

合成降水溶出程序

中華民國 103 年 4 月 29 日環署檢字第 1030034601 號公告

自中華民國 103 年 6 月 15 日生效

NIEA M205.10C

一、方法概要

合成降水溶出程序 (Synthetic precipitation leaching procedure, 以下簡稱 SPLP) 用來評估特定污染場址土壤、廢棄物及液態樣品受降水對於待測物溶出性或移動性之影響。若樣品經總量分析顯示其中不含待測物或待測物之濃度低於容許基準值, 則不必操作本溶出程序; 操作步驟中任一部分萃出液任一待測物之濃度高於此基準值, 或以瓶式萃取所得之任一揮發性成分濃度高於此基準值時, 則不需繼續進行其他萃取步驟或萃出液分析 (註 1)。

二、適用範圍

本溶出程序適用於測試土壤、廢棄物及液態樣品受降水影響對有機、無機待測物之移動性 (Mobility)。

三、干擾

略。

四、設備及材料

(一) 旋轉裝置：如圖一，此裝置必須能以每分鐘 30 ± 2 次之旋轉頻率上下翻轉萃取容器，適合使用之旋轉裝置如表一。

(二) 萃取容器

1. 零空間萃取容器 (Zero-headspace extraction vessel, 以下簡稱 ZHE)：如圖二，欲進行樣品中揮發性成分 (如表二所列) 之溶出試驗時，應使用此種萃取容器。在此萃取容器中可使固、液相有效分離並排除剩餘空間，不需打開此裝置即可進行樣品的初步固、液相分離及萃取後之萃取液過濾。此裝置應具有內容積 500~600 mL 及能裝置直徑 90~110 mm 濾紙，裝置中的 O 型環須常更換；內含之活塞必須在壓力 15 psi 或以下即可推動，否則需更換 O 型環或經修復後再行使用，適合使用之零空間萃取容器如表三。

每次萃取後，須檢查萃取容器之密閉情形。若容器本身裝有壓力錶，則加壓至 50 psi，靜置一小時後檢查壓力；若未裝有壓力錶，則加壓至 50 psi 後放入水中，觀察有無氣泡產生。若發現漏氣現象則檢查萃取容器並更換 O 型環，直至測試無漏氣現象，方可使用。

2. 瓶式萃取容器 (Bottle extraction vessel)：欲測試樣品中非揮發性成分時，需使用足以容納樣品及萃取液之瓶罐。依待測物與樣品性質選用萃取瓶材質。玻璃或鐵氟龍 (PTFE) 等之製品皆可用於有機或無機成分之溶出試驗。高密度聚乙烯 (HDPE)、聚丙烯 (PP) 或聚氯乙烯 (PVC) 之製品僅可用於金屬成分之溶出試驗；若使用玻璃製品，則建議使用硼矽玻璃為佳。

(三) 過濾裝置 (過濾宜在煙櫥中進行)

1. ZHE：欲測試樣品中揮發性成分時，使用此種容器過濾，其必須能使用玻璃纖維濾紙，並能承受過濾所需的壓力 (50 psi) (註 2)。
2. 過濾器：測試非揮發性成分時，不論簡單真空單元或複雜的系統，需使用能支撐玻璃纖維濾紙且能承受過濾所需壓力 (達 50 psi 或以上) 之過濾器。過濾器的型式依待過濾物性質而定。過濾器之內容積至少為 300 mL，最小能放置直徑 47 mm 之濾紙 (使用內容積為 1.5 L 以上者，建議使用直徑 142 mm 之濾紙)。真空過濾單元只能用於固體含量少於 10% 之顆粒狀樣品和含液相之大顆粒樣品，否則應使用正壓過濾單元。適合使用之過濾器如表四。
3. 過濾裝置之材質應為惰性且不溶出或吸附待測物。玻璃、鐵氟龍或 Type 316 不銹鋼等之製品皆可用於有機或無機成分之溶出試驗。高密度聚乙烯、聚丙烯或聚氯乙烯之製品僅可用於金屬成分之溶出試驗；若使用玻璃製品，則以硼矽玻璃較佳。

(四) 濾紙

應使用硼矽玻璃纖維製且不含粘合劑之濾紙，其有效孔徑在 0.6 ~ 0.8 μm 之間。不可使用前置濾紙 (Prefilter)。當進行金屬

成分之溶出試驗時，應先用 1 N 硝酸淋洗，再以試劑水淋洗三次（每次淋洗至少應使用 1 L 之試劑水），即使不足用來分析萃出液中重金屬含量時，所有使用於非揮發性樣品萃取的濾紙亦可以酸進行淋洗。玻璃纖維濾紙易碎，應小心使用。適合使用之濾紙如表五。

- (五) pH 計：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。
- (六) ZHE 萃出液收集裝置：使用泰勒 (TEDLAR[®]) 袋或以玻璃、不銹鋼、鐵氟龍製之氣密式注射器 (Syringe)，以收集濾液或萃出液，或用以混和濾液及萃出液。不同情形的使用方式建議如下：
1. 若樣品含有水溶液相，或樣品之非水溶液液相含量不顯著（即少於總量之 1%），則應使用泰勒袋或 600 mL 注射器，收集或混合濾液及萃出液。
 2. 若樣品含有顯著的非水溶液之液相（即含量大於總量之 1%），則可任選泰勒袋或注射器來收集濾液及最終萃出液，但只能二者擇一，不可同時使用。
 3. 若樣品不含最初的液相（即 100% 固體）或固相的量不顯著（即 100% 液體），則泰勒袋或注射器皆可使用。但若使用注射器，應棄置最初收集之 5 mL 液體，其餘方可作為分析用。
- (七) ZHE 萃取液傳送裝置：任何可以傳送萃取液而不改變其性質之裝置皆可（如正推量或蠕動泵浦、氣密式注射器、加壓過濾器或其他零空間萃取的裝置）。
- (八) 天平：可精秤至 0.01 g 者。
- (九) 烘箱：能控制溫度在 $100 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 者。
- (十) 燒杯或錐形瓶：玻璃製，500 mL。
- (十一) 錶玻璃：具適當直徑可蓋住燒杯或錐形瓶。
- (十二) 磁攪拌器。
- (十三) 粉碎機：使用適當之粉碎機，可將樣品減積至本方法之需求

者。

五、試劑

所有測試中所用的藥品純度必須至少為試藥級。

(一) 試劑水

1. 一般試劑水：適用於重金屬及一般檢測分析。通常將自來水先經過初濾及去離子樹脂處理，再經全套玻璃蒸餾器處理或逆滲透膜處理，以避免蒸餾器或滲透膜污染。一般試劑水之規格詳如註 3。
2. 不含有機物試劑水：適用於有機物分析檢測用。一般指試劑水中干擾物之濃度低於有機物分析檢測方法中待測物之偵測極限。可將自來水經由活性碳吸附床過濾，或可由純水製造系統製造。
3. 不含揮發性有機物試劑水：適用於揮發性物質分析用之不含有機物試劑水。可將上述之試劑水煮沸 15 分鐘後，將水溫保持在 $90 \pm 5^\circ\text{C}$ ，同時通入惰性氣體於水中 1 小時，趁熱裝入密封容器內放冷備用。

(二) 硫酸/硝酸溶液 ($\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$)：小心混合 60 g (約 32.6 mL) 濃硫酸及 40 g (約 28.2 mL) 濃硝酸，如有需要時可進行適當稀釋，以方便萃取液配製時調整 pH 值使用。

(三) 萃取液 (註 4)

1. 萃取液 A：以硫酸/硝酸溶液加入試劑水中調整至 pH 值為 4.20 ± 0.05 。
2. 萃取液 B：以硫酸/硝酸溶液加入試劑水中調整至 pH 值為 5.00 ± 0.05 。
3. 萃取液 C：使用試劑水作為萃取液。

六、採樣與保存

(一) 樣品之採集應依據「土壤採樣方法 NIEA S102」或「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」，採集之樣品重量應足以進行初步評

估、萃取或品質管制所需的重複測試、添加測試；若進行揮發性成分萃取，則須另取一份原樣品。

- (二) 勿添加保存劑於樣品。
- (三) 樣品應冷藏，除非冷藏會造成樣品產生不可逆的變化，若產生沈澱，則應將整個樣品（包括沈澱）一併萃取。
- (四) 欲測定樣品中之揮發性成分時，須特別注意樣品保存以減少其揮發漏失（如樣品應以瓶蓋內襯鐵氟龍墊片的樣品瓶收集、減少瓶頂空間，並保存於 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，在萃取前方能打開。）；若可能，在樣品採樣時就應進行減小固體顆粒之工作。
- (五) 欲測定萃出液中之重金屬時，需先以少量萃出液加硝酸測試是否沈澱，除非會產生沈澱（若產生沈澱，見「七、步驟（二）8（1）」處理），否則進行重金屬分析之萃出液須以硝酸酸化至 $\text{pH} < 2$ ；進行有機物分析之萃出液應避免接觸大氣以減少損失。其他待測物的保存詳見各分析方法之規定。
- (六) 操作 SPLP 樣品須遵循以下之保存時間：

樣品最長保存時間（天）				
	自採樣到SPLP萃取	自SPLP萃取出到製備萃取出	自製備萃取出到上機分析	總保存時間
揮發性成分	14	（不適用）	14	28
半揮發性成分	14	7	40	61
汞	28	（不適用）	28	56
其他重金屬	180	（不適用）	180	360

註：製備萃取出係指檢測半揮發性成分時，萃出液之有機溶劑萃取出時程。

七、步驟

操作流程如圖三。

（一）初步評估

1. 固體含量測定：固體含量之定義為施加壓力亦無法滴出液體

之固體，其佔總樣品量之百分比。

- (1) 若樣品為固體，或經加壓力過濾顯然無法產生液體時，逕行依七、步驟（一）3. 決定樣品是否需要減小顆粒大小。
- (2) 若樣品為液態或多層固液相，則需使用過濾裝置（四、設備及材料（三）），依下述將固液相分離。
- (3) 秤取濾紙及濾液收集容器之重量。
- (4) 依照過濾器製造商之說明，組裝過濾器及濾紙。
- (5) 秤取至少 100 g 之樣品，並記錄重量。
- (6) 靜置使泥狀物的固相沈降，若沈降緩慢可使用離心泵浦協助固液分離，並於傾倒離心液後，將固體部分至入過濾裝置，進行過濾。
- (7) 若樣品於過濾中，在 4°C 下之液體濾出量少於室溫時，則須回復至室溫後才過濾。將樣品平鋪於過濾器濾紙表面（若樣品殘留在原稱重容器內之量大於 1%，則應秤取殘留物之重量，並於樣品記錄重量中扣除之）。緩慢施以真空或輕微加壓（1~10 psi），直至空氣或加壓氣體通過濾紙。若在 10 psi 下仍未達上述情況，或在連續二分鐘內無濾液通過，則以每 10 psi 之間隔緩慢加壓（每增加壓力 10 psi 時，若加壓氣體無法通過濾紙或在連續二分鐘內無濾液通過，則繼續增加壓力直至 50 psi），繼續過濾直至加壓氣體通過濾紙或壓力達 50 psi，而在連續二分鐘內無濾液流出，即停止過濾（註 5）。
- (8) 殘留在濾紙上之物質即定義為樣品之固相，濾液則定義為樣品之液相（註 6）。液相重為濾瓶總重減去容器重，固相重為樣品重減去液相重，記錄液相重及固相重。固體含量百分比依下式計算：

$$\text{固體含量百分比} = (\text{固相重量} / \text{廢棄物總重量}) \times 100\%$$

2. 決定樣品是否為液體或不含顯著量固體

若固體含量大於或等於 0.5%，則逕行依七、步驟（一）3. 決定樣品是否需要減小顆粒步驟處理。

若固體含量小於 0.5%，則逕行將濾液視同為萃出液作處理。如需測定揮發性有機待測物時，應使用 ZHE 進行過濾。

若預知濾液因受濾紙吸收而足以影響固體含量判斷，則依下述步驟進行。

- (1) 將固體含量測定之濾紙及其上之固相置於 $100 \pm 20^{\circ}\text{C}$ 之烘箱至恆重（註 7）（連續二次稱重之差異小於 1%），依下式計算乾固體含量：

$$\text{乾固體含量百分比} = \left[\frac{\text{經乾燥後之固體及濾紙重量} - \text{濾紙重量}}{\text{樣品總重量}} \right] \times 100\%$$

- (2) 若乾固體含量小於 0.5%，經過濾後得之濾液視為萃出液逕行移作待測成分之測試。若乾固體含量大於或等於 0.5%，並欲測試非揮發性成分，則另取一份具代表性樣品，依七、步驟（一）1. 過濾得到固相再決定是否需減小固體顆粒。

3. 決定樣品是否需要減小顆粒大小

若固體每克之表面積大於或等於 3.1 cm^2 或可通過 9.5 mm 之標準篩網，則不需要減小顆粒，逕行至萃取液選擇步驟；否則應先壓碎、切割或磨細（必要時可使用粉碎機），使其能通過 9.5 mm 之標準篩網（註 8）。如果要執行揮發性有機物成分萃取時，則須遵守一些特殊規定事項，如七、步驟（三）5.。

4. 決定適當之萃取液

若乾固體含量大於或等於 0.5%，且欲測試非揮發性成分，則依下述步驟決定萃取液。

- (1) 廢棄物樣品，使用萃取液 A。
- (2) 土壤樣品，使用萃取液 B。

- (3) 含氰化物之廢棄物或土壤樣品，使用萃取液 C。因為在酸性條件下，含氰化合物在萃取過程中可能會產生有毒氰化氫 (HCN) 氣體。

(二) 半/非揮發性成分之萃取

1. 秤取至少 100 g 之樣品，記錄其重量 (註 9)。若單次 SPLP 萃出液的量不敷分析用，則需秤取較大樣品量進行萃取，或合併多次萃取之萃出液待分析。
2. 若樣品為液體或為多層相，依七、步驟 (一) 1. 固體含量測定步驟，將固液相分離，滯留在濾紙上之物質為固相 (若樣品之乾固體含量 $< 0.5\%$ ，則棄置此固相，其濾液即定義為 SPLP 萃出液)。濾液為液相 (若樣品屬「註 6」之情形，則只能使用同一張濾紙，不能更換濾紙)。秤量液相之重，此濾液即可分析或儲存於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 待分析，記錄其 pH 值。
3. 若樣品為固體 (即在壓力過濾下，明顯無濾液流出)，則視需要減小固體顆粒後，逕行依下述步驟操作。若樣品為多層相而其乾固體含量 $\geq 0.5\%$ ，依七、步驟 (一) 1. 固體含量測定步驟後，視需要減少固體顆粒，將樣品之固相與濾紙一併置於萃取容器中。
4. 依下式計算萃取液之用量：

$$\text{萃取液重量} = 20 \times \text{固體含量百分比} \times \text{樣品重量}$$

5. 萃取

於萃取容器中，緩慢加入已決定之萃取液，旋緊容器瓶蓋，置於旋轉裝置，以每分鐘 30 ± 2 之轉速旋轉 18 ± 2 小時，室溫維持在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ (在萃取過程中，有些樣品會產生氣體，必須連續每隔 15 分、30 分或 1 小時，打開瓶蓋釋放氣體)。

6. 萃取完成後，使用新的玻璃纖維濾紙過濾 (依七、步驟 (一) 1. 固體含量測定步驟)，分離固相及液相，並收集濾液。如有需要可更換濾紙，欲分析重金屬之濾紙需先以硝酸淋洗後才可使用。

7. 萃出液之處理

- (1) 若最初之樣品不含液相，則萃取後之濾液，即為 SPLP 萃出液，記錄其 pH 值。
- (2) 若最初之樣品含有液相，當液相的濾液與萃出液相容時（即混合時不會產生分層現象），則將濾液與萃出液混合後視為 SPLP 萃出液，記錄其 pH 值。
- (3) 若最初之樣品含有液相，當液相的濾液與萃出液不相容時，則兩者皆視為 SPLP 萃出液，記錄其 pH 值，並依七、步驟（二）9. 個別分析後，將結果以體積權重計算平均濃度，得待測物之濃度。

8. 萃出液之保存分析

- (1) 萃出液在檢測金屬時須以硝酸酸化，使其 pH < 2，惟需先以少量萃出液加硝酸測試，如發現沈澱，則其餘萃出液不應酸化，應儘速分析。
 - (2) 除非消化會導致金屬待測物的損失，否則進行金屬分析前須進行酸消化。
 - (3) 其他萃出液未能立即分析時，皆須於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 下保存。
9. 若液相及萃出液個別進行分析（註 10），則依下式體積權重的平均值作為檢驗值。

$$\text{最終待測物濃度} = (V_1C_1 + V_2C_2)/(V_1 + V_2)$$

V_1 ：液相之體積 (L)

C_1 ：液相所測得之濃度 (mg/L)

V_2 ：固相萃出液之體積 (L)

C_2 ：固相萃出液所測得之濃度 (mg/L)

(三) 揮發性成分之萃取

萃取樣品中之揮發性成分（如表一）才使用 ZHE，此萃出液不

能作為非揮發性待測物移動性之評估。

ZHE 之內容積雖為 500 mL，但由於需添加 20 倍固體量之萃取液進行萃取，故最多只能容納 25 g 之固體。將樣品一次裝入萃取容器中，不能重複填裝，直至萃取完成後，方可開啟萃取容器。在操作過程中，儘可能減少樣品所含之液體以及萃取液與大氣接觸之時間，且應趁樣品為冰冷狀態（ $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）下操作，以減少揮發之損失。

1. 選擇適當之萃出液收集裝置（參見四、設備及材料（六））。預秤濾液收集裝置，置於一旁。如果使用泰勒袋，將ZHE裝置中所有樣品，不論是液相或固相，皆放入泰勒袋中。
2. 將活塞置入 ZHE 中（可用萃取液潤濕活塞之 O 型環，以方便活塞之使用），調整活塞之高度，以縮短活塞因萃取容器承裝樣品後所需移動之距離，旋緊氣體進出法蘭（flange）（底部之法蘭），在篩網架上裝置濾紙，置於一旁。
3. 若樣品僅含固體，秤取約 25 g 之固體，記錄重量。
4. 若樣品之乾固體含量 $< 0.5\%$ ，取足量之樣品過濾，棄置固相，使濾液足夠作所有揮發成分之分析。

若樣品之乾固體含量 $\geq 0.5\%$ ，由固體含量測定計算得到之固體含量百分比，推算最適當之樣品量。

- (1) 通常若樣品之固體含量 $< 5\%$ ，秤取約 500 g 之樣品並記錄重量。
- (2) 若樣品之固體含量 $\geq 5\%$ ，依下式計算待取之樣品量，然後秤取樣品並記錄重量。

$$\text{樣品量} = 25 / \text{固體含量百分比}$$

5. 若需要減小固體顆粒，則儘可能先將固體及切割用之工具冷藏至 4°C ，再進行壓碎、切割或磨細的工作。過程中應儘可能減少與大氣接觸之時間，並不得產生熱量，固體顆粒不必過篩以免揮發物質損失，可使用刻度尺（Graduated ruler）替代篩網。

6. 快速將全量之樣品置入 ZHE 中（包含液相及固體部分）（註 11），將濾紙及過濾架置於 ZHE 之頂部法蘭，於容器上旋緊頂部法蘭。將各部分轉緊，以垂直方式放置（氣體進出閥之法蘭在底部）。若樣品殘留在原盛裝容器內之量大於 1%，則應秤其重量並於七、步驟（三）之樣品量扣除之。
7. 開啟頂部之液體進出閥，將 ZHE 底部法蘭之氣體進出閥與氣體管線連接，輕緩施以壓力 1~10 psi（視需要增加壓力），將萃取容器中之氣體緩慢推出並排入煙櫥中。當液體開始從液體進出閥流出時，迅速關閉閥門，並中斷壓力。若樣品僅為固體，緩慢加壓直至 50 psi 以推出頂空間，關閉閥門，並逕行至七、步驟（三）10 操作。
8. 將預秤且已排空氣體之濾液收集裝置與液體進出閥連接，打開閥門，緩慢施以 1~10 psi 之壓力以推動液相進入收集裝置。若連續二分鐘無液體流出，則每次增加 10 psi 之壓力，如此加壓直至 50 psi，經過二分鐘而無液體流出時，即停止過濾。關閉閥門，停止加壓，並將濾液收集裝置移開。（註 5）
9. 殘留在 ZHE 中之物質，定義為固體（註 6），濾液定義為液相。若樣品之乾固體含量 < 0.5%，棄置固體，濾液即為 SPLP 萃出液；否則將固體部分依七、步驟（三）11. 進行萃取。濾液立即分析或貯存於 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ （容器儘量裝滿，減少上部空間）待分析。
10. 將殘留在 ZHE 中之固體使用萃取液 C 進行萃取，萃取液之使用量依下式計算：

$$\text{萃取液重量} = 20 \times \text{固體含量百分比} \times \text{樣品重量}$$

11. 固體之萃取

- (1) 垂直擺放 ZHE，以管線連接萃取液貯存器至液體進出閥，管線需以萃取液溶預洗並以萃取溶液充滿。開啟氣體進出閥釋放活塞上之壓力，關閉閥門；開啟液體進出閥，導入適量之萃取液，然後關閉閥門。拆除溶液導入管線，檢查萃取容器之閥門均為關閉狀態。

- (2) 手動上下翻轉萃取容器二、三次，再將萃取容器垂直擺正，視需要於活塞上施以 5~10 psi 之壓力，緩慢開啟液體進出閥，以釋放萃取容器中因加入萃取液時殘留之氣體，並排入煙櫥。俟液體開始流出，立刻關閉閥門，並停止加壓。對萃取容器再加壓（5~10 psi）一次，以檢查萃取容器之各部分是否均為密閉。
 - (3) 將萃取容器置於旋轉裝置上，以每分鐘 30 ± 2 次之頻率，旋轉 18 ± 2 小時，室溫維持在 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
12. 完成萃取後，迅速開啟並關閉氣體進出閥門，觀察是否有壓力損失或氣體逸出，若壓力降低或無氣體逸出，表示有漏氣的現象，需另取一份樣品，重行萃取之；否則即將萃取容器中之固、液相直接分離（註 2）。液相若與七、步驟（三）8 之濾液相容，則合併收集之；若不相容或收集初始液相的容器其容積已不足，則分別收集之。若使用泰勒袋、萃出液為多層相、或樣品含有初始液相，則所有萃出液皆須過濾及收集。

13. 萃出液之處理

- (1) 若最初之樣品不含液相，則萃取後之濾液，即為 SPLP 萃出液。
 - (2) 若最初之樣品含有液相，當固體萃取的萃出液與七、步驟（三）8 之濾液相容，混合後視為 SPLP 萃出液。
 - (3) 若最初之樣品含有液相，當固體萃取的萃出液與七、步驟（三）8 之濾液不相容時，則皆為 SPLP 萃出液。
14. 收集之液體可立即分析（註 10）或貯存於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ （容器儘量裝滿，減少上部空間）待分析。若樣品需個別量測萃出液濃度時（如萃出液與濾液不相容），則量測個別體積（精確至 $\pm 0.5\%$ ），依下式體積權重的平均值作為檢驗值。

$$\text{最終待測物濃度} = (V_1 C_1 + V_2 C_2) / (V_1 + V_2)$$

V_1 ：液相之體積（L）

C_1 ：液相所測得之濃度（mg/L）

V_2 ：固相萃出液之體積 (L)

C_2 ：固相萃出液所測得之濃度 (mg/L)

八、結果處理

已敘述於七、步驟 (二) 9. 項及七、步驟 (三) 14. 項中。

九、品質管制

- (一) 同一萃取容器每使用 20 次，必須以與樣品相同的萃取液至少作一次萃取程序，以檢查容器是否受到污染。
- (二) 除非分析結果已超過管制標準且只用於表示其已超過標準，否則不同型態的樣品（如廢水處理污泥與受污染土壤等）應分別進行基質添加。每一分析批次至少需執行一個基質添加分析。基質添加時機為 SPLP 萃出液過濾後，不應在樣品萃取前添加。
- (三) 量測萃出液中重金屬含量在下述情況時，應使用標準添加法測定待測物。
 1. 萃出液中金屬待測物之基質添加回收率小於 50%，且其濃度未超過管制標準，且待測物之測定濃度為管制標準之 80% 以上。
 2. 標準添加方式為：
 - (1) 標準添加係針對每一金屬污染物進行內部校正定量。
 - (2) 標準添加方法係將標準品添加於樣品基質中，而非添於試劑水或空白溶液中。準備四份相同的溶液分樣，保留一份不作添加，並對其中三個分樣添加已知量的標準品，此三者較理想的添加量分別為預期樣品濃度的 50%、100%、及 150%。加入試劑水或空白溶液使四個分樣的最終體積維持相同，及視需要加以稀釋，使其訊號能落入分析儀器的線性範圍內。
 - (3) 濃度計算：由以下方法擇一進行。
 - a. 以儀器訊號或外部校正計算濃度 (y-軸) 對標準添加

的濃度 (x-軸) 作圖或線性迴歸，x-軸的截距即為未添加溶液的濃度。

- b. 將標準添加的儀器訊號或外部校正計算濃度扣除未添加溶液的結果，依前方法作圖或迴歸，以此內部校正曲線當作外部校正曲線，計算未添加溶液的濃度。

十、精密度與準確度

- (一) 半揮發性物質及重金屬之精密度：用來分析美國西部土壤之半揮發性物質及重金屬溶出試驗，結果如表六。分析的化合物及元素其回收率相對標準偏差 (RSDs) 為中度，顯示從土壤中溶出的污染物濃度為具有再現性。
- (二) 揮發性物質之精密度：將三種不同土壤進行揮發性物質添加及萃取試驗，1 號土壤來自美國西部超級基金 (Superfund) 場址，2 號及 3 號土壤則是來自某一有機質含量較低之美國西部土壤和兩種不同都市地區污泥之混合物。結果顯示，如表七，2 號及 3 號土壤溶出試驗重複測試之精密度較超級基金場址的樣品為低。

十一、參考資料

U.S. EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical/Chemical Methods. SW-846, Method 1312, 1994.

註 1：液相廢棄物總量分析值 (mg/kg) 逕與容許基準值 (mg/L) 比較；固相廢棄物部分則與容許基準值之 20 倍比較。低於此容許基準值之樣品經過溶出程序所得萃出液亦將低於溶出標準。

註 2：若懷疑玻璃纖維濾紙已破裂，可利用管線上的玻璃纖維濾紙過濾 ZHE 中的物質。

註 3：一般試劑水規格 (資料來源 ASTM D1193 Type II)

導電度：最大值 1.0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ at 25 °C

比電阻：最小值 1.0 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ at 25 °C

pH 值：未規範

TOC：最大值 50 µg/L

鈉 (Na)：最大值 5 µg/L

氯離子：最大值 5 µg/L

總矽鹽：最大值 3 µg/L

註 4：應經常檢查萃取液是否有不純物造成干擾，若發現有不純物或 pH 值不符上述規範，則應重新配製。

註 5：瞬間施以高壓，可能導致玻璃纖維濾紙破裂及提早阻塞。

註 6：某些油類或漆類物質之廢棄物，明顯含有似液體的物質，但即使施以壓力亦無法過濾，此類物質亦定義為固體，並進行固體的 SPLP 萃取。過濾時僅能使用同一張濾紙，不可因無法過濾而更換新的濾紙。

註 7：須注意加熱過程若有閃火危險，建議烘箱排氣應引導至煙櫥或適當裝置中。

註 8：過篩步驟可視情況需要執行，如果需要執行過篩，應使用表面鍍鐵氟龍材質的篩網以避免污染樣品。表面積之定義係適用於纖維性物質（如紙張、衣物等），此處不建議作表面積之測定。如果遇到明顯不符合此標準的物質時，則須建立量測此特定物質表面積的方法。

註 9：不論初始液相是否會與固相的萃出液相容，或不論待分析成分為無機物、半揮發性有機物、殺蟲劑及殺草劑等，皆需依樣品之固體含量秤取樣品量。若樣品為固體，則秤取 100 g。若樣品為液體或多層相，其乾固體含量 < 0.5%，則需秤取足夠之樣品，使其於固液相分離後所得之濾液，足敷分析用量；其乾固體含量 > 0.5%，由七、步驟（一）1. 測得之固體含量，決定需要之樣品量，樣品量應能產生足夠之萃出液供分析用。

註 10：液相樣品（視為萃出液）測定其中之揮發性及半揮發性有機物時，其樣品檢測方法請參考 NIEA M711、M731 或其他合適方法。

註 11：泥狀樣品不需靜置使固相沈降，過濾前亦不得使用離心。

註 12：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環保署最新公告者為準。

表一 適合使用之旋轉裝置

公 司	型 號	萃取容器數
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	DC 20 S DC 20 DC 20 B	4 支 8 支 12 支
Associated Design and Manufacturing Company	3740-2 3740-4 3740-6 3740-8 3740-12 3740-24	2 支 4 支 6 支 8 支 12 支 24 支
Environmental Machine and Design, Inc.	08-00-00 04-00-00	8 支 4 支
IRA Machine Shop and Laboratory	011001	8 支
Lars Lande Manufacturing	10VRE 5VRE	10 支 5 支
Millipore Corp.	YT310RAHW	4 ZHE 或 4 支 1 升 萃取瓶

註：任何可使萃取容器以 30 ± 2 rpm 上下翻轉者，皆可適用。

表二 揮發性待測物 (註)

化 合 物	CAS No.
丙酮 Acetone	67-64-1
苯 Benzene	71-43-2
正丁醇 n-Butyl alcohol	71-36-3
二硫化碳 Carbon disulfide	75-15-0
四氯化碳 Carbon tetrachloride	56-23-5
氯苯 Chlorobenzene	108-90-7
氯仿 Chloroform	67-66-3
1,2-二氯乙烷 1,2-Dichloroethane	107-06-2
1,1-二氯乙烯 1,1-Dichloroethylene	75-35-4
乙酸乙酯 Ethyl acetate	141-78-6
乙苯 Ethyl benzene	100-41-4
二乙醚 Ethyl ether	60-29-7
異丁醇 Isobutanol	78-83-1
甲醇 Methanol	67-56-1
二氯甲烷 Methylene chloride	75-09-2
甲基乙基酮 Methyl ethyl ketone	78-93-3
甲基異丁基酮 Methyl isobutyl ketone	108-10-1
四氯乙烯 Tetrachloroethylene	127-18-4
甲苯 Toluene	108-88-3
1,1,1-三氯乙烷 1,1,1-Trichloroethane	71-55-6
三氯乙烯 Trichloroethylene	79-01-6
三氯氟甲烷 Trichlorofluoromethane	75-69-4
1,1,2-三氯1,2,2-三氟乙烷 1,1,2-Trichloro-1,2,2-trifluoroethane	76-13-1
氯乙烯 Vinyl chloride	75-01-4
二甲苯 Xylene	1330-20-7

註：檢測表列中的化合物須使用零空間萃取容器。

表三 適合使用之 ZHE 萃取器 (註 1)

公 司	型 號
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	C102 機械壓力裝置
Associated Design and Manufacturing Company	3745 - ZHE 氣體壓力裝置
Lars Lande Manufacturing ^(註2)	ZHE - 11 氣體壓力裝置
Millipore Corp.	YT30090HW 氣體壓力裝置
Environmental Machine and Design, Inc.	VOLA-TOX1 氣體壓力裝置

註 1：任何符合本方法中對 ZHE 萃取器規範的規格者，皆可適用。

註 2：本裝置使用 110 mm 過濾器。

表四 適合使用之過濾器

公 司	型 號	尺寸(mm)
Nucleopore Corporation	425910	142
	410400	47
Micro Filtration Systems	302400	142
	311400	47
Millipore Corporation.	YT30142HW	142
	XX1004700	47

註：任何符合本方法中對過濾器規範的規格者，只要其與廢棄物及待分析的成分之化學性可相容者皆可適用。若只分析無機待測物，可使用塑膠裝置（未列在表中）。建議使用 142 mm 過濾器。

表五 適合使用之濾紙

公 司	型 號	孔徑 (μm)
Millipore Corporation	AP40	0.7
Nucleopore Corporation	211625	0.7
Whatman Laboratory Products, Inc.	GFF	0.7
Micro Filtration Systems	GF75	0.7

註：任何符合本方法中對濾紙規範的規格者，皆可適用。

表六 半揮發性物質及重金屬之精密度

半揮發性物質	添加量 (μg)	美國西部土壤	
		回收量* (μg)	相對標準偏差 (%)
Bis(2-chloroethyl)-ether	1040	616	14.2
2-Chlorophenol	1620	525	54.9
1,4-Dichlorobebzene	2000	272	34.6
1,2-Dichlorobebzene	8920	1520	28.4
2-Methyphenol	3940	1130	32.6
Nitrobenzene	1010	457	21.3
2,4-Dimethylphenol	1460	18	87.6
Hexachlorobutadiene	6300	280	22.8
Acenaphthene	3640	310**	7.7
2,4-Dinitrophenol	1300	23**	15.7
2,4-Dinitrotoluene	1900	585	54.4
Hexachlorobenzene	1840	10	173.2
gamma BHC (Lindane)	7440	1240	55.2
beta BHC	640	65.3	51.7
重金屬			
Lead	5000	10	51.7
Cadmium	1000	91	71.3

註：* 為 3 重複分析；

** 為 2 重複分析，其中一值依 Dixon Q test 之 90% 信賴區間視為偏離值而排除。

表七 揮發性物質之精密度

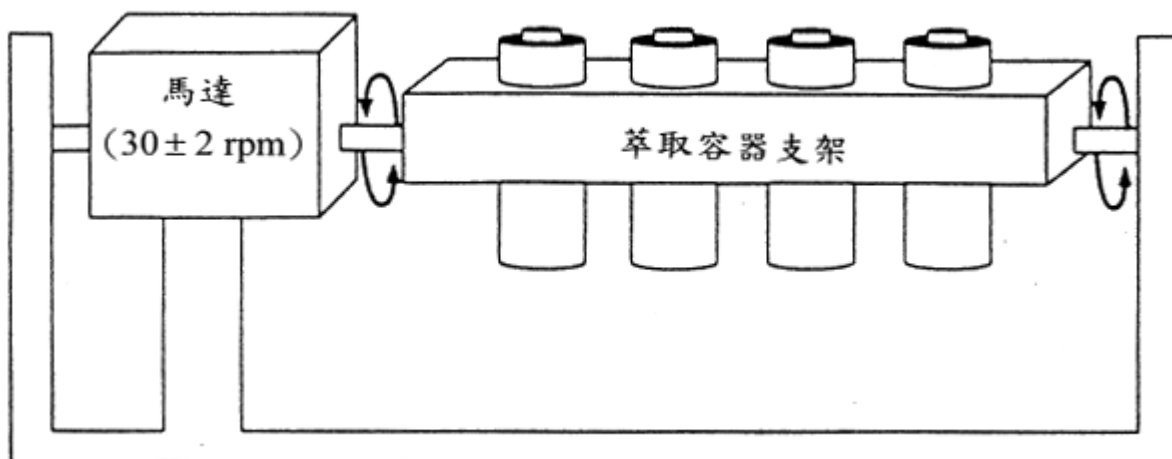
樣品名稱	1 號土壤 (美國西部土壤)		2 號土壤 (美國西部土壤+污泥)		3 號土壤 (美國西部土壤+污泥)	
	平均回收率* (%)	相對標準偏差 (%)	平均回收率** (%)	相對標準偏差 (%)	平均回收率*** (%)	相對標準偏差 (%)
Acetone	44.0	12.4	116.0	11.5	21.3	71.4
Acrylonitrile	52.5	68.4	49.3	44.9	51.8	4.6
Benzene	47.8	8.29	49.8	36.7	33.4	41.1
n-Butyl alcohol (1-Butanol)	55.5	2.91	65.5	37.2	73.0	13.9
Carbon disulfide	21.4	16.4	36.5	51.5	21.3	31.5
Carbon tetrachloride	40.6	18.6	36.2	41.4	24.0	34.0
Chlorobenzene	64.4	6.76	44.2	32.0	33.0	24.9
Chloroform	61.3	8.04	61.8	29.1	45.8	38.6
1,2-Dichloroethane	73.4	4.59	58.3	33.3	41.2	37.8
1,1-Dichloroethane	31.4	14.5	32.0	54.4	16.8	26.4
Ethyl acetate	76.4	9.65	23.0	119.8	11.0	115.5
Ethylbenzene	56.2	9.22	37.5	36.1	27.2	28.6
Ethyl ether	48.0	16.4	37.3	31.2	42.0	17.6
Isobutanol (4-Methyl-1-propanol)	0.0	ND	61.8	37.7	76.0	12.2
Methylene chloride	47.5	30.3	52.0	37.4	37.3	16.6
Methyl ethyl ketone (2-Butanone)	56.7	5.94	73.7	31.3	40.6	39.0

Methyl isobutyl ketone	81.1	10.3	58.3	32.6	39.8	40.3
1,1,1,2-Tetrachloroethane	69.0	6.73	50.8	31.5	36.8	23.8
1,1,2,2-Tetrachloroethane	85.3	7.04	64.0	25.7	53.6	15.8
Tetrachloroethene	45.1	12.7	26.2	44.0	18.6	24.2
Toluene	59.2	8.06	45.7	35.2	31.4	37.2
1,1,1-Trichloroethane	47.2	16.0	40.7	40.6	26.2	38.8
1,1,2-Trichloroethane	76.2	5.72	61.7	28.0	46.4	25.4
Trichloroethene	54.5	11.1	38.8	40.9	25.6	34.1
Trichloro-fluoromethane	20.7	24.5	28.5	34.0	19.8	33.9
1,1,2-Trichloro-trifluoroethane	18.1	26.7	21.5	67.8	15.3	24.8
Vinyl chloride	10.2	20.3	25.0	61.0	11.8	25.4

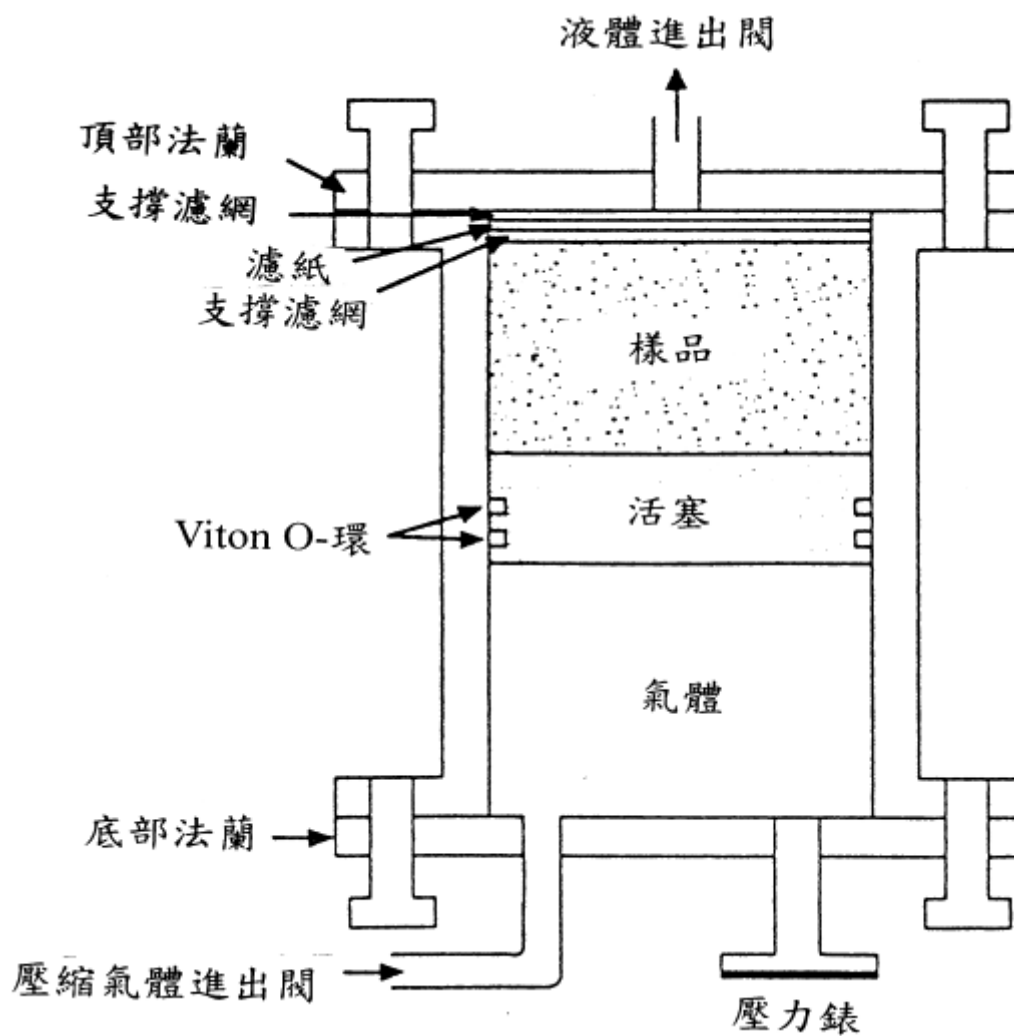
註： * 為 3 重複分析；

** 為 6 重複分析；

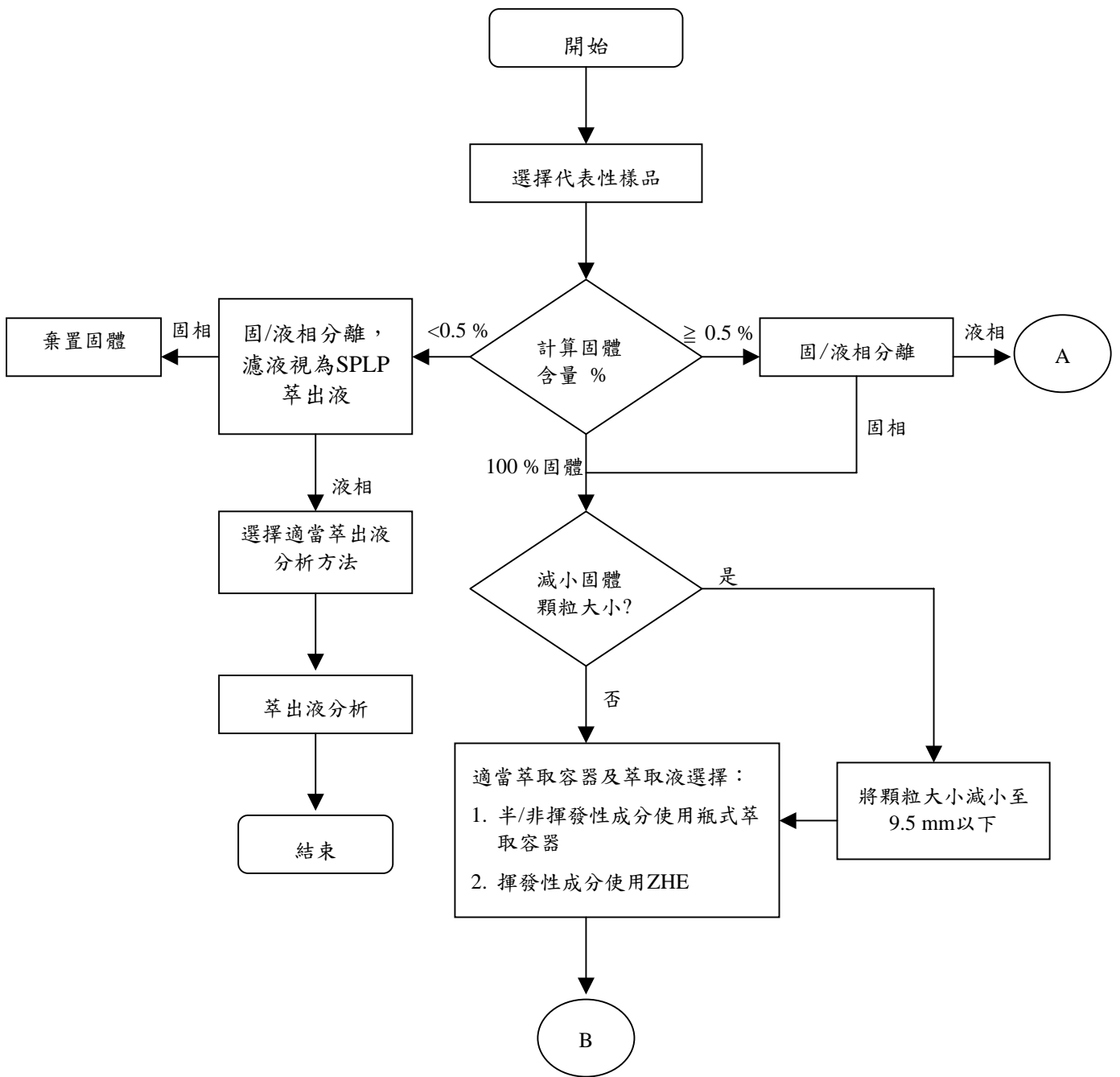
*** 為 5 重複分析。

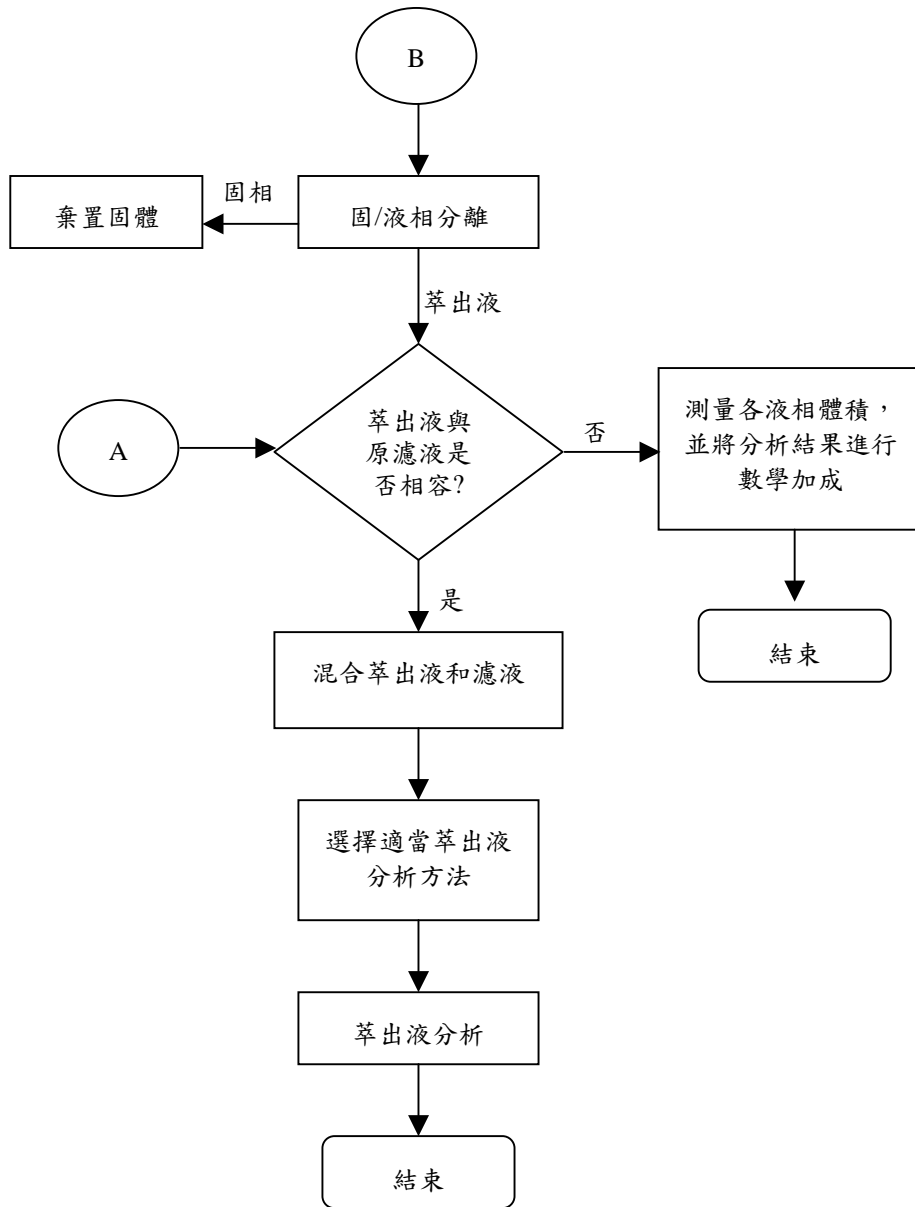


圖一 旋轉裝置示意圖



圖二 零空間萃取器 (ZHE) 示意圖





註：若未能於萃取完儘速分析，則需於 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下貯存。

圖三 SPLP 流程圖