

...

廢棄物中可釋出之氰化氫檢測方法

中華民國86年7月29日(86)環署檢字第39457號公告
NIEA R405.20C
中華民國91年3月5日環署檢字第0910014627號公告
修正為NIEA R405.21C

...

一、方法概要

於封閉系統中，將一份酸加入到固定重量之廢棄物，所產生的氣體被集於氣體洗滌瓶內，然後定量待測物。

定量氰化物的方法是用總氰化物及可氯化處理之氰化物檢測方法（NIEAR407.20C）。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於氫離子濃度指數於 2.0 至 12.5 間會產生有毒氣體之廢棄物中氰化氫檢測。
- (二) 本方法可供測定廢棄物與酸溶液接觸時之氰酸比釋放率（the specific release rate）。

三、干擾

干擾未被測定。

四、設備(見圖)

- (一) 圓底燒瓶：500 mL，三頸具 24/40 玻璃磨砂圓接頭。
- (二) 氣體洗滌瓶：50 mL 容量並加以校正。
- (三) 攪拌裝置：約可達 30 rpm。可以旋轉磁石和攪拌棒之組合或是由上方之馬達所驅動之螺旋攪拌器。
- (四) 添加漏斗：具壓力均衡管和 24/40 玻璃磨砂圓接頭及鐵氟龍套筒。
- (五) 撓管（flexible tubing）：用於連接氮氣供給至裝置。
- (六) 水壓幫浦或油壓幫浦供應氮氣：具有兩段調節器。
- (七) 轉動式流量計：以監控氮氣流速。
- (八) 天平：能夠秤重至 0.1 mg。

五、試劑

- (一) 在本方法所有實驗中須使用試藥級的化學藥品。
- (二) 不含有機物試劑水：方法中所用的不含有機物之試劑水，是指試劑水中干擾物之濃度低於方法中待檢測物之偵測極限，此類試劑水可將自來水經由約 450 g 活性碳吸附床去除水中有機物而得，或亦可由純水製造系統製造而得到不含有機物之去離子水。
- (三) 硫酸，0.01 N：加 2.8 mL 濃硫酸至試劑水中並稀釋至 1 L，取 100 mL 此溶液再稀釋至 1 L 以配製 0.01 N 之硫酸。

- (四) 氰化物標準溶液，1000 mg/L：溶解約 2.5 g 的氫氧化鉀 (KOH) 與 2.51 g 的氰化鉀 (KCN) 於 1 L 試劑水中。以 0.0192 N 之硝酸銀 (AgNO₃) 標定之。此溶液中之氰化物濃度應該是 1 mg/mL。
- (五) 氫氧化鈉溶液，1.25 N：溶解 50 g 氫氧化鈉於試劑水中並以試劑水稀釋至 1 L。
- (六) 氫氧化鈉溶液，0.25 N：以試劑水稀釋 200 mL 的 1.25 N 氫氧化鈉溶液至 1 L。
- (七) 硝酸銀溶液，0.0192 N：磨碎約 5 g 硝酸銀結晶並於 40°C 乾燥至重量不變，稱 3.265 g 已乾燥的硝酸銀，以試劑水溶解並稀釋至 1 L。

六、採樣與保存

- (一) 樣品採集時應盡量減少暴露於空氣中，將含或疑似含硫化物或硫化物與氰化物混合之廢棄物樣品，完全裝滿樣品瓶內，排除所有的瓶端空間，並用塞子塞住。
- (二) 建議氰化物廢棄物樣品應儘快地分析測試。雖然樣品可藉由以強鹼調整其 pH 至 12 而保存，然而此舉將造成樣品的稀釋，增加其離子強度，並可能會改變樣品的某些理化特性，進而可能影響氰酸的釋放比率。樣品之儲存應避光冷藏。
- (三) 本實驗測試過程應該在通風的抽風櫃中進行。

七、步驟

- (一) 取 50 mL 0.25 N 氫氧化鈉溶液至已校正之氣體洗滌瓶中，並以試劑水稀釋至適當體積。
- (二) 封閉系統並使用轉動式流量計調整氮氣流速，流速應為 60 mL/min。
- (三) 加入 10 g 欲測試之廢棄物至圓底燒瓶中。
- (四) 將氮氣通入，並添加足量之硫酸以將燒瓶裝至半滿。開始 30 分鐘之測試時期。
- (五) 當酸進入圓底燒瓶時開始攪拌。整個測試期間攪拌速度必須保持不變。(註1)
- (六) 經 30 分鐘之後，關閉氮氣並分開氣體洗滌瓶。以總氰化物及可氯化處理之氰化物檢測方法 (NIEA R407.20C) 之第七(二)7節開始來測定氣體洗滌瓶中氰化物的量。(註2)

八、結果處理

使用下列各項參數計算 HCN 的比釋放率：

X = 稀釋氣體洗滌瓶溶液中 HCN 的濃度 (mg/L) (此從總氰化物及可氯化處理之氰化物檢測方法(NIEA R407.20C)得到)。

L = 氣體洗滌瓶中溶液之體積 (L)

W = 所用之廢棄物樣品重量 (kg)

S = 測量的時間 (秒) = 停止通氮氣時間 - 開始通氮氣時間

R = 比釋放率 (mg/kg/秒) = $(X \times L) / (W \times S)$

可釋出的 HCN (mg/kg) = $R \times S$

九、品質管制

系統之操作可用氰化物標準溶液(參考五(四)節)查核及確認。使用標準溶液當做樣品執行操作步驟，並測定回收百分率。基於實驗室已往的數據以評估標準品回收率。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Chapter Seven "Introduction and Regulatory Definitions" ,Sec.7.3.3.2 "Test Method to Determine Hydrogen Cyanide Released from Wastes" . Revision 2. September 1994.
- (二) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 9010A "Total And Amenable Cyanide" . Revision 1. July 1992.
- (三) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Chapter One "Quality Control" . Revision 1. July 1992.

註1：攪拌速度不應太快以避免造成漩渦。

註2：從總氰化物及經氯化可處理之氰化物檢測方法(NIEA R407.20C)中的分光光度計計算步驟刪除 "C" 和 "D" 項次，從滴定計算步驟刪除 "E" 和 "F" 項次。對反應性測定並不須要這些步驟，因為並不只是樣品中之部份氰化物的量被測定，而是樣品中所有氰化物的量整個地被測定。

廢棄物中可釋出之氰化氫的測定裝置圖

