



廢棄物中總鋅檢測方法－火焰式原子吸收光譜法

中華民國80年12月3日（80）環署檢字第39645號公告

NIEA R307.20T

中華民國100年12月15日環署檢字第1000110029號公告修正為NIEA R307.21C



一、方法概要

- （一）廢棄物樣品經濃硝酸及過氧化氫迴流消化後，並經稀釋至定體積，以火焰式原子吸收光譜儀（波長選在 213.9nm 處）測定其總鋅濃度。
- （二）檢驗含油、油脂或蠟之廢棄物樣品中總鋅之濃度時，將代表性樣品置於凱氏瓶（Kjeldahl Bottle）或類似之量瓶內，加入濃硫酸、濃硝酸和過氧化氫將樣品消化後，加以稀釋至定體積，然後以火焰式原子吸收光譜儀測定其總鋅濃度。

二、適用範圍

本方法適用於檢驗廢棄物中總鋅的濃度。所有樣品在分析前均須經過適當的消化處理，此方法對消化後樣品之最適當偵測濃度範圍為 0.05 至 1mg/L。

三、干擾

- （一）若懷疑有干擾時，可參考廢棄物檢測方法總則－原子吸收光譜法（NIEAM101.00T）作適當校正。
- （二）高含量之矽、銅或磷酸鹽將造成干擾，若於樣品及標準溶液中加入鋇（1500mg/L），則可以除銅和磷酸鹽之干擾。
- （三）鋅為環境中常見之元素，測定過程中，應注意鋅背景濃度之干擾，以免造成過高之空白值。

四、設備

- （一）原子吸收光譜儀：波長選在 213.9nm 處及使用空氣和乙炔燃料。
- （二）鋅元素燈管：使用中空陰極燈管、無電極放電燈管（Electrodeless Discharge Lamp）或多元素燈管均可。
- （三）排氣口：在燃燒頭上端 15 ~ 30 公分處置排氣口，抽氣以除去火焰中的薰煙及蒸氣。
- （四）電熱板或適當加熱裝置。
- （五）300mL 凱氏瓶附有磨口玻璃蓋，並以酸預洗過。
- （六）300mm 球型（Allihn）冷凝管，用 6-mm 玻璃珠填充至 50mm，並以酸預洗過。
- （七）磨碎機。
- （八）離心機。

五、試劑

- （一）去離子水。
- （二）所有標準液之配製及樣品處理時所使用之酸液，其純度必須為試藥級以上者。
 1. 濃鹽酸。
 2. 鹽酸（1 + 1）：加 500mL 濃鹽酸於 400mL 去離子水中，再以去離子水稀釋至 1。
 3. 濃硝酸。

4. 硝酸 (1 + 1) : 加 500mL 濃硝酸於 400mL 去離子水中, 再以去離子水稀釋至 1L
- (三) 過氧化氫 (30 %) : 須先分析其中所含待測元素的含量, 若測出有相當含量時, 應作試劑空白試驗校正。
- (四) 鋅儲備溶液: 精秤 1.000g 鋅金屬 (分析試劑級) 置於 1000mL 量瓶內, 加去離子水使之溶解後, 再加入硝酸酸化之, 再以前去離子水稀釋至刻度。或使用同等級的藥品, 用去離子水或稀硝酸 (如 0.2 % (v/v)) 配製 1000ppm 之鋅儲備溶液 (即 1.00mL = 1.00mgZn)。
- (五) 鋅標準溶液: 取適量之鋅儲備溶液分別稀釋和配製檢量線上各點之標準溶液, 配製此標準溶液所用之酸液必須與配製樣品時相同。

六、樣品保存及處理

- (一) 所有樣品均應依採樣計畫採取。
- (二) 所有盛裝樣品之容器, 必須經過清潔劑、酸及去離子水等一系列的清洗步驟, 玻璃或塑膠容器均可適用。
- (三) 溶液樣品須經硝酸酸化, 使其 pH 值小於 2, 並於 4 °C 冷藏。
- (四) 非水溶液樣品須於 4 °C 冷藏並儘速分析。
- (五) 油、油脂和蠟之樣品應在未稀釋狀態及室溫下保存, 並儘速處理分析。

七、步驟

(一) 樣品製備:

若廢棄物樣品中有兩相以上共存時, 應先分離各相, 並分別處理及分析鋅金屬之含量, 各相所得之濃度分別乘以各相之重量百分率, 並以所得之和報告之。

1. 水溶液樣品之製備

- (1) 取適量已酸化之樣品置於燒杯中, 加入 3mL 濃硝酸, 緩慢加熱至近乾 (樣品不可沸騰, 亦不可全乾)。冷卻後再加入 5mL 濃硝酸, 蓋上錶玻璃, 加熱迴流, 視需要再加入濃硝酸至消化完全 (呈透明或繼續迴流時外觀不再改變), 蒸發至近乾。
- (2) 將樣品冷卻後, 加入 10mL 1 + 1 鹽酸及 15mL 去離子水, 微熱燒杯 15 鐘, 將沈澱及殘餘物溶解。
- (3) 待樣品冷卻後, 用去離子水清洗錶玻璃及燒杯內壁然後將樣品過濾去除不溶物 (以免阻塞霧化器), 以去離子水稀釋至 100mL (或適當已知體積) 即可進行儀器分析。

2. 固相樣品之製備

- (1) 秤取經 105 ± 1 °C 乾燥至恆重及充分粉碎 (粒徑大小需小於 20mesh)、混合均勻後之固體樣品 1.00 ~ 2.00g (精確至小數點第二位)、放入圓錐形燒瓶中。
- (2) 加入 10mL 1 + 1 硝酸, 蓋上錶玻璃後, 緩慢加熱至 95 °C, 在不沸騰之溫度下, 先迴流 10 至 15 分鐘, 待冷卻後, 再加入 5mL 濃硝酸, 蓋上錶玻璃再迴流 30 分鐘, 注意勿使此溶液體積少於 5mL。
- (3) 將上述迴流後之樣品冷卻後, 再加入少量 (如 2mL) 去離子水和 3mL 30 % 過氧化氫, 蓋上錶玻璃, 緩慢加熱, 進行氧化反應, 此時需小心操作勿產生激烈之冒泡現象, 以免將樣品漏失, 直到冒泡平息後, 將燒杯冷卻。
- (4) 每次以 1mL 的量繼續加入 30 % 過氧化氫; 直至冒泡減至最低程度, 或樣品的外觀不再改變為止 (累計所添加過氧化氫之總體積勿超過 10mL)。待冷卻後, 用去離子水清洗錶玻璃及燒杯內壁, 將樣品過濾或用離心方式去除不溶物後, 再以去離子水定量至 100mL (或合適的已知體積) 即可進行儀器分析。

3. 含油、油脂或蠟廢棄物樣品之製備

- (1) 稱取 2.00g 廢棄物樣品置於凱氏瓶中，加入 10mL 濃硫酸和少許 6-mm 玻璃珠後，搖動使之混合均勻。
- (2) 將凱氏瓶緩慢加熱，直至白色濃煙出現及溶液沸騰為止。經由冷凝管上端小心逐滴加入 1 mL 的濃硝酸，使有機物質氧化。當硝酸被蒸發完且濃白煙再出現時，可再依上述步驟逐滴加入 1mL 濃硝酸繼續消化。每次以 1mL 的量，繼續加入濃硝酸直至混合物之消化液呈淺稻草色 (straw-color) 為止，此時顯示大部分的有機物已被氧化
- (3) 將凱氏瓶稍微冷卻後，逐滴加入 0.5mL30 % 過氧化氫，然後加熱直至濃白煙出現，趁沸騰時，小心逐滴加入 1 mL 濃硝酸。當硝酸被蒸發完、濃白煙再出現時，需重覆前述加入過氧化氫和濃硝酸的步驟 (步驟 3. (3))，直至混合物之消化液變成無色，表示所有的有機物已被氧化完全。通常重覆四次已足夠。
- (4) 將凱氏瓶冷卻後，用少量的去離子水 (約 5mL) 沖洗冷凝管，將混合液繼續加熱，直至濃白煙出現為止。
- (5) 再將凱氏瓶冷卻，若有沈澱物生成時，可加入 2mL 濃鹽酸。若沈澱物仍然存在，則可將溶液過濾或使用離心方式以除去沈澱物。最後以去離子水定量至 25mL 即可進行儀器分析。

(二) 儀器分析

1. 依儀器操作手冊設定操作條件。並在儀器穩定後才能進行操作。
2. 以鋅標準溶液製作檢量線並測定樣品中總鋅濃度。

八、結果處理

- (一) 必須扣除試劑空白值。
- (二) 若經稀釋之樣品，必須乘以適當之稀釋倍數。
- (三) 數據以 mg/kg 報告之。

1. 廢棄物中總鋅濃度 (mg/kg)

$$= \frac{A(\text{mg/L}) \times L \times D \times 1000(\text{g/kg})}{W(\text{g})}$$

A：以標準溶液作檢量線所測得並已扣除試劑空白之樣品中鋅濃度，mg/L

W：樣品重，g

D：稀釋倍數

L：樣品最後定量之體積，L

2. 兩相以上廢棄物樣品之分析結果依下式平均之

$$\text{鉛金屬元素濃度} = \frac{\sum_i W_i \times C_i}{\sum_i W_i}$$

W_i：廢棄物分相後各相之重量 (g)

C_i：廢棄物分相後各相所測得之濃度 (mg/kg)

九、品質管制

- (一) 所有品質管制資料均應妥為保管，便於提供參考與查證。
- (二) 樣品之濃度若大於檢量線之最高點濃度時，應將樣品稀釋後再行測定。
- (三) 每批樣品或每隔 15 個樣品，至少要做一個完整操作程序步驟的空白試驗，以檢查樣品是否遭受污染或記憶效應存在。

- (四) 每批樣品或每隔 15 個樣品，應使用不同來源製備之查核標準溶液以檢查檢量線之適用性。
- (五) 每批樣品或每隔 10 個樣品，至少應選一樣品做一次添加分析，以檢驗回收率和準確度，此重複添加樣品必須經過與樣品相同之處理及分析步驟。添加物可選用已經確認的標準參考品
- (六) 針對每批樣品及一批含有新基質的樣品時，至少必須選一樣品使用標準添加法方法，以驗證檢量線的適用性。
- (七) 基質複雜之樣品，可能不適用於標準檢量線，需使用標準添加法分析樣品。
- (八) 每批樣品或每隔約 10 % 的樣品，至少需選一樣品做重覆分析，以檢驗本方法的精密度。

十、精密度及準確度

應用本方法，經由參考實驗室分析結果之精密度及準確度如下：（資料來源：USEPAMethod289.1）

參考實驗室數目	真實值 µg/L	平均測值 µg/L	標準偏差 µg/L	準確度 \line(以相對誤差表示) %
86	281	284	97	-1.2
89	310	308	114	-0.7
82	56	62	28	11.3
81	70	75	28	6.6
62	7	22	36	206
61	11	17	18	56.6

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA , Test Methods for Evaluating Solid Waste , Method 7950 , November 1986.
- (二) U.S. EPA , Test Methods for Evaluating Solid Waste , Method 3010 , 3050 , November 1986.
- (三) U.S. EPA , Test Methods for Evaluating Solid Waste , Method 3030 , 1982.
- (四) U.S. EPA , Test Methods for Evaluating Solid Waste , Method 7000 , November 1986.
- (五) U.S. EPA , Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes , Method 289.1 , 1983.