

碳、氫、硫、氧、氮元素含量檢測方法—元素分析儀法

中華民國105年1月12日環署檢字第1050001529號公告

自中華民國105年4月15日生效

NIEA M403.01B

一、方法概要

樣品在高溫純氧環境下燃燒，將碳、氫、氮、硫等元素完全轉換成二氧化碳、水氣、氮氧化物及硫氧化物等混合氣體，以氦氣或氬氣將燃燒後之氣體載送至銅還原管，將氮氧化物還原成氮氣，硫氧化物還原成二氧化硫，再利用熱傳導偵測器（Thermal conductivity detector, TCD）或非分散性紅外線光度計（Non-dispersive infrared sensor, ND-IR）檢測氮氣、二氧化碳、水氣及二氧化硫濃度，換算即可求得樣品中氮、碳、氫、硫之含量。

氧元素利用含高碳之化合物與樣品混合，在約 1100°C 時將氧裂解並完全轉換生成一氧化碳或二氧化碳，再利用熱傳導偵測器或非分散性紅外線光度計測定一氧化碳或二氧化碳之濃度，換算後可求得樣品中氧含量。

二、適用範圍

本方法適用於廢棄物或其他基質（如燃料煤等）之樣品中碳、氫、硫、氧、氮等元素含量分析。

三、干擾

本方法為測得樣品乾基中碳、氫、硫、氧、氮元素之含量，故樣品若含有水分，將使檢測結果產生偏差。

四、設備與材料

- (一) 烘箱：附排氣設備，且能控溫在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 。
- (二) 乾燥器。
- (三) 分析天平：能精稱至 0.01 mg。
- (四) 元素分析儀：含高溫爐及熱傳導偵測器或非分散性紅外線光度計，可設定燃燒及裂解條件(如：溫度、時間、氧化劑等)使樣品完全燃燒或裂解，並自動計算樣品中碳、氫、氮、硫及氧等元素含量。

(五) 研磨器：以瑪瑙、氧化鋯或其他不干擾分析之材質製成。

五、試劑

(一) 氦氣或氬氣：純度 99.995% 以上。

(二) 氧氣：純度 99.995% 以上。

(三) 各元素標準品或標準參考物質：具濃度確認證明文件。

六、採樣與保存

(一) 樣品採集應依據「一般廢棄物（垃圾）採樣方法 NIEA R124」、「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」、「廢棄物焚化灰渣採樣方法 NIEA R119」或其他基質(如燃料煤)適用之採樣方法，採集之樣品重量應足以進行初步評估或品質管制所需的重複測試。

(二) 為避免大氣濕度之干擾，樣品需妥善以乾燥器保存，實驗過程應儘量避免樣品與大氣接觸。

七、步驟

因各廠牌儀器之構造設計不同，詳細之操作步驟（包含所使用試劑種類、試劑規格、檢測所需樣品粒徑大小及重量）請依儀器廠商操作說明書執行。以下為分析碳、氮、氫、硫含量之一般操作步驟，若要分析氧含量請依儀器廠商操作說明更換相關耗材及設定儀器條件。

(一) 樣品依據「一般廢棄物（垃圾）檢測方法總則 NIEA R125」分類烘乾後，將顆粒減小至直徑小於 1 mm；或將固態樣品烘乾粉碎研磨。

(二) 將粉碎後之樣品，於 $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱中乾燥 2 小時，再取出並移入乾燥器中冷卻，取元素分析儀所需之適當量（精稱至 0.01 mg），置於錫箔壓錠。

(三) 將壓錠後之樣品置入元素分析儀樣品槽，設定儀器條件進行元素分析。

(四) 檢量線製備或確認(無須每次分析皆執行檢量線製備)：取不同重量之標準品或標準參考物質進行檢量線製備，製備方式依儀器廠商規範執行。每次分析前應以檢量線範圍內之標準品或標準參考

物質進行確認，若其相對誤差值在 $\pm 10\%$ 以內，則初始檢量線仍然有效，否則應重新製作檢量線。

八、結果處理

由元素分析儀讀出樣品中各元素含量，以%(w/w)單位表示。

九、品質管制

- (一) 檢量線查核：每 10 個樣品或每批次樣品分析結束時，執行一次檢量線查核，以標準品或標準參考物質進行，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。
- (二) 空白分析：每批次樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應符合儀器廠商建議之規範。
- (三) 重複樣品分析：每個樣品必須執行重複分析，其相對差異百分比應在 20% 以內，並以平均值出具報告。

十、精密度與準確度

- (一) 國內某單一實驗室執行煤之認證參考物質 NCS FC 28105a 及 NCS FC 28106 中氮、碳、氫、硫測試，檢測結果如表一。
- (二) 國內某單一實驗室執行三種廢棄物及兩種燃料煤中氮、碳、氫、硫測試之檢測結果如表二。
- (三) 國內某單一實驗室執行三種廢棄物及兩種燃料煤中氧之檢測結果如表三。

十一、參考資料

- (一) Japanese Industrial Standard, Coal and Coke — Determination of constituents, JIS M8813, 2006.
- (二) Standard Test Methods for Instrumental Determination of Carbon, Hydrogen, and Nitrogen in Laboratory Samples of Coal and Coke , ASTM D 5373-02, 2007.

表一 認證參考物質 NCS FC 20105a 及 NCS FC 28106 檢測結果

測試項目	確認值 (%(w/w))	平均回收率 (%)	回收率範圍 (%)	相對標準偏差 (%)	測定 次數	
NCS FC 28105a	氮	1.12	111.4	104.4~118.5	4.31	7
	碳	79.96	94.7	92.8~96.2	1.26	7
	氫	3.31	97.3	92.3~99.6	2.37	7
	硫	1.03	98.2	89.4~107.5	7.56	7
NCS FC 28106	氮	1.32	107.1	95.5~117.4	7.90	7
	碳	78.6	97.1	94.1~101.4	2.41	7
	氫	4.86	101.5	99.7~103.9	1.46	7
	硫	1.70	99.3	95.8~104.8	3.45	7

(資料來源：行政院環保署環境檢驗所)

表二 三種廢棄物及兩種燃料煤中氮、碳、氫、硫之檢測結果

測試項目	氮	碳	氫	硫	
廢棄物一	檢測平均值(%(w/w))	1.39	43.99	6.87	0.17
	標準偏差(%(w/w))	0.05	0.78	0.26	0.01
	相對標準偏差(%)	3.91	1.77	3.72	2.93
	測定次數	5	5	5	5
廢棄物二	檢測平均值(%(w/w))	1.30	49.30	7.97	0.11
	標準偏差(%(w/w))	0.08	0.49	0.13	0.01
	相對標準偏差(%)	6.49	0.99	1.67	5.54
	測定次數	5	5	5	5
廢棄物三	檢測平均值(%(w/w))	1.33	48.05	7.93	0.24
	標準偏差(%(w/w))	0.07	1.90	0.25	0.02
	相對標準偏差(%)	5.07	3.96	3.11	7.17
	測定次數	5	5	5	4
燃料煤一	檢測平均值(%(w/w))	1.69	66.35	4.16	0.53
	標準偏差(%(w/w))	0.05	0.52	0.04	0.02
	相對標準偏差(%)	3.06	0.78	0.98	3.19
	測定次數	3	3	3	3
燃料煤二	檢測平均值(%(w/w))	1.75	62.63	6.07	0.52
	標準偏差(%(w/w))	0.12	0.85	0.07	0.02
	相對標準偏差(%)	6.72	1.36	1.09	4.61
	測定次數	3	3	3	3

(資料來源：行政院環保署環境檢驗所)

表三 三種廢棄物及兩種燃料煤中氧之檢測結果

	廢棄物一	廢棄物二	廢棄物三	燃料煤一	燃料煤二
檢測平均值(%(w/w))	32.75	33.26	30.20	9.49	24.21
標準偏差(%(w/w))	2.19	1.72	1.45	0.46	0.17
相對標準偏差(%)	6.68	5.18	4.81	4.85	0.70
測定次數	7	5	4	5	4

(資料來源：行政院環保署環境檢驗所)