

...

總氰化物與可氯化處理之氰化物檢測方法

中華民國86年7月29日(86)環署檢字第39459號公告

NIEA R407.20C

中華民國91年3月5日環署檢字第0910014627號公告

修正為NIEA R407.21C

...

一、方法概要

在酸性條件下，氰化物（如氰化氫，HCN）在迴流蒸餾過程中由含氰化物之樣品所釋放出來後，被氣體洗滌瓶中之氫氧化鈉溶液吸收。被吸收之氰化物可用分光光度計比色法或滴定法來測定濃度。

在分光光度計比色法中，氰化物於溶液 pH < 8 時與氯胺-T（Chloramine-T）反應轉換成氯化氰（CNCl），當反應完成時，添加吡啶-丙二醯脲劑（Pyridine-barbituric acid reagent）呈色，所產生之錯合物以分光光度計在波長 578 nm 測量其吸光度。標準品和樣品所含之鹽類量必須一致，以達到相同之比色標準。滴定法在樣品中加入對銀敏感之指示劑後，使用標準硝酸銀溶液當做滴定劑來決定氰化物之濃度。

二、適用範圍

- （一）本方法是用來測定廢棄物或滲出液中之無機氰化物 (CAS No：57-12-5)。此法可偵測以溶解性鹽類或錯合物型式存在的無機氰化物，並可測出總氰化物及可氯化處理之氰化合物之濃度。若廢棄物中具有反應性之氰化物 (即暴露在 pH 2 至 pH 12.5 之間，此化合物會產生有毒氣體、蒸氣或煙煙，其量足以對人類或環境產生危險者)，則無法使用本方法蒸餾。雖然如此，本方法還是可用來做為反應性測試中定出氰化物的濃度。
- （二）在滴定步驟中，使用對二甲胺基苯叉羅丹寧(p-Dimethylaminobenzal-rhodanine)當做指示劑，以標準硝酸銀溶液滴定濃度超過 0.1 mg/L (0.025mg/250mL 之吸收液) 之氰化物。
- （三）分光光度計比色法適用於氰化物濃度介於 0.02 至 1 mg/L 之間。
- （四）本方法主要是微量分析 (< 1000 ppm)。藉由樣品前處理或樣品槽光徑之調整，此法亦可應用於中等濃度分析 (1000 ppm 至 10000 ppm) 及高濃度分析 (> 10000 ppm)，但標準品和樣品所含之氫氧化鈉量須一致。

三、干擾

- （一）本方法之干擾物為氯氣和硫化物，可藉由蒸餾過程去除或減少。
- （二）氯氣類的氧化劑會分解氰化物，故可先在樣品保存及貯存前加入過量亞砷酸鈉（Sodium arsenite），將氯氣還原成氯離子以減少干擾。
- （三）硫化物干擾則可在蒸餾前加入過量之硝酸鈹使硫化物沉澱而去除。樣品若含有硫化氫、金屬硫化物、或其他化合物在蒸餾過程中會產生硫化氫者，必須加入硝酸鈹做樣品前處理。
- （四）若樣品含硝酸鹽或亞硝酸鹽會導致分析結果偏高。因蒸餾過程中，硝酸鹽和亞硝酸鹽會轉變成亞硝酸，亞硝酸會與某些有機化合物反應形成類 (Oximes)，一旦形成這些化合物時，在本試驗條件下會分解，產生氰化氫，可在蒸餾前先行加入胺磺酸（Sulfamic acid）以去除此干擾。通常

硝酸鹽或亞硝酸鹽之濃度在 10 mg/L 以上且伴隨有特定之有機化合物時才會產生干擾。

- (五) 硫氰酸鹽 (Thiocyanate) 在非常高的濃度下會造成干擾，但濃度在 10 mg/L 時未曾出現干擾。
- (六) 高濃度之脂肪酸、清潔劑、界面活性劑、及其它化合物會使蒸餾產生泡沫且影響滴定終點之辨識。這些干擾物可在樣品溶液為 pH 6 至 7 時先以萃取方式去除。

四、設備

- (一) 迴流蒸餾裝置如圖一或圖二所示。蒸餾瓶體積必須是 1 L，具有進氣管及冷凝管。氣體洗滌瓶為 270 mL Fisher-Milligan 洗滌瓶 (Fisher，編號：07-513) 或同級品。迴流裝置為 Wheaton 377160 蒸餾裝置或同級品。
- (二) 分光光度計：使用 1 公分或更大之吸收槽，可在 578 nm 測量者。
- (三) 電熱板攪拌器/加熱包。
- (四) pH 計。
- (五) 琥珀色燈。
- (六) 抽氣裝置。
- (七) 冰箱。
- (八) 5 mL 之微滴定管。
- (九) 七個 A 級之定量瓶：100 和 250 mL。
- (十) 錐形瓶：500 mL。
- (十一) 天平：可精稱至 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) 試劑水：方法中所用的試劑水，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) 樣品收集、貯存、和處理所使用之試劑
 1. 亞砷酸鈉 (NaAsO₂)，0.1 N：溶解 3.2 g 亞砷酸鈉於 250 mL 水中。
 2. 抗壞血酸 (維生素 C，Ascorbic acid，C₆H₈O₆)。
 3. 氫氧化鈉溶液，50%。
 4. 醋酸 (Acetic acid，CH₃COOH)，1.6 M：一份濃醋酸加九份水稀釋之。
 5. 2,2,4-三甲基戊烷 (2,2,4-Trimethylpentane，C₈H₁₈)。
 6. 己烷 (Hexane，C₆H₁₄)。
 7. 氯仿 (Chloroform，CHCl₃)。
- (四) 氰化物氯化之試劑
 1. 次氯酸鈣溶液 (Ca(OCl)₂)，0.35 M：溶解 5 g 次氯酸鈣於 100 mL 水中。
使用前搖動混合均勻。
 2. 氫氧化鈉溶液，1.25 N：溶解 50 g 氫氧化鈉於 1 L 水中。
 3. 亞砷酸鈉，0.1 N：參見五(三)1節。

4.碘化鉀澱粉試紙。

(五) 蒸餾之試劑

- 1.氫氧化鈉溶液，1.25 N：參見五(四)2節。
- 2.硝酸鉍 ($\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，0.062 M：溶解 30g硝酸鉍於100mL水中，然後一邊攪拌一邊加入 250 mL 冰醋酸。待完全溶解後，加水稀釋至 1 L。
- 3.胺磺酸 ($\text{H}_2\text{NSO}_3\text{H}$)，0.4 N：溶解 40 g 胺磺酸於 1 L 水中。
- 4.硫酸 (H_2SO_4)，18 N：小心且慢慢地將 500 mL 濃硫酸加入 500mL水中。
- 5.氯化鎂溶液 ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，2.5 M：溶解510g氯化鎂於水中，稀釋至1L。
- 6.醋酸鉛試紙。

(六) 分光光度計測定所需試劑

- 1.氫氧化鈉溶液，0.25 N：溶解 10 g 氫氧化鈉於水中，稀釋至 1 L。
- 2.磷酸二氫鈉溶液 (Sodium phosphate monobasic, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)，1 M：溶解 138 g 磷酸二氫鈉於水中，稀釋至 1 L，此溶液須冷藏。
- 3.氯胺-T溶液 ($\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S}$)，0.44%：溶解1g白色水溶性之氯胺-T於100 mL 水中，此溶液須冷藏。
- 4.吡啶-丙二醯脲試劑 ($\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_3$)：稱15g丙二醯脲(Barbituric acid)於 250mL量瓶中，加入少許水以清洗瓶壁及溼潤丙二醯脲，再加入 75 mL吡啶混合均勻後，加入 15mL濃鹽酸 (HCl) 混合，待溶液冷卻至室溫，以水稀釋至量瓶的刻度。此溶液若冷藏於黑暗處，可保存約六個月。
- 5.氰化鉀儲備標準溶液 (KCN)，1000 $\mu\text{g CN}^-/\text{mL}$ ：溶解 2.51 g 氰化鉀和 2 g氫氧化鉀於 900mL水中，再以 0.0192N硝酸銀溶液（註1）標定之。以水調整濃度為1000 $\mu\text{g CN}^-/\text{mL}$ 。
- 6.氰化鉀中間標準溶液，100 $\mu\text{g CN}^-/\text{mL}$ 。取100mL 1000 $\mu\text{g CN}^-/\text{mL}$ 氰化鉀儲備溶液以水稀釋至 1 L。
- 7.氰化鉀標準溶液，10 $\mu\text{g CN}^-/\text{mL}$ 。取100mL氰化鉀中間標準溶液和 10mL 1N氫氧化鈉溶液混合，加水稀釋至1L。此溶液需在使用時配製。

(七) 滴定步驟之試劑

- 1.羅丹寧指示劑：溶解 20 mg 對二甲胺基苯叉羅丹寧 ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}_2$) 於 100 mL 丙酮中。
- 2.硝酸銀標準溶液 (AgNO_3)，0.0192 N：磨碎約 5 g 硝酸銀並於 40°C 乾燥至恆重。稱 3.2647 g 已乾燥硝酸銀，以試劑水溶解並稀釋至 1 L。（註1）

六、採樣及保存

- (一) 以塑膠瓶或玻璃瓶採集樣品，所有之容器必須清洗乾淨。
- (二) 氧化劑如氯氣會分解大部分氰化物。故需先試驗是否有氧化劑存在，滴一滴樣品於碘化鉀-澱粉試紙，若呈現藍色則須做前處理。加入數毫升之 0.1 N 亞砷酸鈉溶液於樣品中，直至滴樣品於碘化鉀-澱粉試紙上呈現無色為止，每一公升處理後之樣品中，再添加 5 mL 之亞砷酸鈉溶液。維生素 C 可當作替代物，但效果不若亞砷酸鈉溶液的好。加入少許之維生素 C 晶體於樣品中，直至滴樣品於指示劑試紙上呈現無色為止，每一公升處理後之樣品中再添加 0.6 g 之維生素 C。
- (三) 液態樣品必須加入 50%氫氧化鈉溶液，使 pH 值大於或等於12後再貯存。
- (四) 樣品必須冷藏於 4°C。

- (五) 氰化物樣品若貯存適當，可保存 14 天。
- (六) 固體或油狀廢棄物在分析前可以固體和油脂之氰化物萃取方法萃取。此法使用氫氧化鈉溶液 (pH=12) 當萃取液，得到可被萃取之氰化物。
- (七) 若脂肪酸、清潔劑、及界面活性劑會造成干擾，可以下列步驟萃取之。以 1.6 M 醋酸酸化樣品之 pH 值到 6 至 7 (註2)。取異辛烷 (己烷或氯仿) 當溶劑萃取樣品，萃取劑用量為樣品體積之 20%。一次萃取通常足以減低上述化合物之濃度至干擾程度以下。樣品需避免多次萃取或長時間在低 pH 值之情況下以降低氰化氫之損失。萃取完成後，立刻添加 50% 氫氧化鈉溶液，使樣品 pH 值大於 12。

七、步驟

(一) 氰化物氯化處理步驟

1. 此實驗必須在琥珀色燈光下進行。鐵氰化鉀($K_3[Fe(CN)_6]$)在紫外線下會分解，使得在螢光或日光下，氰化物氯化之反應仍呈陽性。將樣品分成兩等分進行氰化物之氯化處理。
2. 取 500 mL 之樣品或適當樣品稀釋至 500 mL，一邊攪拌一邊滴滴地加入次氯酸鈣溶液，並以 1.25 N 之氫氧化鈉溶液維持 pH 值在 11 至 12 之間，直至碘化鉀-澱粉試紙呈藍色，表示已有過量之氯存在，此為鹼性氯化之樣品。(註3)
3. 繼續攪拌及在一小時內持續用碘化鉀-澱粉試紙測試樣品是否含有過量之氯存在，必要時加入次氯酸鈣溶液以產生氯。
4. 一小時後，每一次加 1 mL 0.1 N 亞砷酸鈉直至碘化鉀-澱粉試紙不再表示有餘氯的存在後，再添加 5 mL 之亞砷酸鈉以確保過量之還原劑存在。
5. 以下列步驟試驗氯化樣品和非氯化樣品之總氰化物。氯化樣品和非氯化樣品中之總氰化物的不同處為氰化物可經處理而氯化。

(二) 蒸餾步驟

1. 取 500 mL 之樣品或適當樣品稀釋至 500 mL，置於 1 L 之蒸餾瓶，以移液管吸取 50 mL 1.25 N 氫氧化鈉於氣體洗滌瓶中，如圖一之裝置，添加水直至淹過螺旋物，連接蒸餾瓶、冷凝管、氣體洗滌瓶及抽氣裝置。
2. 調整抽氣速率，使空氣以每秒約兩個汽泡之速率流動，由進氣管進入蒸餾瓶中。
3. 若樣品已知或疑似含有硫化物，可由進氣管加入 50 mL 0.062 M 硝酸鈹溶液，混和 3 分鐘後，用醋酸鉛試紙檢查樣品是否有硫化物存在，若試紙呈黑色表示有硫化物存在。
4. 若樣品已知或疑似含有硝酸鹽或亞硝酸鹽，或如果有硝酸鈹被加入樣品中，可由進氣管加入 50 mL 0.4 N 之胺磺酸溶液，混合 3 分鐘。(註4)
5. 由進氣管慢慢地加入 50 mL 18 N 硫酸，以水沖洗管壁，通氣 3 分鐘使內容物混合。再由進氣管加入 20 mL 2.5 M 氯化鎂溶液，以水沖洗管壁。
6. 加熱此溶液至沸騰，並迴流一小時，關閉加熱器並繼續通氣至少 15 分鐘，待蒸餾瓶冷卻後，關閉抽氣裝置，分開氣體洗滌瓶。
7. 將氣體吸收液移至 250 mL 之量瓶，用水沖洗氣體洗滌瓶，並將洗液併入上述之量瓶中，加水稀釋至刻度。
8. 如使用分光光度計比色法，則進行七(三)。如使用滴定法，則進行七(六)。

(三) 分光光度計比色法

1. 以移液管吸取 50 mL 之氣體吸收液於 100 mL 量瓶中。假如後續實驗結果超出比色測定之線性範圍，且無法對少量樣品進行再蒸餾時，可取少量吸收液以 0.25 N 氫氧化鈉溶液稀釋至 50 mL，再對此溶液做比色測定。(註5)

2. 添加 15 mL 1 M 磷酸二氫鈉溶液和 2 mL 氰胺-T 溶液，混合均勻。蒸餾液中可能含某些化合物會消耗氯，因此在添加氰胺-T 溶液 1 分鐘後，以碘化鉀-澱粉試紙測試餘氯量存在。若結果為否，則每一次添加 0.5 mL 氰胺-T 溶液，1 分鐘後，再以碘化鉀-澱粉試紙測試，直至碘化鉀-澱粉試紙顯示餘氯量存在。再經 1 至 2 分鐘後，添加 5 mL 之吡啶-丙二醯脲劑於溶液中。
3. 以水稀釋至 100 mL 並混合均勻，經 8 分鐘使其呈色，將溶液移入 1 公分樣品槽，再以分光光度計在 578 nm 讀取吸光度，此時樣品中氫氧化鈉溶液濃度應為 0.125 N。

(四) 不含硫化物樣品之檢量線製備

1. 依下表以移液管吸取適量之 10 mg CN⁻/mL 氰化鉀標準溶液置於 250 mL 量瓶中，以配製一系列之標準溶液，各加入 50 mL 1.25 M 氫氧化鈉溶液，再以水稀釋至 250 mL。此時氫氧化鈉溶液之濃度為 0.25 N。

標準溶液, mL. (10 µg CN ⁻ /mL)	濃度 (µg CN ⁻ /L)
0	空白
1.0	40
2.0	80
5.0	200
10.0	400
15.0	600
20.0	800

2. 以移液管各取 50 mL 之上述溶液置入 100 mL 之量瓶中，依七(三)2 節和七(三)3 節操作，讀取吸光度製備檢量線。氰化物之最後濃度為上表中數值的一半 (範圍 20 至 400 µg CN⁻/L)。
3. 建議至少準備兩個標準品 (高和低) 以比較檢量線上之濃度確定蒸餾過程是否可信賴。假如蒸餾過之樣品與未蒸餾之樣品濃度之相對誤差不在 ±10% 之內，則分析員需在實驗前找出誤差之原因。
4. 繪製吸光度與其相對氰化物濃度之檢量線圖 (範圍為 20 至 400 µg CN⁻/L)。

(五) 含硫化物樣品之檢量線製備

1. 所有的標準溶液必須和標準添加法之樣品以相同方式蒸餾處理。於低濃度時，此方法蒸餾之標準溶液可得一線性關係，但濃度增加時，回收率會減少。所以建議至少做五個標準溶液之蒸餾。
2. 參考七(四)1 節之步驟配製一系列相同濃度的標準溶液並參考七(三)節之步驟操作，建立吸光度與 CN⁻ 濃度的檢量線。

(六) 滴定步驟

1. 由 250 mL 之量瓶中吸取適量氣體吸收液至 500 mL 錐形瓶中，再加入 10 至 12 滴羅丹寧指示劑。
2. 以 0.0192 N 硝酸銀標準溶液滴定樣品顏色由黃色變到橙紅色為止。滴定時須緩慢且持續地攪拌。以含相同量氫氧化鈉溶液和指示劑之試劑水作空白試驗。滴定樣品前，分析員必須熟悉滴定終點之判定及指示劑用量。使用 5 mL 之滴定管可獲得較精確之結果 (註 6)。當氰化物與硝酸銀形成錯合物後，過量之硝酸銀之銀離子會與羅丹寧指示劑結合，使溶液顏色由黃色變為橙紅色。

八、結果處理

(一) 依下式計算由分光光度計比色法得出之氰化物(CN⁻)濃度

$$\text{CN}^- \text{濃度} (\mu\text{g CN}^-/\text{L}) = \frac{A \times B \times C}{D \times E}$$

其中

- A：由檢量線求得之 CN^- 濃度 ($\mu\text{g CN}^-/\text{L}$)
 B：比色法製備之樣品體積 (mL) (建議量為 100 mL)
 C：蒸餾後樣品體積 (mL) (建議量為 250 mL)
 D：蒸餾前樣品體積 (mL) (建議量為 500 mL)
 E：比色法取樣體積 (mL) (建議量為 50 mL)

(二) 依下式計算由滴定法得出之氰化物 (CN^-) 濃度 ($\mu\text{g CN}^-/\text{L}$)

$$\text{CN}^- \text{濃度} (\mu\text{g CN}^-/\text{L}) = \frac{(A - B)}{C} \times D \times \frac{E}{F} \times \frac{2 \text{ mole CN}^-}{1 \text{ N}} \times \frac{26.02 \text{ g CN}^-}{1 \text{ N CN}^-} \times \frac{10^6 \mu\text{g}}{1 \text{ g}}$$

其中

- A：滴定樣品所消耗之硝酸銀標準溶液體積 (mL)
 B：滴定空白所消耗之硝酸銀標準溶液體積 (mL)
 C：滴定时樣品體積 (mL) (建議量為 250 mL)
 D：硝酸銀標準溶液之實際當量濃度 (建議濃度為 0.0192 N)
 E：蒸餾後樣品體積 (mL) (建議量為 250 mL)
 F：蒸餾前樣品體積 (mL) (建議量為 500 mL)

九、品質管制

- (一) 所有之品質管制數據必須妥為保存，便於日後查核。
- (二) 每一批次或十個樣品中至少做一個空白樣品，以防止污染或殘量發生。
- (三) 每一批次樣品至少分析一個查核樣品，若此樣品之實驗值與理論值相差15% 以上，則樣品須重新分析。
- (四) 每十個樣品須做一個重覆樣品分析，此重覆樣品須經由相同之樣品貯存及分析過程得之。若重覆樣品之變異係數值 (CV) 值大於 20%，則樣品須重新分析。
- (五) 每十個樣品須做一個基質添加樣品，基質添加樣品是由氰化鉀中間標準溶液或標準溶液取適當溶液添加於 500 mL 之樣品內，使樣品濃度約為40mg/L。此基質添加樣品須經由相同樣品之貯存及分析過程，以查核蒸餾效率。
- (六) 受基質干擾之樣品，如硫化物，可以標準添加法來分析。

十、精密度與準確度

單一實驗室使用樣品蒸餾與滴定方法分析工業及家庭廢水混合之樣品，氰化物濃度在 0.06 至 0.62 mg CN^-/L 時，其標準偏差範圍為 ± 0.005 至 ± 0.094 。分析兩個樣品其氰化物濃度在 0.28 和 0.62mg CN^-/L 時，回收率分別為 85%和102%。若樣品為掩埋場之滲出液時，績效評估如下所述，氰化物濃度範圍在 0.5和 10mg CN^-/L ，對總氰化物和經氯化可處理之氰化物而言，偵測極限皆為 0.2 mg/L。總氰化物之精密度 (CV值) 為 6.9 和 2.6，平均回收率分別為 94% 和 98.9%；可氯化處理之氰化物的精密度 (CV值) 為 18.6 和 9.1，平均回收率分別為 86.7% 和 97.4%。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 9010A, Total And Amenable Cyanide, July,1992.
- (二) 1985 Annual Book of ASTM Standards, Vol.11.01; “ Standard Specification for Reagent Water” ; ATSM: Philadelphia, PA, 1985; D1193-77.
- (三) 1982 Annual Book of ASTM Standards, Part 19; “ Standard Test Methods for Cyanide in Water” ; ATSM: Philadelphia, PA, 1982; 2036-82.
- (四) Bark, L.S.;Higson, H.G. Talanta 1964, 2, 471-479.
- (五) Britton, P.; Winter, J.; Kroner, R.C. “ EPA Method Study 12, Cyanide in Water” ; final report to the U.S. Environmental Protection Agency. National Technical Information Service: Springfield, VA, 1984; PB80-196674.
- (六) Casey,J.P.; Bright, J.W.; Helms,B.D. “ Nitrosation Interference in Distillation Tests for Cyanide” ; Gulf Coast Waste Disposal Authority: Houston, Texas.
- (七) Egekeze, J.O.; Oehne, F.W. J. Anal. Toxicology,1979, 3,119.
- (八) Elly, C.T. J. Water Pollution Control Federation,1968, 40, 848-856.
- (九) Fuller, W. Cyanide in the Environment; Van Zyl, D., Ed.; Proceedings of Symposium; December, 1984.
- (十) Gottfried, G.J. “ Precision, Accuracy, and MDL Statements for EPA Methods 9010, 9030, 9060, 7520, 7521, 7550, 7551, 7910, and 7911” ; final report to the U.S. Environmental Protection Agency. Environmental Monitoring and Support Laboratory. Bisopheric: Cincinnati, OH, 1984.
- (十一) Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes; U.S. Environmental Protection Agency. Office of Research and Development. Environmental Monitoring and Support Laboratory. ORD Publication Offices of Center for Environmental Research Information: Cincinnati, OH, 1983; EPA-600/4-79-020.
- (十二) Rohrbough, W.G.; et al. Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, 7th ed.; American Chemical Society: Washington, DC, 1986.
- (十三) Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 16th ed.; Greenberg, A.E.; Trussell, R.R.; Clesceri, L.S., Eds.; American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, American Public Health Association: Washington,DC, 1985.
- (十四) Umana, M.; Beach, J.; Sheldon, L. “ Revisions to Method 9010” ; final report to the U.S. Environmental Protection Agency. Office of Solid Waste. Research Triangle Institute: Research Triangle Park, NC, 1986.
- (十五) Umana, M.; Sheldon, L. “ Interim Report: Literature Review” ; interim report to the U.S. Environmental Protection Agency. Office of Solid Waste. Research Triangle Institute: Research Triangle Park, NC, 1986.
- (十六) U.S. EPA. Test Method for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Method,Chapter One “ Quality Control” ,July,1992.
- (十七) U.S. EPA. Cyanide Extraction Procedure for Solids and Oils, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 9013(Appendix to Method 9010), July 1992.

註1：標定方法：精取氰化鈉標準溶液 10 mL，稀釋至 100 mL，以 1N 氫氧化鈉溶液調整其 pH 至 7 至 8，加入 1.0 mL 鉻酸鉀指示劑，以硝酸銀滴定溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點；同時以蒸餾水作空白試驗。

$$\frac{10xN}{A - B}$$

硝酸銀滴定溶液濃度 =

其中

N：氯化鈉標準溶液當量濃度

A：氯化鈉標準溶液消耗之硝酸銀滴定溶液體積（mL）

B：空白溶液消耗之硝酸銀滴定溶液體積（mL）

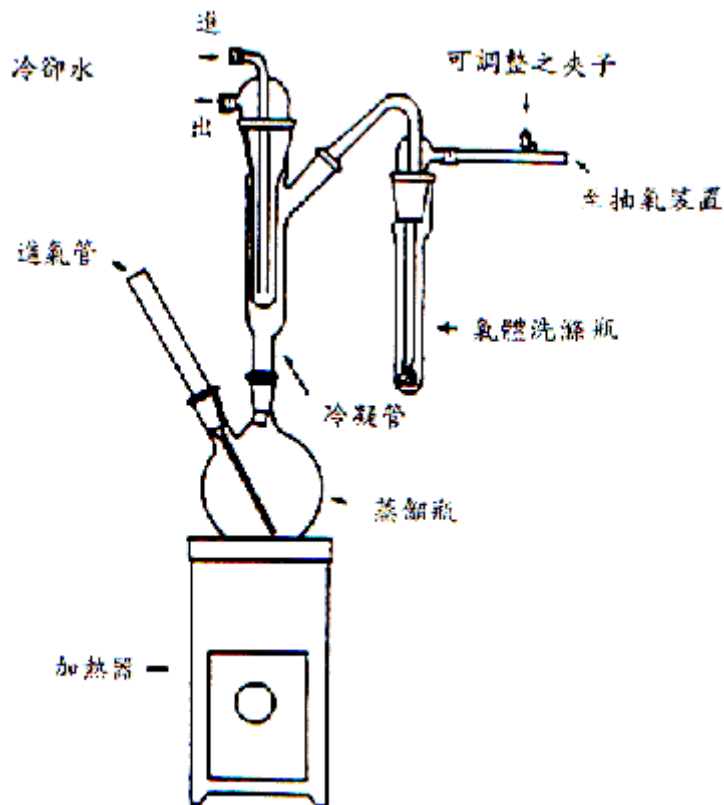
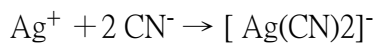
註2：此步驟會產生致命之氰化氫氣體。

註3：此鹼性氰化步驟會產生劇毒之氯化氰氣體；因此反應必須在抽氣櫃中進行。

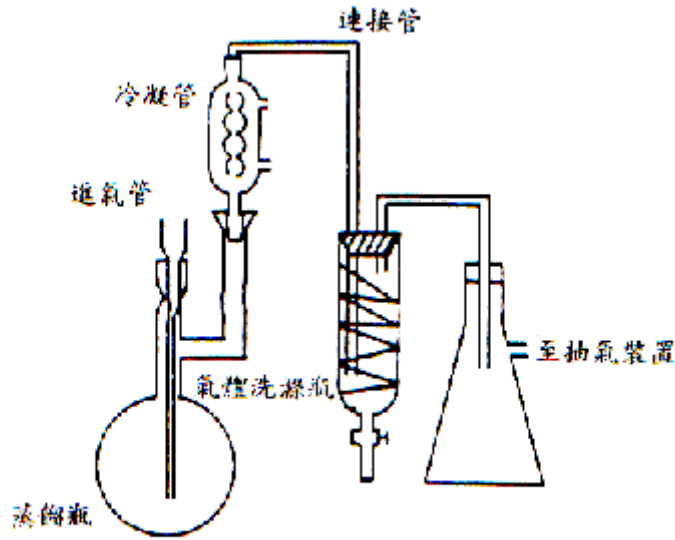
註4：過量胺磺酸溶液會導至方法偏差。

註5：試劑和添加溶液之溫度會影響比色法的反應因子。保存於冰箱之試劑，使用前必須回溫至室溫方可使用。樣品不宜留置在溫熱儀器中發色，應在讀取吸光度前才置入吸收槽中。

註6：滴定是以下列反應式為基礎進行之

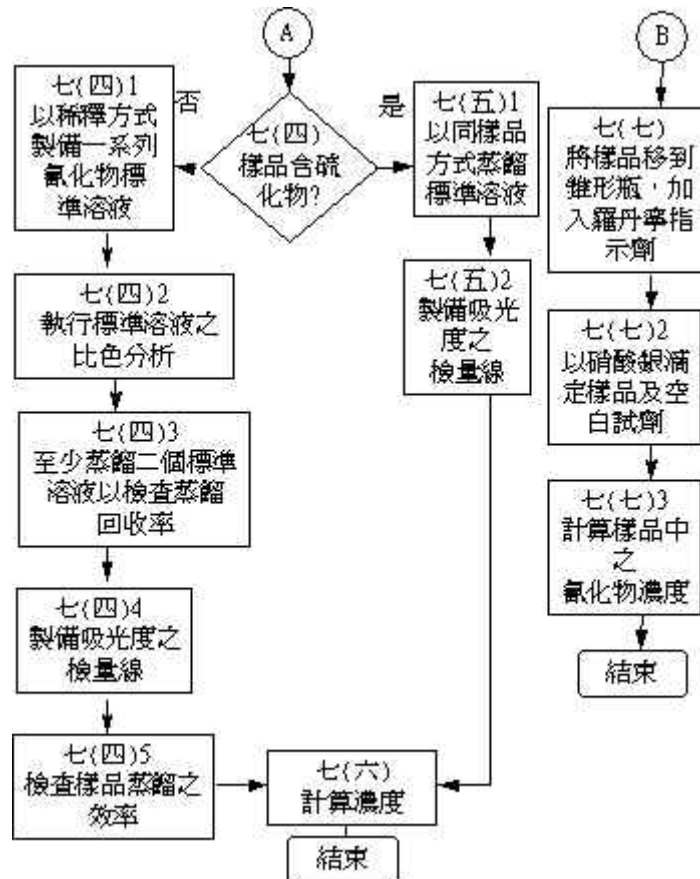


圖一 氰化物之迴流蒸餾裝置



圖二 氰化物之迴流蒸餾裝置

總氰化物及可氯化處理之氰化物檢測流程



總氰化物及可氯化處理之氰化物檢測流程(續)

