

⋮

廢棄物中可釋出之硫化氫檢測方法

中華民國86年7月29日(86)環署檢字第39458號公告
NIEA R406.20C

中華民國91年3月5日環署檢字第0910014627號公告
修正為NIEA R406.21C

⋮

一、方法概要

於封閉系統中，將一份酸加入到固定重量之廢棄物，所產生的氣體被收集於氣體洗滌瓶之內，然後定量待測物。定量硫化物的方法是用酸可溶性與酸不可溶性硫化物之檢測方法（NIEA R408.20C）。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於氫離子濃度指數於 2.0 至 12.5 間會產生有毒氣體之廢棄物中硫化氫檢測。
- (二) 本方法可供測定廢棄物與酸溶液接觸時之硫化氫比釋放率 (the specific release rate)。

三、干擾

干擾未被測定。

四、設備 (見圖)

- (一) 圓底燒瓶：500 mL，三頸具 24/40 玻璃磨砂圓接頭。
- (二) 氣體洗滌瓶：50 mL 定容並加以校正。
- (三) 攪拌裝置：約可達 30 rpm。可以是旋轉磁石和攪拌棒之組合或是由上方之馬達所驅動之螺旋攪拌器。
- (四) 添加漏斗：具壓力均衡管和 24/40 玻璃磨砂圓接頭及鐵氟龍套筒。
- (五) 撓管 (flexible tubing)：用於連接氮氣供給至裝置。
- (六) 水壓幫浦或油壓幫浦供應氮氣：具有兩段調節器。
- (七) 轉動式流量計：用以監控氮氣流速。
- (八) 天平：能夠秤重至 0.1 mg。

五、試劑

- (一) 本方法所有實驗中須使用試藥級的化學藥品。
- (二) 不含有機物試劑水：方法中所用的不含有機物之試劑水，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) 硫酸，0.01 N：加 2.8 mL 濃硫酸至試劑水中並稀釋至 1 L，取 100 mL 此溶液再稀釋至 1 L 以配製 0.01 N 之硫酸。

- (四) 硫化物標準溶液：溶解4.02g之硫化鈉 ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 於 1 L 試劑水中。此溶液中之硫化氫濃度為 570 mg/L。稀釋此貯存液以涵蓋分析所必需的範圍（100至 570 mg/L）。
- (五) 氫氧化鈉溶液，1.25 N：溶解50g氫氧化鈉於試劑水中並以試劑水稀釋至1 L。
- (六) 氫氧化鈉溶液，0.25 N：以試劑水稀釋 200 mL的 1.25N氫氧化鈉溶液至 1 L。

六、採樣與保存

- (一) 樣品採集時應儘量減少暴露於空氣中，將含或疑似含硫化物之廢棄物樣品，完全裝滿於樣品瓶內，排除所有的瓶端空間，並用塞子塞住。
- (二) 建議硫化物廢棄物樣品應儘快地分析測試。雖然樣品可藉由以強鹼調整其 pH 至 12 並加入醋酸鋅而保存，然而此舉將造成樣品的稀釋，增加其離子強度，並可能會改變樣品的某些理化特性，進而可能影響硫化氫的釋放比率。樣品之儲存應避光冷藏。
- (三) 本實驗測試過程應該在通風的抽風櫃中進行。

七、步驟

- (一) 取50 mL 0.25 N氫氧化鈉溶液至已校正之氣體洗滌瓶中，並以試劑水稀釋至適當體積。
- (二) 封閉系統並使用轉動式流量計調整氫氣流速。流速應為60 mL/min。
- (三) 加入10 g 欲測試之廢棄物至圓底燒瓶中。
- (四) 將氫氣通入，並添加足量之硫酸將燒瓶裝至半滿。開始30分鐘之測試時期。
- (五) 當酸進入圓底燒瓶時開始攪拌。整個測試期間攪拌速度必須保持不變。(註1)
- (六) 經30分鐘之後，關閉氫氣並分開氣體洗滌瓶。以酸可溶性與酸不可溶性硫化物之檢測方法 (NIEA R408.20C) 之第七(四)節開始來測定氣體洗滌瓶中硫化物的量。
- (七) 以下列各步驟代替酸可溶性與酸不可溶性硫化物之檢測方法 (NIEA R408.20C) 之第七(四)2節：在著手進行之前捕集溶液之 pH 值必須調整至2。以 6 N 之鹽酸溶液滴定一小部份的捕集溶液至 pH 值 2 的終點，並據以計算酸化全部氣體洗滌瓶溶液所需要的鹽酸溶液量。將原先取出滴定酸化的一小部份的捕集溶液與所有的酸化氣體洗滌瓶溶液合併。

八、結果處理

使用下列各項參數計算硫化氫的比釋放率：

X = 稀釋氣體洗滌瓶溶液中硫化氫的濃度 (mg/L) (此從酸可溶性與酸不可溶性硫化物之檢測方法(NIEA R408.20C)得到)。

L = 氣體洗滌瓶中溶液之體積 (L)

W = 所用之廢棄物樣品重量 (kg)

S = 測量的時間 (秒) = 停止通氫氣時間 - 開始通氫氣時間

R = 比釋放率 (mg/kg/秒) = $(X \times L) / (W \times S)$

可釋出的硫化氫 (mg/kg) = $R \times S$

九、品質管制

系統之操作可用硫化物標準溶液 (參考五(四) 節) 查核及確認。使用標準溶液當做樣品執行操作步驟，並測定回收百分率。基於實驗室已往的數據以評估標準品回收率。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Chapter Seven “Introduction and Regulatory Definitions”, Sec.7.3.4.2 “Test Method to Determine Hydrogen Sulfide Released from Wastes”. Revision 2, September 1994.
- (二) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 9030A “Acid-Soluble And Acid-Insoluble Sulfide”. Revision 1. July 1992.
- (三) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Chapter One “Quality Control”. Revision 1. July 1992.

註1：攪拌速度不應太快以避免造成漩渦。

廢棄物中可釋出之硫化氫的檢測裝置圖

