定结果。

铁氰化钾标准贮备溶液的浓度以氰离子 (CN^-) 计，按式 (A.2) 计算：

$$\rho_1 = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 104.08}{25.00} \quad (\text{A.2})$$

式中： ρ_1 ——铁氰化钾标准贮备溶液的质量浓度，g/L；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

V_3 ——滴定铁氰化钾标准贮备溶液时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量，ml；

V_4 ——空白试验时硫代硫酸钠标准滴定溶液的用量，ml；

104.08——氰离子 (4CN^-) 摩尔质量，g/mol；

25.00 ——铁氰化钾标准贮备溶液的体积，ml。

A.2.2 铁氰化钾标准中间溶液： $\rho_2(\text{CN}) = 10.00 \text{ mg/L}$ 。

A.2.2.1 铁氰化钾标准中间溶液的浓度计算

先按式 (A.3) 计算出配制 500 ml 铁氰化钾标准中间溶液 (A.2.2) 时，应吸取铁氰化钾标准贮备溶液 (A.2.1) 的体积。

$$V = \frac{10.00 \times 500}{\rho_1 \times 1000} \quad (\text{A.3})$$

式中： V ——吸取铁氰化钾贮备溶液的体积， ml；

ρ_1 ——铁氰化物贮备溶液的质量浓度， g/ml；

10.00 ——铁氰化钾标准中间溶液的质量浓度， mg/L；

500 ——铁氰化钾标准中间溶液的体积， ml。

A.2.2.2 铁氰化钾标准中间溶液的配制

准确吸取 V ml 铁氰化钾贮备溶液（A.2.1）于 500 ml 棕色容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，避光，临用时现配。

A.2.3 铁氰化钾标准使用溶液： $\rho_3(\text{CN}) = 1.00 \text{ mg/L}$ 。

吸取 10.00 ml 铁氰化钾标准中间溶液（A.2.2）于 100 ml 棕色容量瓶中，用水定容至标线，摇匀，避光，临用时现配。
