

中華民國國家標準	廢氣中之吡啶檢驗法	總號	1 2 6 8 7
CNS		類號	K 9 1 0 7

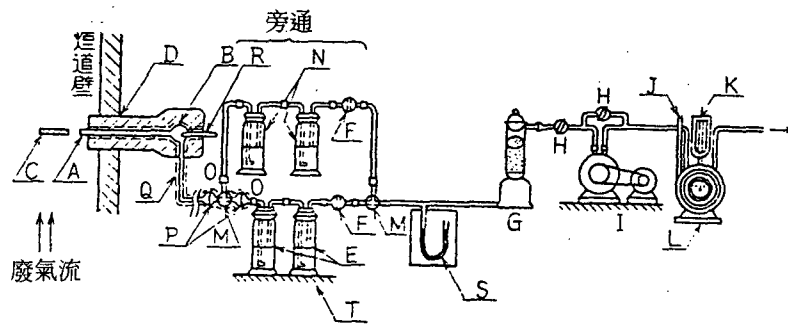
Methods for Determination of Pyridine in Exhaust Gas

1. 適用範圍：本標準規定由煙道、煙囪或通風道採取廢氣（燃燒成隨化學反應所發生者）並分析其吡啶濃度之方法。
備考：本標準中，{ } 內數值及單位係依國際單位制（SI）。
2. 共通事項：共通事項依 CNS 9179 [化學分析通則]，CNS 9178 [氣相層析一般檢驗法] 及 CNS 6494 [吸收光度分析法通則] 之規定。
3. 分析方法之種類：分析方法分為 4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙烯二磺酸（以下簡稱二胺二苯乙烯二磺酸）吸收光度法及氣相層析法 2 種。
4. 二胺二苯乙烯二磺酸吸收光度法
 - 4.1 概要：以硫酸（0.02 N）吸收廢氣，加 4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙烯二磺酸溶液及溴化氰，測定波長 490 mm 附近之吸光度而定量吡啶。本分析方法適合於試樣氣體採取量為 20 L 時，其中之吡啶濃度約為 0.1~1 ppm (v/v) 者⁽¹⁾。
註⁽¹⁾：本方法適合於試樣中所含之 α -甲吡啶 (α -picoline)，其濃度在吡啶濃度以下，所含之 β -甲吡啶，其濃度在吡啶濃度之 10 分之 1 以下之情形。
 - 4.2 試藥
 - (1) 吸收液：使用 CNS 2008 [化學試藥（硫酸）] 所規定之硫酸調製成 0.02 N 硫酸。
 - (2) 4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙烯二磺酸溶液 [1.0% (w/v)]；使 4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙烯二磺酸⁽²⁾ (4,4'-diamino-2,2'-stilbene disulfonic acid) 1.0 g 乳化分散於水約 20 mL，將此乳化液以每次加少量之方式，加入於攪拌中之 CNS 1939 [化學試藥（醋酸鈉）] 所配製之醋酸鈉溶液 [30% (w/v)] 30 mL 中予以溶解，加入 CNS 1529 [化學試藥（乙醇、無水）] 所規定之無水酒精配成 100 mL。
註⁽²⁾：4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙烯二磺酸溶液，調製後經過 1 個月以上者不可使用。
 - (3) 溴化氰溶液 [1.5% (w/v)]⁽³⁾；溶解 CNS 1674 [化學試藥（溴化氰）] 所規定之溴化氰 1.5 g 於水，加水稀釋成 100 mL。
註⁽³⁾：溴化氰溶液，調製後經過 1 星期以上者不可使用。
 - (4) 四硼酸鈉緩衝液 (pH 7.8)：溶解 CNS 1951 [化學試藥（硼砂）] 所規定之四硼酸鈉 (+水合) [即為硼砂] 38 g 於水 950 mL，加 CNS 1745 [化學試藥（鹽酸）] 所規定之鹽酸調節 pH 值為 7.8 後，加水稀釋成 1 L。
 - (5) 吡啶檢量線用溶液：溶解 CNS 1910 [化學試藥（吡啶）] 所規定之吡啶（比重 0.983）1.00 mL 於水，配成 1 L，分取其 1.80 mL，再以 0.02 N 硫酸稀釋成 1 L，此溶液 1 mL 相當於 0.005 mL C_5H_5N [0°C, 760 mm Hg {101,32 KPa}]。
 - 4.3 裝置及器具
 - (1) 試樣氣體採取裝置：試樣氣體採取裝置如圖 1 所示。

(共 6 頁)

公 布 日 期 79 年 3 月 16 日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 日 期 年 月 日
--------------------------	---------------------	------------------

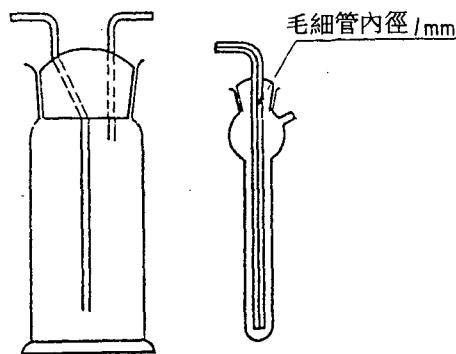
圖 1 試樣氣體採取裝置(示例)



- | | | |
|------------|------------|-----------------------|
| A: 試樣氣體採取管 | H: 流量調節旋塞 | O: 矽橡膠管 |
| B: 承接管 | I: 密閉式抽氣機 | P: 磨合玻璃球面接頭 |
| C: 過濾材料 | J: 溫度計 | Q: 電熱器 |
| D: 保溫材料 | K: 壓力計 | R: 溫度計 ⁽⁴⁾ |
| E: 吸收瓶 | L: 濕式氣體流量計 | S: 汞流體壓力計 |
| F: 玻璃過濾器 | M: 三通旋塞 | T: 調節架枱 |
| G: 氣體乾燥塔 | N: 旁通用洗氣瓶 | |
- 註⁽⁴⁾: 若已知排氣溫度, 則可不裝設。

(2) 吸收瓶: 吸收瓶如圖 2 (a) 或 (b) 所示。

圖 2 吸收瓶(示例)



(3) 光電分光光度計或光電光度計

4.4 試樣氣體之採取及分析用試樣溶液之調製

- 準備 2 個吸收瓶, 分別裝入硫酸 (0.02 N) 20 mL 及 10 mL。
- 試樣氣體吸引流量為 0.5~1 L/min, 採取試樣氣體 10~20 L, 測定氣體採取量時, 順便測量氣體流量計之氣體溫度, 壓力及大氣壓。另行測定試樣氣體中之水分量。
- 試樣氣體吸收後, 將吸收瓶中之溶液洗移至 50 mL 之量瓶, 加水稀釋至標線, 作為分析用試樣溶液。

4.5 操作

- 分取第 4.4 節所調製之分析用試樣溶液 25 mL 於 50 mL 之量瓶。
- 依序加緩衝液 15 mL, 4, 4'-二胺-2, 2'-二苯乙稀二磺酸溶液 3 mL, 溴化鉍溶液 3 mL 後, 加緩衝液至標線。於一定溫度放置 30~60 分鐘⁽⁵⁾。
註⁽⁵⁾: 顯色, 先隨放置時間增大, 然後再減小。達到最大值之時間, 因反應溫度及其他原因而異, 於液溫 20°C 約為 60 分鐘, 於 30°C 約為 20 分鐘, 因此顯色試藥添加後之放置時間及溫度, 須與繪製檢量線時之條件相同。

(3) 以空白試驗液作為參比溶液測定波長 490 μm 附近之吸光度⁽⁶⁾

註⁽⁶⁾: 使用後之顯色液含有氰化合物, 故須特別注意廢液之處理。

(4) 由預先繪製之檢量線求吡啶量。

4.6 檢量線之繪製: 階段式取吡啶檢量線用溶液 5~20 mL (例如 5, 10, 15, 20 mL) 於 50 mL 之量瓶, 依第 4.5 (2) 及 (3) 之步驟操作, 繪製吡啶量 (mL) 與吸光度之關係線⁽⁶⁾。