

事業廢棄物萃出液中重金屬檢測方法－酸消化法

中華民國95年3月31日環署檢字第0950025491號公告
自中華民國95年7月15日起實施
NIEA R306.13C

一、方法概要

事業廢棄物萃出液加硝酸混合後，在加蓋之燒杯中迴流消化；經反覆加入硝酸直至消化液顏色變淡或顏色不再變化，繼續加熱至消化液剩少量體積。若以火焰式原子吸收光譜儀（簡稱 FLAA）或感應耦合電漿原子發射光譜儀（簡稱 ICP）分析時，須加入鹽酸繼續迴流，並以試劑水定容，使最終體積含有混酸濃度 10%；若以石墨爐原子吸收光譜儀（簡稱 GFAA）分析時，則加試劑水定容後即可分析。若樣品上機前仍含有固體時須藉由離心、過濾或沉澱去除之。

二、適用範圍

本方法適用於「事業廢棄物毒性特性溶出程序 NIEA R201」處理後萃出液中重金屬檢測，亦可用於水溶液樣品及含有懸浮固體之液體廢棄物。經此酸消化法處理後之樣品可藉由 FLAA、ICP 或 GFAA 分析樣品中金屬，儀器所分別適用之酸消化步驟不可混用。部分元素建議使用之分析儀器如下表。

FLAA 或 ICP	GFAA
鋁、砷 ^a 、鉍、鉍、鈣、鎘、鉻、鈷、銅、鐵、鉛、鎂、錳、鉬、鎳、鉀、硒 ^a 、鈉、鉍、鈳、鋅、銻、銀 ^b	鉍、鎘、鉻、鈷、鉛、鉍、鉍、鈳、鈳、鈳、砷 ^c 、硒 ^c 、銀 ^c

注意：a 代表僅能用 ICP 分析。

b 以 FLAA 或 ICP 分析時，消化時避免使用鹽酸。

c 請參見「石墨爐式原子吸收光譜法 NIEA M113」。

三、干擾 (註 2)

請參考「石墨爐式原子吸收光譜法 NIEA M113」、「火焰式原子吸收光譜法 NIEA M111」、「感應耦合電漿原子發射光譜法 NIEA M104」。

四、設備及材料

- (一) 燒杯：150 mL。
- (二) 錶玻璃：有稜紋及無稜紋兩種。
- (三) 濾紙或離心設備。
- (四) 量筒：100 mL。
- (五) 漏斗。
- (六) 電熱板或同級品：可調式並能維持在設定溫度。

五、試劑

檢測時使用的試劑除非另有說明外，必須是分析試藥級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑有足夠高的純度，使檢測結果的準確度不致降低。

- (一) 試劑水：參照「事業廢棄物檢測方法總則 NIEA R101」。除非特別指定，否則本方法所指的水皆為試劑水。
- (二) 濃硝酸 (HNO_3)：低金屬含量濃硝酸。
- (三) 鹽酸，1/1 (v/v)：低金屬含量鹽酸。

六、採樣及保存

- (一) 樣品採集均須依照採樣方法執行與保存，參考「事業廢棄物採樣

方法 NIEA R118」。所有樣品容器必須以中性清潔劑、酸及水清洗後才能使用。

- (二) 樣品已經「事業廢棄物毒性特性溶出程序 NIEA R201」所得之萃出液應儘速分析，否則應以 HNO_3 酸化至 $\text{pH} < 2$ ，貯存於 4°C 最長可保存 6 個月；惟若萃出液酸化時會產生沉澱，則應取未經酸化萃出液儘速分析。

七、步驟

- (一) 精取 100 mL 或適量之具代表性混合均勻之樣品至 150 mL 燒杯內，加入 3 mL 濃硝酸，以稜紋錶玻璃覆蓋置於加熱板上，控制在 90 至 95°C 之間，小心蒸發至少量（約 3 至 5 mL）。須小心不使樣品沸騰且不可使燒杯底部有任何乾掉現象。冷卻後再加入 3 mL 濃硝酸，以無稜紋錶玻璃蓋住燒杯，放回加熱板上加熱，提高加熱板溫度溫和迴流。

繼續加熱，重複添加硝酸至消化完全（消化液顏色變淡或持續迴流下外觀已不再變化），燒杯不加蓋或使用稜紋錶玻璃，使體積蒸發至少量（約 3 至 5 mL），但小心不使燒杯底部有任何乾掉現象。

注意：若樣品在加熱過程中乾掉，會降低回收率，則應廢棄並重新製備。

- (二) 依所使用分析儀器之不同選擇下述步驟：

1、若以 FLAA 或 ICP 分析：

冷卻燒杯，加入約 10 mL 1/1 (v/v) 鹽酸，蓋住燒杯，迴流 15 分鐘，以溶解因蒸發產生之沈澱或殘渣。

以水沖洗燒杯和錶玻璃，必要時則過濾或離心除去樣品中可能

會堵住霧化器 (nebulizer) 的矽酸鹽物質及不溶物 (不溶物可能會堵住霧化器時，方進行過濾，過濾前先以稀硝酸沖洗濾紙及過濾設備)。以水定容至 100 mL，使最終酸濃度為約 10%，即可分析。

2、若以 GFAA 分析：

將燒杯從加熱器移開，加入約 10 mL 水，再溫熱約 10 至 15 分鐘，以增加殘留物之溶解。

移開燒杯，以水沖洗燒杯及錶玻璃，必要時可以過濾或離心除去樣品中矽酸鹽物質或不溶物，以避免干擾物進入石墨爐 (過濾前先以稀硝酸沖洗濾紙及過濾設備)，以試劑水定容至 100 mL 即可分析之。

(三) 上述定容後之水溶液以 FLAA、ICP 或 GFAA 分析樣品中金屬濃度，其檢量線之製備、儀器操作及相關品管程序，詳見各方法規定。

八、結果處理

$$\text{事業廢棄物萃出液中重金屬濃度(mg/L)} = A \times \frac{V_1}{V}$$

A：由檢量線求得之待分析物濃度 (mg/L)

V：取樣體積 (mL)

V₁：經消化處理後最終定量體積 (mL)

九、品質管制 (註 3、註 4)

(一) 一般品質管制請參見「事業廢棄物檢測方法總則 NIEA R101」、「重金屬檢測方法總則 NIEA M103」、「事業廢棄物毒性特性溶出

程序 NIEA R201」、「石墨爐式原子吸收光譜法 NIEA M113」、「火焰式原子吸收光譜法 NIEA M111」或「感應耦合電漿原子發射光譜儀 NIEA M104」的規定。

- (二) 檢量線：每次樣品應重新製作檢量線，其線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995。檢量線製備完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。
- (三) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。
- (四) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應小於 2 倍方法偵測極限。
- (五) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次重複樣品分析，其差異百分比應在 $\pm 20\%$ 以內。
- (六) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次查核樣品分析。回收率應在 80~120% 範圍內。
- (七) 添加樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次添加或參考 (查核) 樣品分析。其回收率應在 75~125% 範圍內。

十、精密度及準確度

略。

十一、參考資料

- (一) US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Wastes Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed., Acid Digestion of Aqueous

Sample and Extracts for Total Metal for Analysis by FLAA or ICP Spectroscopy, Method 3010A, 1992.

- (二) US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Wastes Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed., Acid Digestion of Aqueous Sample and Extracts for Total Metal for Analysis by GFAA Spectroscopy, Method 3020A, 1992.
- (三) 行政院環境保護署，事業廢棄物毒性特性溶出程序，NIEA R201。
- (四) 行政院環境保護署，石墨爐式原子吸收光譜法 NIEA M113。
- (五) 行政院環境保護署，火焰式原子吸收光譜法 NIEA M111。
- (六) 行政院環境保護署，感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA M104。

註 1：本檢測方法產生之廢液，依一般重金屬廢液處理原則處理。

註 2：本方法引用之行政院環境保護署公告方法之內容及編碼，以最新公告者為準。

註 3：環境檢驗室品質管制指引(NIEA PA101~107)。

註 4：待測物之回收率不符品管規定，且其濃度未超過溶出標準但為溶出標準之 80% 以上時，則該項金屬元素須使用標準添加法分析。