

# 硫、氯元素含量檢測方法 - 燃燒管法

中華民國102年6月6日環署檢字第1020047562號公告

自中華民國102年8月15日生效

NIEA M402.00C

## 一、方法概要

樣品通入足夠之氧氣，使其在 800 至 850 密閉燃燒管中加熱燃燒，樣品中的硫(S)、氯(Cl)氧化成酸性氣體被 3% 過氧化氫(H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 溶液吸收。吸收液定量後經滴定法或離子層析法分析即得硫酸根 (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) 與氯離子 (Cl<sup>-</sup>) 產生量，再予以換算求出樣品中之硫、氯等元素含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於廢棄物及其他基質（如燃料煤等）可由燃燒管燃燒之樣品中硫、氯等元素含量檢測。

## 三、干擾

- (一) 管狀燃燒爐不須加裝銀網，以免造成負偏差。
- (二) 以酒精燈加熱爐外之管壁，可防止水氣凝結，以減少造成負偏差。

## 四、設備及材料

- (一) 烘箱：附排氣設備，且能控溫在 105 ± 5 。
- (二) 乾燥器。
- (三) 分析天平：能精稱至 0.001 g。
- (四) 燃燒管：石英管，內徑約 48 mm，長度約 120 cm。
- (五) 管狀燃燒爐：長約 84 cm，由電力加熱，操作溫度範圍由 400 至 1000 ，並可維持 800 至 850 之間。
- (六) 吸收瓶 (250 mL)。
- (七) 純化氧氣吸收瓶。
- (八) 玻璃接頭。

(九) 防熱橡膠導管。

(十) 瓷舟 (80 mm × 15 mm × 10 mm) 或具相同功能之設備。

(十一) 氣體流量計。

(十二) 標準篩：0.250 mm (60 mesh)。

(十三) 研磨器：以瑪瑙、氧化鋯或其他不干擾分析的材質製成。可將乾燥樣品研磨至粒徑小於 0.250 mm 且容易清理者。

(十四) 定量設備：

1. 滴定裝置：參照水中氯鹽檢測方法 - 硝酸銀滴定法 (NIEA W407) 及排放管道中總硫氧化物檢測方法 - 沈澱滴定法 (NIEA A405)。

2. 離子層析儀：參照水中陰離子檢測方法 - 離子層析法 (NIEA W415)。

## 五、試劑

(一) 試劑水：比電阻 16 MΩ-cm。

(二) 過氧化氫 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 溶液，3%：使用前配製。

(三) 無水氯化鈣 (CaCl<sub>2</sub>)。

(四) 無水過氯酸鎂 (Mg (ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>)。

(五) 蘇打石綿 (NaOH on support)：粒徑為 0.8 至 1.6 mm。

(六) 氧氣：純度 99.99% 以上。

## 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)」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，實驗步驟與過程應儘量避免樣品與大氣接觸。

## 七、步驟

- (一) 將設備及材料依圖一方式組裝。
- (二) 將已研磨粒徑小於 0.250 mm 且均勻化固態樣品，於  $105 \pm 5$  烘箱中乾燥 2 小時，再取出並移入乾燥器中冷卻，取約 0.5 至 1.0 g 樣品，以分析天平精稱其重量至 0.001 g (W)；液態樣品直接量取並精稱其重量至 0.001 g (W)，將已稱重之樣品置於瓷舟中（為防止爆管產生危險，稱取高熱值樣品時最好不要超過 0.15 g）。
- (三) 將管狀燃燒爐電源開關打開，使其溫度達 800 至 850 之間。
- (四) 為了純化氧氣，分別以無水氯化鈣或無水過氯酸鎂、蘇打石綿吸收瓶串聯接於氧氣瓶及氣體流量計之間，以去除氧氣中含碳和氫的化合物，失效時再予更換。
- (五) 在管狀燃燒爐出口處接上玻璃接頭，並於玻璃接頭下方放置酒精燈點火加熱，防止水蒸氣凝結。
- (六) 將兩支分別裝填 3% 過氧化氫（約八分滿）的吸收瓶、串連後接上導管。
- (七) 打開氧氣，以氣體流量計控制流量約 1500 mL/min，並以橡膠塞子將氧氣管塞在石英管前頭，並檢查整個燃燒流程是否只有最後一支吸收瓶有氣體排出，若有洩漏氣體，應設法立即排除。
- (八) 將含樣品之瓷舟放入燃燒管緩慢推送至管狀燃燒爐前端（350 至 400 ），著火後保持 5 至 10 分鐘，使揮發性固體物燃燒。若樣品含有高量之揮發性固體物時，為避免爆炸之虞，可考慮採以分批漸進推送方式或降低管狀燃燒爐起始燃燒溫度及緩慢升溫方式。
- (九) 再將含樣品之瓷舟送入管狀燃燒爐中央，樣品應會著火而氣化，再使其燃燒並通氧氣保持約 30 分鐘，以確定燃燒完全。
- (十) 待爐溫降至 300 時，再將吸收瓶、卸下，將吸收液蒐集並定量至一定體積 (V)。
- (十一) 定量分析

1. 滴定法：參照水中氯鹽檢測方法 - 硝酸銀滴定法( NIEA W407 ) , 可定量吸收液中氯離子含量; 排放管道中總硫氧化物檢測方法 - 沈澱滴定法 ( NIEA A405 ) , 可定量吸收液中硫酸根離子含量。
2. 離子層析法：參照水中陰離子檢測方法 - 離子層析法 ( NIEA W415 ) , 可同時定量吸收液中氯離子及硫酸根離子含量。

## 八、結果處理

- (一) 滴定法：參照水中氯鹽檢測方法 - 硝酸銀滴定法 ( NIEA W407 ) 及排放管道中總硫氧化物檢測方法 - 沈澱滴定法 ( NIEA A405 ) 。
- (二) 離子層析法：參照水中陰離子檢測方法 - 離子層析法 ( NIEA W415 ) 。
- (三) 元素含量計算：

$$W_S(g) = [SO_4^{2-}](mg/L) \times V(L) / 1000(mg/g) \times 32 / 96$$

$$W_{Cl}(g) = [Cl^-](mg/L) \times V(L) / 1000(mg/g)$$

$$S(\%) = W_S / W \times 100(\%)$$

$$Cl(\%) = W_{Cl} / W \times 100(\%)$$

$W_S$ ：硫元素重量(g)

$W_{Cl}$ ：氯元素重量(g)

$V$ ：吸收液體積(L)

$[SO_4^{2-}]$ ：由滴定法或離子層析法測得吸收液中硫酸根濃度(mg/L)

$[Cl^-]$ ：由滴定法或離子層析法測得吸收液中氯離子濃度(mg/L)

$S$ ：硫元素含量(%)

$Cl$ ：氯元素含量(%)

$W$ ：樣品乾重(g)

## 九、品質管制

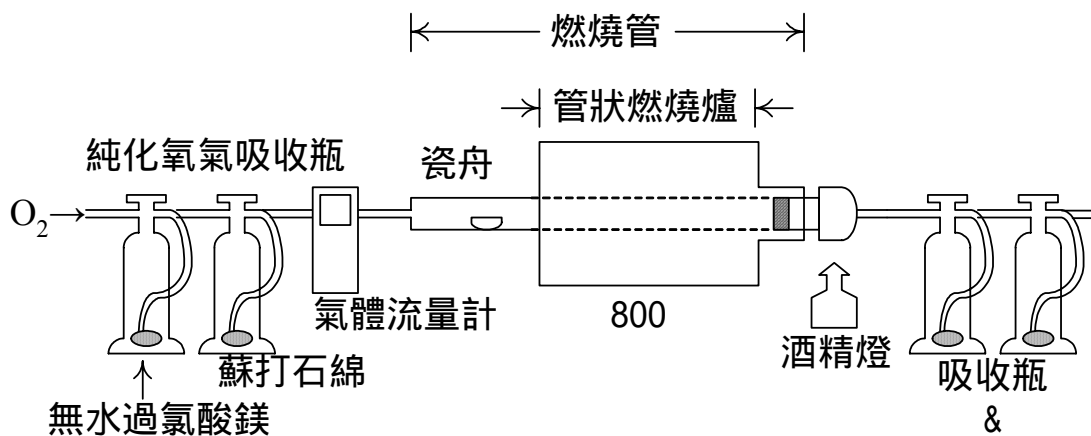
- (一) 重複樣品分析：每個樣品必須執行重複分析，若兩次分析的差值在 15 % 以下，取其平均；若在 15 % 以上，則需再進行第三次測定，若第三次測定值大於前二次平均值的 10 % 時，則必須捨去前三次的實驗數據，重新混合樣品進行分析，若第三次的測定值小於前二次平均值的 10 % 時，則取三次分析數據平均值作為該樣品之檢測結果。
- (二) 定量分析品質管制參照水中氯鹽檢測方法 - 硝酸銀滴定法 (NIEA W407)、水中陰離子檢測方法 - 離子層析法 (NIEA W415) 及排放管道中總硫氧化物檢測方法 - 沈澱滴定法 (NIEA A405)。

## 十、精密度與準確度

略。

## 十一、參考資料

ASTM, Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke, D3177-02, 2002.



圖一 廢棄物中硫、氯元素含量檢測組裝範例圖