

水中自由氰化物檢測方法—微擴散法

中華民國 105 年 12 月 23 日環署檢字第 1050104613 號公告

自中華民國 106 年 4 月 15 日生效

NIEA W460.50C

一、方法概要

自由氰化物係指氰離子 (CN^-) 及氰化氫 (HCN)，兩者在水中之濃度比例與水樣 pH 值有關。水樣導入微擴散槽 (Microdiffusion cell) 外室 (Outer chamber)，以磷酸鉀溶液調整 pH 值至 6，並置於氣密暗處，水樣中自由氰化物以氰化氫型態擴散至置於微擴散槽中央室 (Center chamber) 之氫氧化鈉溶液吸收。擴散 6 小時後，吸收液經磷酸鹽緩衝溶液酸化，氰離子與氯胺 T 反應形成氯化氰 (CNCl ，註 1)，此化合物與吡啶-丙二醯脲 (Pyridine barbituric acid) 試劑反應即可產生紫色物質，使用分光光度計於波長 578~587 nm 測其吸光度，即可求得水樣中自由氰化物濃度。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、飲用水水源、地面水、地下水、放流水及廢(污)水中自由氰化物之檢測。

三、干擾

- (一) 氧化劑 (如氯) 會分解自由氰化物，氯與自由氰化物反應形成氯化氰 (CNCl)，在鹼性條件下水解成氰酸鹽 (CNO^-)。在水樣中添加亞砷酸鈉 (NaAsO_2) 或硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 可去除此干擾。
- (二) 硫化物之氧化產物會快速將自由氰化物轉換為硫氰酸鹽 (SCN^-) (尤其於高 pH 值下)，此干擾可於樣品中加入碳酸鉛或醋酸鉛，以產生不溶性硫化鉛 (PbS)，並藉由過濾加以去除。
- (三) 若樣品 pH 值小於 12，自由氰化物 (以氰化氫型態存在) 可能揮發而損失。樣品採集、去除氧化物及硫化物後，若無法立即分析，於保存前應調整 pH 值至 ≥ 12 。
- (四) 除氧化劑及硫化物外，自由氰化物亦可與其他化學物質如醛類等產生反應，由於自由氰化物具反應性，樣品採集後應儘速完成分析。
- (五) 水樣中之鐵氰化物若照射紫外線，會分解產生自由氰化物，故樣品檢測之擴散步驟應於暗處進行。

四、設備與材料

- (一) 碘化鉀—澱粉試紙 (Potassium iodide-starch test paper)。
- (二) 醋酸鉛試紙 (Lead-acetate test paper)
- (三) pH 試紙：pH 值變色間隔 0.5 以內。
- (四) 微擴散槽：康氏型式 (Conway-type)，塑膠材質，外徑 83 mm，附蓋，使用時可保持氣密 (如圖一)。
- (五) 微量移液管：0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.0 mL、15.0 mL 及 30.0 mL。
- (六) 移液管或注射器 (Syringe)：可準確移取 1.30 mL 及 3.00 mL 溶液。
- (七) 分光光度計：可設定 575 nm 至 590 nm 間波長，使用 1 cm 樣品槽
- (八) 樣品槽：分光光度計用，光徑 1 cm，附塞子。

五、試劑

檢測時使用之試劑除非另有說明，否則必須為試藥級。若使用其他等級試劑，在使用前須確認該試劑具足夠高之純度，才不致對檢測結果造成影響。

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之純水。
- (二) 亞砷酸鈉 (NaAsO_2)。
- (三) 硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)。
- (四) 醋酸鉛 ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。
- (五) 碳酸鉛 (PbCO_3)。
- (六) 氫氧化鈉溶液，50% w/w ($\rho=1.53 \text{ g/mL}$)：市售品。
- (七) 氫氧化鈉溶液，2.05 g/L (用於方法空白樣品、查核樣品及添加樣品之製備)：取 2.68 mL 50% 氫氧化鈉溶液溶於 800 mL 試劑水，冷卻至室溫後，以試劑水定容至 1 L。
- (八) 氫氧化鈉溶液，4.1 g/L：取 5.36 mL 50% 氫氧化鈉溶液溶於 800 mL 試劑水，冷卻至室溫後，以試劑水定容至 1 L。
- (九) 氯化鈉標準溶液，0.0192 M：溶解 1.122 g 經 105°C 烘乾之一級標準品級氯化鈉於適量試劑水中，再以試劑水定容至 1 L。
- (十) 鉻酸鉀指示劑：溶解 5.0 g 鉻酸鉀 (K_2CrO_4) 於適量試劑水中，

持續加入硝酸銀溶液，直到生成紅色沈澱為止。靜置 12 小時後過濾之，濾液再以試劑水定容至 100 mL。

- (十一) 硝酸銀溶液，0.0192 M：溶解 3.27 g 硝酸銀於適量試劑水中，再以試劑水定容至 1 L，貯存於棕色玻璃瓶。使用前以 0.0192 M 氯化鈉標準溶液標定之，標定方法如下：

精取 0.0192 M 氯化鈉標準溶液 10.0 mL，稀釋至 100 mL，以 1 M 氫氧化鈉溶液調整 pH 值至 7 至 8，加入 1.0 mL 鉻酸鉀指示劑，以硝酸銀溶液滴定至帶桃紅色之黃色終點；同時以試劑水執行空白試驗。依下式計算硝酸銀溶液之莫耳濃度：

$$\text{硝酸銀溶液之莫耳濃度 (M)} = \frac{10.0 \times M_1}{A - B}$$

M_1 ：氯化鈉標準溶液莫耳濃度 (M)， $M_1 = 0.0192 \text{ M}$ 。

A：氯化鈉標準溶液消耗之硝酸銀溶液體積 (mL)。

B：空白試驗消耗之硝酸銀溶液體積 (mL)。

- (十二) 氰化物儲備溶液，1000 mg/L：溶解 1.255 g 氰化鉀 (或 0.945 g 氰化鈉) 於 250 mL 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液，以 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液定容至 500 mL (注意：氰化鉀或氰化鈉有劇毒，避免皮膚眼睛接觸或吸入)。每週以已知莫耳濃度之硝酸銀溶液標定，標定方法如下：(如購買濃度經確認之市售標準儲備溶液，並依原廠建議保存方式及保存期限者可不需標定) 精取 25.0 mL 或適當體積之儲備溶液，以 0.04 M 氫氧化鈉溶液稀釋至 100 mL 或適當體積，加入 0.5 mL 羅丹寧指示劑後，續以已知莫耳濃度之硝酸銀溶液滴定之，直到反應溶液第一次由黃色轉變為橙紅色，即為滴定終點；同時以 0.04 M 氫氧化鈉溶液執行空白試驗。依下式計算氰化物儲備溶液之氰離子濃度：

$$\text{氰化物儲備溶液之氰離子濃度 (mg/L)} = \frac{(C - D) \times M_2 \times 2 \times 26000}{V}$$

M_2 ：硝酸銀溶液標定後之莫耳濃度 (M)。

C：氰化物儲備溶液消耗之硝酸銀溶液體積 (mL)。

D：空白試驗消耗之硝酸銀溶液體積 (mL)。

V：氰化物儲備溶液取用體積 (mL)。

- (十三) 氰化物標準溶液，2 mg/L：精取 1.00 mL 氰化物儲備溶液，以

4.1 g/L 氫氧化鈉溶液定容至 500 mL。

- (十四) 活栓潤滑油 (Stopcock grease)、石油膠 (Petroleum jelly) 或礦物油：微擴散槽與蓋子間密封用。
- (十五) 磷酸二氫鉀 (KH_2PO_4)。
- (十六) 氫氧化鈉溶液，100 g/L：取 131 mL 50% 氫氧化鈉溶液溶於 800 mL 試劑水，冷卻至室溫後，以試劑水定容至 1 L。
- (十七) 濃磷酸 (H_3PO_4 ，比重 1.69)。
- (十八) 磷酸鉀溶液，190 g/L：取 400 mL 試劑水於 2 L 燒杯中，溶解 19 mL 50% 氫氧化鈉溶液，再加入 190 g 磷酸二氫鉀攪拌，加入試劑水至容積約 950 mL，以幫助藥劑溶解。以 100 g/L 氫氧化鈉溶液或濃磷酸調整溶液 pH 值至 5.9~6.1，將溶液倒入 1 L 定量瓶，並以試劑水定容至標線。
- (十九) 磷酸鉀緩衝溶液：加 8.0 mL 濃磷酸於 100 mL 190 g/L 磷酸鉀溶液。
- (二十) 氯胺 T 溶液，10 g/L：溶解 1.0 g 氯胺 T 於 50 mL 試劑水，以試劑水定容至 100 mL，置於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 冷藏。本溶液應每週重新配製
- (二十一) 丙二醯脲 (Barbituric acid)。
- (二十二) 吡啶 (Pyridine)。
- (二十三) 濃鹽酸 (HCl，比重 1.19)。
- (二十四) 吡啶-丙二醯脲試劑：取 15 g 丙二醯脲置於 250 mL 量瓶中，以適量試劑水淋洗量瓶內壁並溼潤丙二醯脲後加入 75 mL 吡啶，使混合均勻，續加入 15 mL 濃鹽酸，均勻混合後冷卻至室溫，再以試劑水定容至 250 mL。本試劑冷藏並保存於棕色瓶可穩定 6 個月，如產生沈澱時，應重新配製。

六、採樣與保存

- (一) 樣品應以棕色或以鋁箔包覆之塑膠 (建議使用) 或玻璃容器採集，能隔絕波長 400 nm 以下之光線，避免金屬錯合氫化物光分解。所有容器採樣前應清潔並潤洗，必要時以酸、試劑水或不含金屬之清潔劑預洗。
- (二) 氧化劑測試與去除

1. 當樣品來源或組成分未知，於樣品採集時應測試是否存在氧化

劑（例如氯）。

2. 滴一滴樣品於碘化鉀—澱粉試紙上，若藍色褪去表示含有氧化劑，此時添加亞砷酸鈉（約 0.1 g 亞砷酸鈉/L 樣品）。
3. 重複測試與添加亞砷酸鈉步驟，直至試紙不產生變色情形（註 2）。

（三）硫化物測試與去除

1. 當樣品來源或組成分未知，於氧化劑測試與處理後，應測試是否存在硫化物。
2. 滴一滴樣品於醋酸鉛試紙上，若顏色變黑表示含有硫化物，此時添加醋酸鉛（約 0.1 g 醋酸鉛/L 樣品）。
3. 重複測試與添加醋酸鉛步驟，直至試紙不再變黑。（註 3）
4. 過濾樣品，以去除硫化鉛沉澱。

（四）水樣採集後宜儘速完成分析，否則在氧化劑與硫化物測試與去除後，應以 50% 氫氧化鈉溶液調整樣品 pH 值至 12.0 至 12.5 後，置於暗處 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 貯存，最長保存期限為 14 天。

七、步驟

操作流程示意如圖二。因氰化物具毒性，且產生之氰化氫為毒性氣體，操作流程須在排煙櫃中進行，確保任何產生之氰化氫氣體全部被抽走。

（一）樣品前處理

1. 以移液管或注射器，取 3.0 mL 樣品置於潔淨、乾燥之微擴散槽外室。
2. 以移液管或注射器，取 1.30 mL 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液置於微擴散槽中央室。
3. 將活栓潤滑油或石油膠厚塗於微擴散槽蓋子，以備後續微擴散槽密封。最佳之潤滑油塗抹方式依微擴散槽結構或幾何形狀而定，有些情況，直接塗抹於微擴散槽（而非蓋子）上，可達到較佳之氣密效果。（註 4）
4. 使用注射器（或移液管），注入 1.0 mL 190 g/L 磷酸鉀溶液於微擴散槽外室之樣品中，以適當角度注射，使溶液能分布於外室（註 5）。

5. 小心傾斜並旋轉微擴散槽使溶液混合，立即以 pH 試紙測試並確認樣品 pH 值達到 6，若樣品 pH 值大於 6，以每次 1.0~1.5 mL 添加 190 g/L 磷酸鉀溶液，調整樣品 pH 值至 6。（註 6，註 7）
6. 立即以蓋子將微擴散槽密封，前後旋轉蓋子及微擴散槽，確保潤滑油均勻分布於蓋子與微擴散槽間，以保持氣密。
7. 小心傾斜並旋轉微擴散槽 5 秒，使溶液均勻混合。（註 8）
8. 將密封之微擴散槽置於暗處室溫下 6 小時。（註 9）

（二）檢量線製備

1. 分別精取 0、0.20、0.50、1.00、2.50、5.00、10.0、15.0 及 30.0 mL 之 2.0 mg/L 氰化物標準溶液於 200 mL 定量瓶，以 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液定容至標線，此檢量線標準溶液濃度分別為 0、0.002、0.005、0.010、0.025、0.050、0.10、0.15 及 0.30 mg/L。
2. 取 1.00 mL 檢量線標準溶液於潔淨、乾燥之樣品槽，依七、（三）3~7 進行呈色及上機分析，每個檢量線標準溶液皆進行重複之呈色及上機分析。為避免方法偏差，檢量線標準溶液要直接進行呈色及上機分析，不能經微擴散程序處理。
3. 計算每個檢量線標準溶液 2 次分析之平均吸光度。
4. 繪製平均吸光度對應自由氰化物濃度之檢量線。
5. 檢量線製備完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認。

（三）樣品分析

1. 設定分光光度計於 578 nm 或其他最適波長（註 10），當儀器穩定後，以 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液將偵測器歸零。
2. 當擴散程序完成後，取 1.00 mL 微擴散槽中央室之氫氧化鈉溶液置於潔淨、乾燥之樣品槽。
3. 使用微量移液管，加入 0.1 mL 磷酸鉀緩衝溶液於樣品槽，以塞子密封樣品槽，反轉 4 至 5 次混合均勻。（註 11）
4. 使用微量移液管，加入 0.50 mL 氯胺 T 溶液於樣品槽，密封樣品槽，反轉 4 至 5 次混合均勻。
5. 加入 1.00 mL 吡啶-丙二醯脲試劑於樣品槽，更換塞子，開始計時並反轉 8 至 10 次混合均勻。（註 12）

6. 在開始混合後之 3 至 6 分鐘內，於七、（三）1 設定之波長處讀取吸光度，樣品與標準品開始讀取吸光度之時間應儘可能相同。
7. 每一樣品進行 2 次吸光度測定，最後以平均吸光度進行計算。

八、結果處理

經分光光度計測得之樣品吸光度可由檢量線求得自由氰化物濃度，依下式計算水樣中自由氰化物之濃度：

$$\text{水樣中自由氰化物濃度 (mg/L)} = \frac{1.3 \text{ mL (中央室溶液體積)}}{3.0 \text{ mL (外室溶液體積)}} \times C$$

C：檢量線求得之氰化物濃度 (mg/L)。

樣品中自由氰化物濃度超過檢量線範圍時，須適當稀釋並重新分析，使用 4.1 g/L 氫氧化鈉溶液稀釋樣品，以使自由氰化物濃度落於檢量線範圍內，依七、（三）重新呈色後上機分析，結果須乘以稀釋倍數，以校正水樣中自由氰化物濃度。

九、品質管制

- （一）檢量線：每次樣品分析應重新製作檢量線，其線性相關係數（r 值）應大於或等於 0.995，檢量線確認之相對誤差值應在 ±15% 以內。
- （二）檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行 1 次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在 ±15% 以內。
- （三）空白樣品分析（註 13）：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- （四）重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 20% 以內。
- （五）查核樣品分析（註 13）：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次查核樣品分析，回收率應在 80~120% 範圍內。
- （六）添加樣品分析（註 13）：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次添加樣品分析，其回收率應在 75~125% 範圍內。

十、精密度與準確度

參考 US EPA Method 9016 方法中資料，4 位個別檢測人員於 4 家獨立實驗室，針對不同水樣基質（試劑水、鋁還原場廢水、煤氣廠廢棄物場址地下水、煤氣廠廢棄物場址地面水、飲用水）之盲樣測試

(Round-robin test) 結果如表一至表五所示。水樣測試數據，其偏差與整體（實驗室間）及單一操作人員精密度如表六所示。

十一、參考資料

(一) U.S. EPA. Free cyanide in water, soils and solid wastes by microdiffusion. Method 9016, 2010.

(二) 行政院環境保護署，水中氰化物檢測方法—分光光度計法 NIEA W410.53A，中華民國 102 年。

註 1：氯化氰為毒性氣體，應避免吸入人體。

註 2：亞砷酸鈉可以硫代硫酸鈉取代，惟每 1 L 樣品中硫代硫酸鈉添加量不可以超過 0.1 g。

註 3：當硫離子濃度太高時，應改用碳酸鉛，以避免降低樣品之 pH 值。

註 4：須使用足夠量之活栓潤滑油或石油膠，以確保微擴散槽與蓋子間之氣密。

註 5：注射的力量可幫助溶液適度混合。

註 6：此步驟應儘可能快速並小心，以避免自由氰化物漏失。

註 7：當分析未知樣品，強烈建議於微擴散分析前，先進行樣品測試，以決定調整 pH 值至 6 時，所需磷酸鉀溶液添加量。測試的方式為取 3.0 mL 樣品於小容器中，以每次 1.0~1.5 mL 加入 190 g/L 磷酸鉀溶液，調整樣品 pH 值至 6，記錄所需磷酸鉀溶液添加量。

註 8：傾斜及旋轉微擴散槽時要小心，避免溶液溢出或濺入另一腔室。

註 9：微擴散槽在 6 小時之擴散期間須全程避光，以避免鐵氰化物錯合物光分解。

註 10：使用不同瓶或不同批號之丙二醯脲試劑所形成之紫色錯合物，由於變色效應 (Solvatochromic effects)，其最大吸光度波長會有些微改變。每日分析前，可以 0.15 mg/L 檢量線標準溶液進行呈色並進行光譜掃描，以求得紫色錯合物之最大吸光度波長，並以此波長取代 578 nm 進行樣品及檢量線標準溶液之量測。

註 11：有些分光光度計樣品槽蓋子無法密合，反轉混合時造成樣品滲漏。此時可以使用小片封口蠟膜取代樣品槽蓋子，以提供較佳密封，避免滲漏。

註 12：為能更充分混合，並避免混合時樣品滲漏，七、(三) 2~5 步驟可以使用試管取代樣品槽，每次添加試劑後，試管以震盪器 (Vortex

mixer) 震盪混合溶液，於分光光度計分析前，將試管內溶液倒入潔淨、乾燥之樣品槽。

註 13：空白樣品、查核樣品及添加樣品須以 2.05 g/L 氫氧化鈉溶液製備。

註 14：廢液分類處理原則—本檢驗廢液依氰化物廢液處理。

表一 以微擴散法分析試劑水中自由氰化物之實驗室間測試結果

		真 值 (µg/L)		
		5.0	125	250
實驗室 1	1	7.4	151	268
	2	6.6	152	266
	3	6.6	146	270
	平均值	6.9 ± 0.46	150 ± 3.4	268 ± 2.0
	%回收率	137	120	107
	%RSD	6.7	2.3	0.75
	實驗室 2	1	5.7	129
2		6.2	128	230
3		5.7	118	236
平均值		5.9 ± 0.29	125 ± 6	238 ± 10
%回收率		117	100	95
%RSD		4.9	4.9	4.1
實驗室 3	1	3.9	133	266
	2	4.5	116	240
	3	3.7	121	249
	平均值	4.0 ± 0.42	123 ± 9	252 ± 13
	%回收率	81	99	101
	%RSD	10	7.1	5.3
實驗室 4	1	4.9	120	247
	2	5	120	247
	3	4.9	120	247
	平均值	4.9 ± 0.06	120 ± 0.06	247 ± 0.06
	%回收率	99	96	99
	%RSD	1.2	0.048	0.023

表二 以微擴散法分析鋁還原場廢水中自由氰化物之實驗室間測試結果

		真 值 (µg/L)		
		5.0	125	250
實驗室 1	1	6.0	144	315
	2	6.8	143	303
	3	5.6	154	297
	平均值	6.1 ± 0.61	147 ± 5.7	305 ± 9.1
	%回收率	123	118	122
	%RSD	10	3.9	3.0
實驗室 2	1	5.2	117	246
	2	5.2	105	263
	3	4.7	119	257
	平均值	5.0 ± 0.29	114 ± 7.6	255 ± 8.6
	%回收率	101	91	102
	%RSD	5.7	6.7	3.4
實驗室 3	1	3.9	131.9	259.9
	2	2.3	112.5	225.7
	3	4.2	113.3	223.1
	平均值	3.5 ± 1.0	119 ± 11	236 ± 21
	%回收率	69	95	94
	%RSD	29	9.2	8.7
實驗室 4	1	O ^a	132	O ^b
	2	O ^a	132	O ^b
	3	O ^a	132	O ^b
	平均值	—	132 ± 0	—
	%回收率	—	106	—
	%RSD	—	0	—

O^a=離群數據，於本研究期間捨去。

O^b=離群數據，於先前研究期間捨去。

表三 以微擴散法分析煤氣廠廢棄物場址地下水中自由氰化物之
實驗室間測試結果

		真 值 (µg/L)		
		5.0	125	250
實驗室 1	1	7.4	144	276
	2	8.2	137	277
	3	7.4	147	279
	平均值	7.7 ± 0.46	143 ± 5.2	277 ± 13
	%回收率	153	114	111
	%RSD	6.0	3.7	0.5
	實驗室 2	1	3.4	109
2		4.4	114	259
3		4.6	127	259
平均值		4.1 ± 0.64	117 ± 9	260 ± 2
%回收率		83	93	104
%RSD		16	8.0	0.67
實驗室 3		1	4.3	117
	2	4.3	116	245
	3	4.6	118	242
	平均值	4.4 ± 0.17	117 ± 1.0	242 ± 2.8
	%回收率	88	94	97
	%RSD	3.9	0.87	1.2
	實驗室 4	1	4.3	116
2		4.4	115	222
3		NA	NA	NA
平均值		4.4 ± 0.071	116 ± 0.64	223 ± 0.64
%回收率		87	93	89
%RSD		1.6	0.55	0.29

NA=未分析。

表四 以微擴散法分析煤氣廠廢棄物場址地面水中自由氰化物之
實驗室間測試結果

		真 值 (µg/L)		
		5.0	125	250
實驗室 1	1	5.8	116	313
	2	5.4	120	321
	3	5.0	115	301
	平均值	5.4 ± 0.40	117 ± 2.4	312 ± 10
	%回收率	108	93	125
	%RSD	7.4	2.1	3.2
實驗室 2	1	5.4	128	262
	2	5.1	131	245
	3	5.1	124	253
	平均值	5.2 ± 0.17	128 ± 3.5	253 ± 8.5
	%回收率	104	102	101
	%RSD	3.3	2.8	3.4
實驗室 3	1	3.7	115	247
	2	4.2	116	243
	3	3.7	116	245
	平均值	3.9 ± 0.29	116 ± 0.50	245 ± 2.0
	%回收率	77	93	98
	%RSD	7.5	0.43	0.81
實驗室 4	1	4.0	117	245
	2	4.0	117	245
	3	NA	NA	NA
	平均值	4.0 ± 0	117 ± 0	245 ± 0
	%回收率	80	94	98
	%RSD	0	0	0

NA=未分析。

表五 以微擴散法分析飲用水中自由氰化物之實驗室間測試結果

		真 值 (µg/L)		
		5.0	125	250
實驗室 1	1	8.2	141	235
	2	8.2	148	247
	3	7.8	148	233
	平均值	8.1 ± 0.23	145 ± 3.7	238 ± 7.6
	%回收率	161	116	95
	%RSD	2.9	2.5	3.2
實驗室 2	1	4.9	113	276
	2	5.2	132	226
	3	5.2	134	265
	平均值	5.1 ± 0.17	126 ± 12	256 ± 26
	%回收率	102	101	102
	%RSD	3.4	9.2	10
實驗室 3	1	4.7	128	254
	2	4.7	120	247
	3	4.4	116	244
	平均值	4.6 ± 0.17	121 ± 6.4	249 ± 5.1
	%回收率	92	97	99
	%RSD	3.8	5.3	2.1
實驗室 4	1	4.6	116	249
	2	4.6	115	248
	3	NA	NA	NA
	平均值	4.6 ± 0	116 ± 0.71	249 ± 0.71
	%回收率	92	92	99
	%RSD	0	0.61	0.28

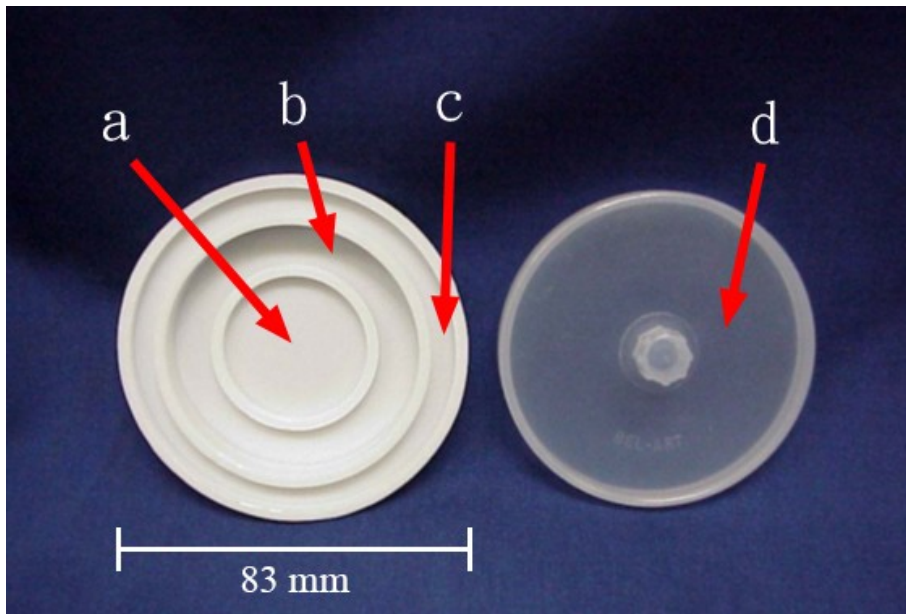
NA=未分析。

表六 水樣分析之精密度與偏差

基質	實驗室 家數	自由氰化物 真值 ($\mu\text{g/L}$)	總平均 ($\mu\text{g/L}$)	相對偏差	重複性 (RSD) ^a	再現性 (RSD) ^b
試劑水	4	5.0	5.43	8.5%	6.7%	21.9%
	4	125	130	3.6%	4.1%	11.4%
	4	250	251	0.5%	3.1%	5.6%
基質	實驗室 家數	自由氰化物 真值 ($\mu\text{g/L}$)	總平均 ($\mu\text{g/L}$)	相對偏差	重複性 (RSD _r)	再現性 (RSD _R)
鋁還原廠 廢水	3	5.0	4.88	-2.4%	17%	35%
	4	125	128	2.4%	5.6%	13%
	3	250	266	6.2%	3.8%	14%
基質	實驗室 家數	自由氰化物 真值 ($\mu\text{g/L}$)	總平均 ($\mu\text{g/L}$)	相對偏差	重複性 (RSD _r)	再現性 (RSD _R)
煤氣廠廢 棄物場址 地下水	4	5.0	5.14	2.7%	7.9%	37%
	4	125	123	-1.6%	4.0%	11%
	4	250	250	0.19%	0.71%	8.1%
基質	實驗室 家數	自由氰化物 真值 ($\mu\text{g/L}$)	總平均 ($\mu\text{g/L}$)	相對偏差	重複性 (RSD _r)	再現性 (RSD _R)
煤氣廠廢 棄物場址 地面水	4	5.0	4.62	-7.7%	5.5%	17%
	4	125	119	-4.5%	2.1%	5.5%
	4	250	264	5.5%	3.0%	14%
基質	實驗室 家數	自由氰化物 真值 ($\mu\text{g/L}$)	總平均 ($\mu\text{g/L}$)	相對偏差	重複性 (RSD _r)	再現性 (RSD _R)
飲用水	4	5.0	5.59	12%	2.6%	33%
	4	125	127	1.7%	3.8%	11%
	4	250	248	-0.90%	7.0%	5.2%

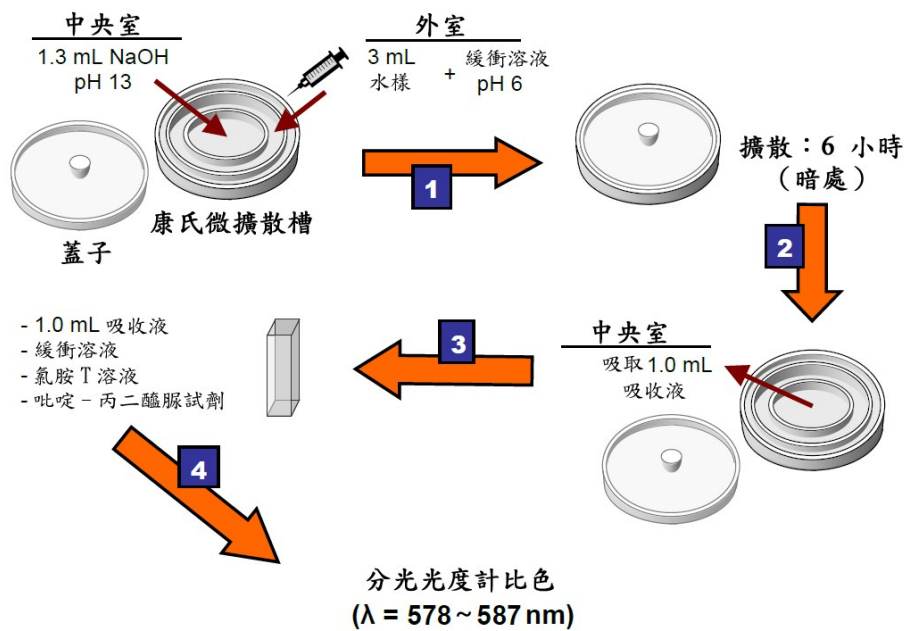
^a重複性 (Repeatability) : 單一實驗室精密度。

^b再現性 (Reproducibility) : 整體 (實驗室間) 精密度。



- a：中央室，盛裝氫氧化鈉吸收溶液用。
- b：外室，導入樣品用。
- c：溝槽，固定並密封蓋子用。
- d：蓋子。

圖一 康氏微擴散槽



圖二 操作流程示意圖