무기시안 화합물질

2012

(Inorganic cyanide compounds)

○ 고유번호 : 97-1-90

1. 원리

pH 2이하의 산성에서 에틸렌디아민테트라초산나트륨(sodium ethylene diaminetetraacetate)을 넣고 가열증류하여 시안화물 및 시안착화합물의 대부분을 시안화수소로 유출시키고 수산화나트륨용액에 포집한다. 포집된 시안이온을 중화하고 클로라민 T를 넣어 염화시안으로 하여 피리딘·피라졸론 혼액을 넣어 나타나는 청색을 620 ㎚에서 측정하는 방법이다.

2. 시약 및 기기

2.1 시약

(1) 페놀프탈레인·에틸알코올용액 (0.5w/v%)
(2) 2% 수산화나트륨용액
(3) 술퍼민산암모늄용액 (10w/v%)
(4) 에틸렌디아민테트라초산나트륨용액 (시안시험용)
(5) 초산(1+8)
(6) 클로라민 T용액 (1w/v%)
(7) 피리딘피라졸론용액

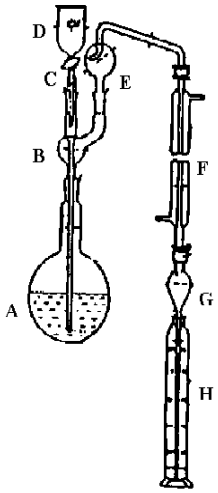
2.2 기기

(1) 광전광도계 또는 광전분광광도계
(2) 증류장치(그림 1)

3. 시험방법

3.1 시험방법(피리딘-피라졸론법)

시료에 인산을 가하여 pH 2 이하로 하고 에틸렌디아민사초산이나트륨을 가해서 가압증류(그림 1)하고 발생한 시안화수소를 수산화나트륨용액에 포집한다. 포집된 시료 20㎖를 정확히 취하여 50㎖ 용량 플라스크에 넣고 지시약으로 페놀프탈레인·에틸알코올용액(0.5w/v%) 1방울을 넣어 조용히 흔들어 주면서 용액의 적색이 없어질 때까지 초산(1+8)을



A : 증류플라스크
B : 인결관
C : 코크
D : 인선깔내기
E : 분리관
F : 냉각관
G : 역류방지관
H : 수기

그림 1. 시안증류장치

넣는다(약 1㎖ 소요). 인산염완충액(pH 6.8) 10㎖, 클로라민 T용액(1w/v%) 0.25㎖를 넣고 마개를 막아 조용히 섞는다. 약 5분간 방치하고 피리딘피라졸론혼액 15㎖를 넣고 물을 넣어 표선을 채운다음 조용히 섞고 25℃의 수욕중에서 30분간 방치한다. 이 용액의 일부를 층장 10㎜ 흡수셀에 옮겨 검액으로 한다. 따로 물 20㎖를 취하여 시료의 시험방법에 따라 시험하여 바탕시험액으로 한다. 바탕시험액을 대조액으로 하여 620㎚에서 검액의 흡광도를 측정하고 미리 작성한 검량선으로부터 시안의 양을 구하고 함량(㎎/㎏)를 계산한다.

4. 검량선의 작성

시안이온표준액(0.001㎎CN^-/㎖) 1~10㎖를 단계적으로 취하여 50㎖용량 플라스크에 넣고 물을 넣어 20㎖로 한 다음 시료의 시험방법에 따라 시험하여 시안의 양과 흡광도와의 관계선을 작성한다.