

流动注射测定氰化物精密度反应条件优化研究

张乾, 王璞玉

北京市地质环境监测所, 城市地下水安全防控技术创新基地, 北京 100079

DOI:10.61369/EAE.2026010017

摘要 : 氰化物携有剧烈毒性, 精准检测关联环境监测与食品安全两大核心领域。流动注射法凭借操作便捷、检测高效的特质获广泛运用, 检测精密度却易受反应条件干扰。针对流动注射测定氰化物的关键反应条件展开优化试验, 梳理各条件对检测精密度的作用规律, 筛选适配的最优参数组合。优化后方法强化检测结果稳定性与可靠性, 为氰化物精准定量筑牢技术根基。

关键词 : 流动注射法; 氰化物检测; 反应条件优化; 检测精密度; 环境监测

Optimization of Reaction Conditions for Determination of Cyanide Precision by Flow Injection

Zhang Qian, Wang Puyu

Beijing Geological Environment Monitoring Institute, Urban Groundwater Safety Prevention and Control Technology Innovation Base, Beijing 100079

Abstract : Cyanide is extremely toxic. Accurate detection is related to two core areas: environmental monitoring and food safety. Flow injection method is widely used because of its convenient operation and high detection efficiency, but its detection precision is easily disturbed by reaction conditions. In this paper, the key reaction conditions of cyanide determination by flow injection were optimized, and the effects of each condition on the detection precision were combed, and the optimal parameter combination was screened. The optimized method strengthens the stability and reliability of the test results, and lays a solid technical foundation for accurate quantification of cyanide.

Keywords : flow injection method; cyanide detection; optimization of reaction conditions; detection precision; environmental monitoring

引言

水是自然界一种宝贵的资源, 是动植物生存和工农业生产的基础, 水是生命之源, 是人类赖以生存和发展不可或缺的物质资源之一。高浓度的氰化物会导致水质恶化, 水生生物死亡, 给生态环境造成严重危害。长期饮用氰化物含量高的水, 会导致人体出现头痛、心悸、呼吸困难等慢性中毒症状, 所以水体中氰化物的含量是水质监测中的一项重要指标。流动注射技术凭借高自动化水平与低试剂耗用量跻身氰化物检测常规技术, 反应温度等条件的波动却易削弱检测精密度, 现有相关研究侧重方法构建而欠缺对反应条件的系统化优化, 针对关键条件的优化探索亟待推进, 借此提升检测精密度, 为同类检测实践提供切实可行的参照依据。

一、流动注射测定氰化物反应条件的影响分析

(一) 反应温度对检测精密度的作用机制

在流动注射分析中, 反应温度是影响氰化物显色反应动力学与热力学平衡的关键物理参数, 对检测精密度具有决定性作用。当体系温度过低时, 分子热运动减弱, 反应活化能难以有效克服, 导致显色反应速率显著下降; 在有限的管路停留时间内, 反应无法充分完成, 生成的有色产物量不足且批次间差异增大, 表现为吸光度信

号偏低、重复性差^[1]。反之, 若温度过高, 虽可加快反应速度, 但易引发显色试剂(如氯胺-T或巴比妥酸类化合物)的热分解, 降低其有效浓度, 同时可能激活非特异性副反应路径, 生成非目标有色物质, 干扰主信号的准确读取。此外, 高温还可能改变反应产物的稳定性, 使其在检测窗口内发生褪色或结构转化, 进一步加剧数据波动。值得注意的是, 实验室环境温度的日变化或季节性波动若未通过恒温装置加以控制, 会直接传导至反应线圈, 造成体系实际温度偏离设定值, 使精密度在无意识中劣化。因此, 必须通过系统

实验明确显色反应对温度的敏感区间，识别出既能保障反应完全又避免试剂降解的“温度平台区”，从而为构建高重复性、高稳定性的氰化物检测方法提供关键参数支撑。

（二）试剂浓度配比的适配性研究

在流动注射测定氰化物过程中，试剂浓度配比的合理性直接决定显色反应的效率与重现性。显色剂（如吡啶-巴比妥酸体系中的关键组分）需在适量范围内确保与氰离子充分反应生成稳定有色络合物；浓度过低时，反应不完全，导致吸光度响应偏低且波动大，影响定量准确性；而过量则不仅增加试剂空白值，还可能引发副反应或沉淀，抬高背景噪声，降低信噪比，进而损害检测精密度。与此同时，缓冲溶液的浓度及其所维持的 pH 环境对反应体系尤为关键——氰化物在碱性条件下以 CN⁻形式稳定存在，而在弱酸性至中性条件下才可释放 HCN 参与后续显色反应，因此缓冲体系必须精准控制反应段 pH 于最佳窗口（通常为 pH 4.5-6.0）。若 pH 偏离，显色产物易发生水解或结构异构，造成颜色强度衰减甚至完全失效，使平行测定结果离散度显著增大。因此，需通过梯度实验系统考察显色剂与缓冲液浓度的协同效应，在保障反应完全的同时抑制背景干扰，最终筛选出既能维持高灵敏度又具备优异重复性的试剂配比方案，为提升整体检测精密度奠定化学基础。

（三）载流流速对反应进程的调控效果

载流流速不仅决定样品与试剂的传输节奏，更深刻影响反应动力学过程与信号输出的稳定性。流速过低时，混合液在反应盘管中滞留时间延长，虽理论上有利于反应充分进行，但实际却易引发显色产物在管壁吸附或发生缓慢光/热降解，导致信号随时间逐渐衰减，表现为连续测定中峰高或峰面积的系统性漂移，严重损害精密度。同时，过长的分析周期也降低通量，不适用于大批量样品检测。而当载流流速过高时，样品塞与试剂塞在汇合区混合时间被压缩，湍流不足导致微观混合不均，局部浓度差异使显色反应无法同步完成；加之反应停留时间短于显色平衡所需阈值，生成的有色络合物量不足且批次间一致性差，造成吸光度响应偏低、相对标准偏差显著升高。理想的载流流速应在保证充分混合与反应完成的前提下，尽可能缩短分析时间。该平衡点需结合管路内径、盘管长度及反应活化特性综合确定。通过梯度流速实验，可识别出信号强度高、峰形稳定、RSD 最小的“最佳流速窗口”，从而实现反应效率与检测精密度的协同优化，为方法稳健运行提供关键操作依据。

二、流动注射测定氰化物反应条件的优化方案设计

（一）单因素变量优化试验的设置

单因素变量优化试验是筛选流动注射测定氰化物关键反应条件最优区间的基础核心手段，核心思路在于严格遵循控制变量原则，固定其他所有反应条件，仅对目标影响因素设置多组梯度化水平，系统精准探究该单一因素对检测精密度的独立影响规律^[2]。具体试验设计需紧密结合前期对反应温度、试剂浓度、载流流速等关键因素的影响分析结果，为每个因素科学设定合理梯

度范围，确保梯度间隔覆盖可能的最优区间，同时规避间隔过大引发的关键信息遗漏。每个梯度水平下均需开展多次平行检测，削减偶然误差，再计算检测结果的相对标准偏差，定量表征该因素对精密度的影响程度与变化趋势。绘制因素水平与相对标准偏差的关系曲线，直观呈现两者关联特征，明确各因素适宜调整区间，排除非最优区间干扰。此类试验方式可最大程度规避多因素交互作用带来的复杂干扰，精准定位单个因素的影响规律与临界范围，为后续多因素组合优化试验提供清晰可靠的参数范围依据，保障后续优化工作高效推进。

（二）多因素交互作用的探究方法

流动注射测定氰化物的反应体系内，各反应条件并非独立作用，反应温度、试剂浓度、载流流速等关键因素间存在复杂交互关联，单一因素的最优水平脱离其他条件适配，往往难以实现整体检测精密度最大化，甚至可能因因素间拮抗效应造成检测性能下滑，需设计针对性多因素交互试验，系统探究这些因素间的协同或拮抗作用机制。试验设计需严格依托单因素优化确定的适宜区间，避免超出合理范围增加无效试验，选取区间内关键水平构建多因素多水平完整试验矩阵，确保全面覆盖各因素不同组合的交互情况。继而对不同条件组合下的检测精密度数据开展系统性梳理与深度分析，明确各因素间的交互作用规律，反应温度与载流流速对反应时间的协同调控效应、试剂浓度与缓冲溶液 pH 值对显色反应稳定性的联合影响皆属此类。厘清这些交互作用规律，能够有效突破单因素优化的局限性，为精准构建全局最优的反应条件组合提供坚实科学依据，保障优化方案的全面性与可靠性。

（三）最优反应条件组合的筛选标准

最优反应条件组合的筛选依托科学全面的多维度评价体系，这是保障优化方案兼具精准性与实用性的关键。评价体系核心围绕检测精密度，同时兼顾分析效率、试剂消耗量等实际应用场景的核心需求，检测精密度以多次平行测定结果的相对标准偏差作为核心量化指标，数值越小代表检测结果重复性与稳定性越优，这也是筛选过程中优先考量的核心依据^[3]。在此之上同步重点考察检测信号灵敏度，保障优化后的反应条件稳定产生足够强度的信号响应，规避单纯追求精密度而过度调控参数，最终造成检测灵敏度下降、无法精准识别低浓度氰化物的问题。还要充分考量实际应用中的可操作性与经济性，筛选出的反应条件需便于通过常规设备精准控制，试剂消耗量把控在合理范围，检测周期压缩至可接受区间，以此削减实际检测的人力与物料成本。对这些核心指标展开系统性综合权衡，建立科学严谨的多维度筛选标准，保障最终确定的反应条件组合既具备优异检测精密度，又能全面满足实际检测工作的多元化应用需求。

三、流动注射测定氰化物优化条件的验证与应用价值

（一）优化条件下检测精密度的重复性验证

重复性验证系检验优化方案有效性的核心环节，旨在确认筛选所得最优反应条件组合具备稳定精密度表现。验证过程中，于

最优条件参数下，对同一浓度氰化物标准样品开展多次平行检测，细致记录每次检测的信号响应值，计算相对标准偏差量化精密度水平；选取不同浓度梯度标准样品开展验证，覆盖低、中、高三个浓度区间，全面考察不同含量水平下精密度的稳定状态。验证过程需严格控制试验环境参数，规避温度、湿度等外界因素干扰，规范操作流程每一个步骤，杜绝人为操作误差，保障检测数据的客观性与可靠性。借由重复性验证，直观判断优化条件对精密度的提升效果，为后续方法实际应用提供坚实数据支撑。

（二）优化方法与传统方法的对比分析

将优化后的流动注射法与传统氰化物检测方法（如手工分光光度法或蒸馏-滴定法）进行系统对比，可清晰凸显其在实际应用中的综合优势。传统方法通常依赖人工控制反应时间、温度及试剂添加量，操作步骤繁琐且易引入人为误差，导致平行测定结果离散度大，精密度难以稳定控制。而优化后的流动注射体系通过精确设定载流流速、反应温度及试剂配比等关键参数，实现了反应过程的高度可控与重复，显著缩小了检测结果的波动范围。同时，该方法继承了流动注射分析固有的自动化特性，从进样、混合、显色到检测全程封闭连续，不仅将单次分析时间大幅压缩，还有效减少了试剂和样品的使用量，契合绿色分析理念。更重要的是，在面对含悬浮物、有机质或共存离子的环境水样及工业废水时，优化方法展现出更强的抗干扰能力，信号响应稳定，基线漂移小，表明其对复杂基质具有良好的适应性。

（三）优化方案在实际检测中的应用前景

优化后的流动注射测定氰化物反应条件方案，凭借出众检测

精密度与稳定性能，在环境监测、食品安全等诸多领域拥有广阔应用前景^[4]。环境监测领域内，方案可直接应用于工业废水、地表水、地下水等各类水体中氰化物的精准检测，为环境污染溯源、污染治理效果评估提供可靠数据分析支撑，助力区域生态环境质量稳步跃升。食品安全领域内，方案可用于粮食、果蔬等农产品以及食品加工全流程中氰化物残留的检测，从源头把控食品质量安全，守护公众身体健康。该优化思路与方案亦能进一步推广至其他痕量污染物的流动注射检测方法优化工作中，为同类型检测技术改进升级提供有益参照。依托成熟技术转化与大范围推广，能够推动整个检测行业自动化、精准化水准全面提升，充分满足各领域对氰化物及相关污染物检测的严苛要求。

四、结语

氰化物检测精准度直接关联生态环境安全与人体健康，流动注射法反应条件优化对提升检测精密度意义重大。系统解析反应温度、试剂浓度、载流流速等条件的影响机制，设计科学的单因素与多因素优化方案，筛选最优反应条件组合，可切实改善检测结果重复性与稳定性。重复性验证与传统方法对比分析，充分佐证优化方案的有效性与优越性。未来可进一步融合自动化控制技术，实现反应条件实时动态调控，提升检测过程智能化水平，同步拓展优化方法在复杂基质样品检测中的应用范畴，增强抗干扰性能，为痕量氰化物检测提供更高效精准的技术支撑，助力环境监测与食品安全保障工作稳步推进。

参考文献

- [1] 谢燕华. 控制图在流动注射分光光度法测定氰化物的应用研究 [J]. 辽宁化工, 2025, 54(08): 1353-1355.
- [2] 冯旭峰. 流动注射法测定水质中氰化物含量的实验研究 [J]. 山西化工, 2024, 44(06): 69-72.
- [3] 魏若宇, 王巍. 流动注射分析法测定总氰化物标准研究 [J]. 皮革制作与环保科技, 2024, 5(05): 185-187+195.
- [4] 何成媛. 流动注射分光光度法测定水中总氰化物的实验研究 [J]. 绿色科技, 2023, 25(14): 141-147.