

Method of Test for Cyanide in Industrial Waste Water
Pyridin-Pyrazolane Method

1. 適用範圍：本標準適用於工業（包括事業場所）所排放廢水中氰離子之檢驗法，本法較少受其他離子干擾，適於微量氰離子之定量。定量範圍為 $CN^{-0.001} \sim 0.01 \text{ mg}$ ，反覆操作之標準偏差百分率為 10~2 %。
2. 概要：取經前處理之水樣，以醋酸中和後，加氯胺 T (Chloramine T) 變為氯化氰，然後加吡啶吡唑啉 (Pyridine Pyrazolane) 混合液，測定生成之藍色的吸光度，以定量氰離子濃度。
3. 前處理：廢水中氰離子係以氰離子（含氰化氫）及氰錯鹽等形態存在，通常此種鹽類極不穩定，採樣後應立即進行試驗，若不能立即進行時，以氫氧化鈉溶液調整 pH 至約 12，置於冷暗處，並儘早施行試驗。以前處理將水樣中氰反應為氰化氫，再予分離收集，前處理有加熱蒸餾法、通氣法及加熱蒸餾法（於 pH 5.5，加醋酸鋅）。加熱蒸餾法係將水樣中之氰轉變為氰化氫，然後加以收集。通氣法或加熱蒸餾法（於 pH 5.5，加醋酸鋅），係將氰離子與鋅、鎳、鎳及銅等之氰錯化物的全部或一部份轉變為氰化氫，加以分離收集，但亞鐵氰根離子與鐵氰根離子不會轉變為氰化氫。
氰離子檢驗法之水樣必須經前處理所得之溶液進行檢驗。

3.1 氰化物（含部份氰錯化物）：

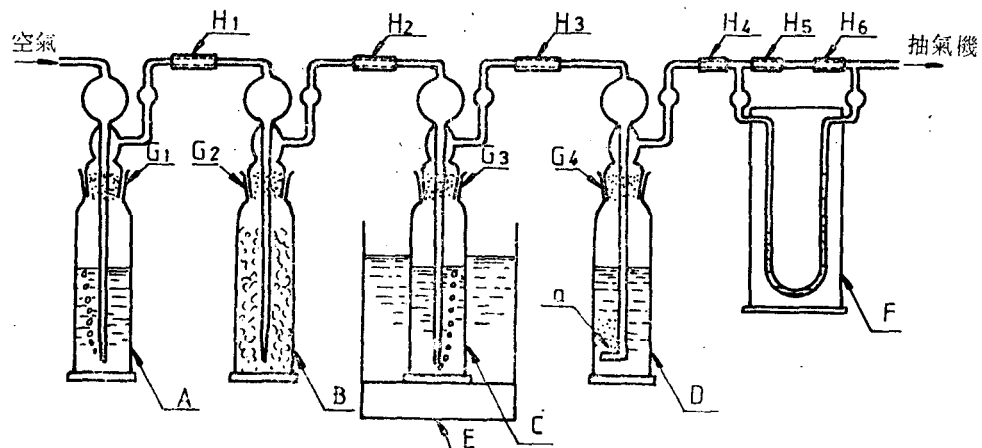
3.1.1 通氣法（於 pH 5.0，所發生之氰化氫）：

(1) 試藥：

- (a) 硫酸 (1+49) 及醋酸 (1+1)。
- (b) 氫氧化鈉溶液 (20 w/v%)：氫氧化鈉 20 g 溶於水 100 ml。
- (c) 氫氧化鈉溶液 (2 w/v %)：以水稀釋(b)溶液至 10 倍。

(2) 儀器：通氣裝置如圖 1 所示。

圖 1 通氣裝置



- A：氣體洗淨瓶（空氣用，內徑 40 mm×高 200 mm），裝有氫氧化鈉溶液（20 w/v%）100 ml，於每次使用後更換溶液。
- B：氣體洗淨瓶（鬆鬆的裝有玻璃纖維）。
- C：氣體洗淨瓶（試樣用，內徑 40 mm×高 200 mm）。
- D：氣體洗淨瓶（吸收氰氣用）內徑 40 mm×高 200 mm。
- E：恒溫水槽（ $40 \pm 2^\circ C$ ）。
- a：氣體過濾板。
- F：流量計。
- G₁~G₄：磨合接頭。
- H₁~H₆：橡膠管。

(共 4 頁)。

(3) 操作：以 300 ml 燒杯取水樣適當量 (CNS 8418 含氧量為 0.005~0.05 mg, CNS 8419 為 0.05~0.1 mg)，加水至 100 ml，以 pH 計測定，滴入硫酸 (1+49) 或氫氧化鈉溶液至溶液之 pH 為 5.0，此為預試驗。

再取水樣適當量，注入氣體洗淨瓶 C 內，加水至 100 ml，再加入與預試驗所耗用相等量之硫酸 (1+49) 或氫氧化鈉溶液 (2 w/v %)，立即浸入於保持 $40 \pm 2^\circ\text{C}$ 之恒溫水槽，如圖 1 之裝置。

在氣體洗瓶 D 內注入水 50 ml 與氫氧化鈉溶液 (2 w/v %) 10 ml，以每分鐘 1.2 l 之速率施行通氣 1 小時，通氣終了後，將吸收瓶之管部以少量水洗入吸收瓶 D 內。以醋酸 (1+1) 調節吸收瓶內液之 pH 值至約 7，移入 100 ml 量瓶，再以少量水沖洗瓶 D，合併洗液至量瓶，再加水至標線。

3.1.2 加熱蒸餾法 (於 pH 5.5 加醋酸鋅溶液，產生氧化氫)：

(1) 試藥：

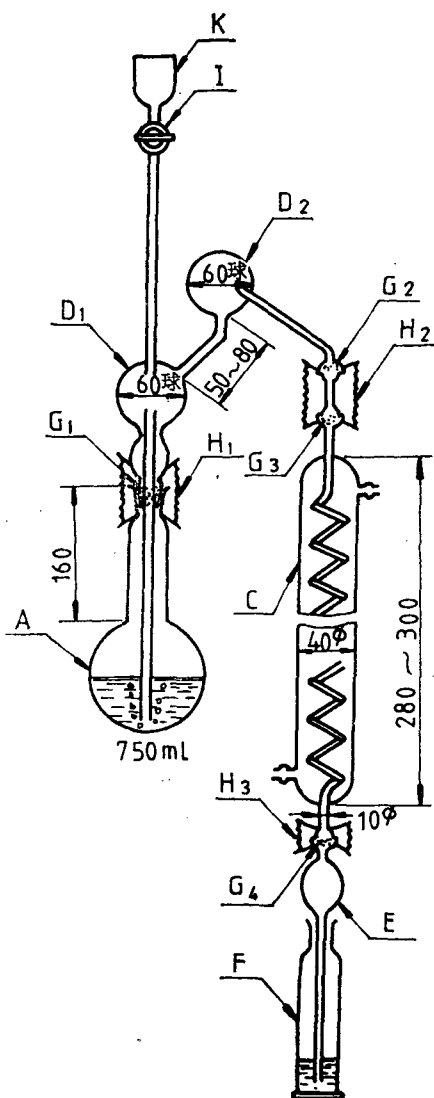
- (a) 酚酞乙醇溶液 (0.5 w/v %)：酚酞 0.5 g 溶於乙醇 (95 w/v %) 90 ml，加水至 100 ml，然後加入氫氧化鈉溶液 (N/50) 至溶液呈粉紅色為止。
- (b) 醋酸 (1+49) 及 (1+1)。
- (c) 氫氧化鈉溶液 (2 w/v %)：氫氧化鈉 2 g，溶於水，稀釋至 100 ml。
- (d) 醋酸鋅溶液 (10 w/v %)：醋酸鋅 ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 12 g，溶於水，稀釋至 100 ml。
- (e) 硫酸 (1+49)。

(2) 儀器：蒸餾裝置如圖 2 所示。

裝置及試驗所用玻璃器具，使用前應用水充份洗淨。

圖 2 蒸餾裝置

單位：mm



- A：蒸餾燒瓶 750 ml
- C：冷凝器
- D₁D₂：飛沫防止器
- E：逆流防止器
- F：有檢量瓶 100 ml 或 250 ml
- G₁~G₄：磨合接頭
- H₁~H₃：夾具
- I：磨合旋塞
- K：樣品注入承受器