



事業廢棄物溶出液中六價鉻檢測方法－A P D C 螯合M I B K 萃取原子吸收光譜法

中華民國83年3月9日（83）環署檢字第00540號公告

NIEA R310.10T

中華民國100年12月15日環署檢字第1000110029號公告修正為NIEA R310.11C



一、方法概要

本方法是利用六價鉻與吡咯二硫代氨基鉀酸鉍 (Ammoniumpyrrolidinedithiocarbamate，簡稱 APDC) 螯合成錯化物，經萃取至甲基異丁基酮 (Methylisobutylketone，簡稱 MIBK) 溶劑層後，以原子吸收光譜儀在 357.9 nm 波長定量之。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於毒性特性溶出步驟 (TCLP) 之廢棄物萃出液或地下水中之六價鉻含量檢驗。此方法亦可應用於不含干擾質之家庭或工業廢水
- (二) 本方法分析六價鉻濃度範圍在 1.0~25 µg/L。

三、干擾

高濃度之其他金屬會造成干擾。

四、設備

- (一) 原子吸收光譜儀：包括原子化火焰，單色光鏡 (Monochromator) 光電偵檢器 (Photoelectric detector) 及有關電子放大裝置。使用空氣和乙炔之混合燃料。
- (二) 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。
- (三) 鉻燈管。
- (四) 量瓶：200 mL 體積。

五、試劑

- (一) 蒸餾水：去離子蒸餾水。
- (二) 吡咯烷二硫代氨基甲酸鉍溶液：溶解 1.0g 吡咯烷二硫代氨基甲酸鉍於蒸餾水，稀釋至 100 mL，以同體積之 MIBK 萃取 30 秒，保留水層，使用前配置。
- (三) 溴酚藍 (Bromophenolblue) 指示劑溶液：溶解 0.1g 溴酚藍於 100mL 之 50 % 酒精水溶液中。
- (四) 鉻儲備溶液：在 1000 mL 量瓶內，溶解 0.2829g 之重鉻酸鉀 ($K_2Cr_2O_7$) 於蒸餾水，稀釋至刻度；1.00mL=100 µg Cr。
- (五) 鉻標準溶液：在 100 mL 量瓶內，稀釋 10.0 mL 鉻儲備溶液至刻度；1.00 mL=10.0 µg Cr。
- (六) 甲基異丁基酮，視需要蒸餾純化之，使用前以 1 + 1 之水充分振盪 30 秒後靜置，保留 MIBK 層。
- (七) 氫氧化鈉溶液，1N：溶解 40g 氫氧化鈉於蒸餾水，稀釋至 1L。
- (八) 硫酸溶液，0.12M：將 6.5mL 濃硫酸（比重 1.84）緩慢地加入 900 mL 蒸餾水中，稀釋至 1L。

(九) 空氣：以空氣壓縮機或空氣鋼瓶供給，必須濾去水氣、油等不純物。

(十) 乙炔：商品級，鋼瓶壓力在 7 kg/cm^2 以上。

六、樣品採集、保存及處理

(一) 所有樣品之採集須有一定之規劃。

(二) 在 TCLP 萃出液中之六價鉻穩定性尚未完全被了解，應儘速分析。

(三) 為遲滯六價鉻之化學活性，於分析前所有萃取液或樣品應在 4°C 以下保存。

七、步驟

(一) 取萃出液樣品適量於 200 mL 量瓶中並調整體積至約 100 mL 。（萃取液含六價鉻應少於 $2.5 \mu\text{g}$ ，取樣體積最多 100 mL ）。

(二) 準備空白及三個以上之標準溶液，並調整體積至約 100 mL 。

(三) 加入二滴溴酚藍指示溶液，調整 $\text{pH}=2.4$ 時，亦可以 pH-meter 取代指示劑。

(四) 以 1 M 氫氧化鈉溶液滴入樣品中至藍色顯現，再以 0.12 M 硫酸滴加至樣品及標準溶液之顏色消失，然後再多加 2.0 mL 之 0.12 M 硫酸，此時之 pH 應在 2.4 。

(五) 加入 5.0 mL APDC 溶液並均勻混合， pH 值應大約在 2.8 。

(六) 加入 10.0 mL MIBK，劇烈振盪三分鐘。

(七) 靜置使分層，加入去離子蒸餾水直至有機層完全浮至量瓶頸部。

(八) 直接吸取有機層測定記錄樣品及標準溶液對空白之讀數，重複分析求其平均值。

(九) 由檢量線求得樣品中六價鉻濃度 (mg/L)，檢量線必須在每組樣品萃取處理時重新建立。

(十) 驗證

1. 對每批被分析之樣品基值是否存在還原條件或化學干擾影響整合反應，可以分析 Cr(VI) 之添加樣品加以驗證。另外取出已添加樣品中六價鉻且經調整過 pH 之 10 mL 濾液，其中 Cr(VI) 添加量為原樣品濃度之兩倍，但不得低於 $30 \mu\text{g/L}$ ，其添加回收率應在 $85 \sim 115 \%$ 之間，表無干擾存在。

2. 若添加樣品之濃度若超過檢量線範圍，則以空白液稀釋後再分析，並換算求其濃度值。

3. 若驗證結果顯示有抑制性的效應，樣品應稀釋後再重新分析。

4. 若樣品經稀釋後干擾仍存在，則選用其他方法分析。

(十一) 酸性萃出液添加回收率在 85% 以下，則必須再測試是否因殘留還原劑存在所造成。先將萃出液以 1 N 之氫氧化鈉調整至鹼性 $\text{pH}=8.0\sim 8.5$ ，然後再添加後分析，若起初測得 Cr(VI) 含量小於 5 mg/L 之酸性萃出液，其鹼性溶液之添加回收率在 $85 \sim 115 \%$ 之間，則表示此分析方法已經過驗證。

八、品質管制

(一) 所有品質管制數據必須保存，以供參考檢查。

(二) 檢量線必須至少包含一個空白及三個標準溶液，當連續樣品測定時必須每小時建立一檢量線。

(三) 若樣品濃度大於檢量線最高點，則稀釋樣品後再分析。

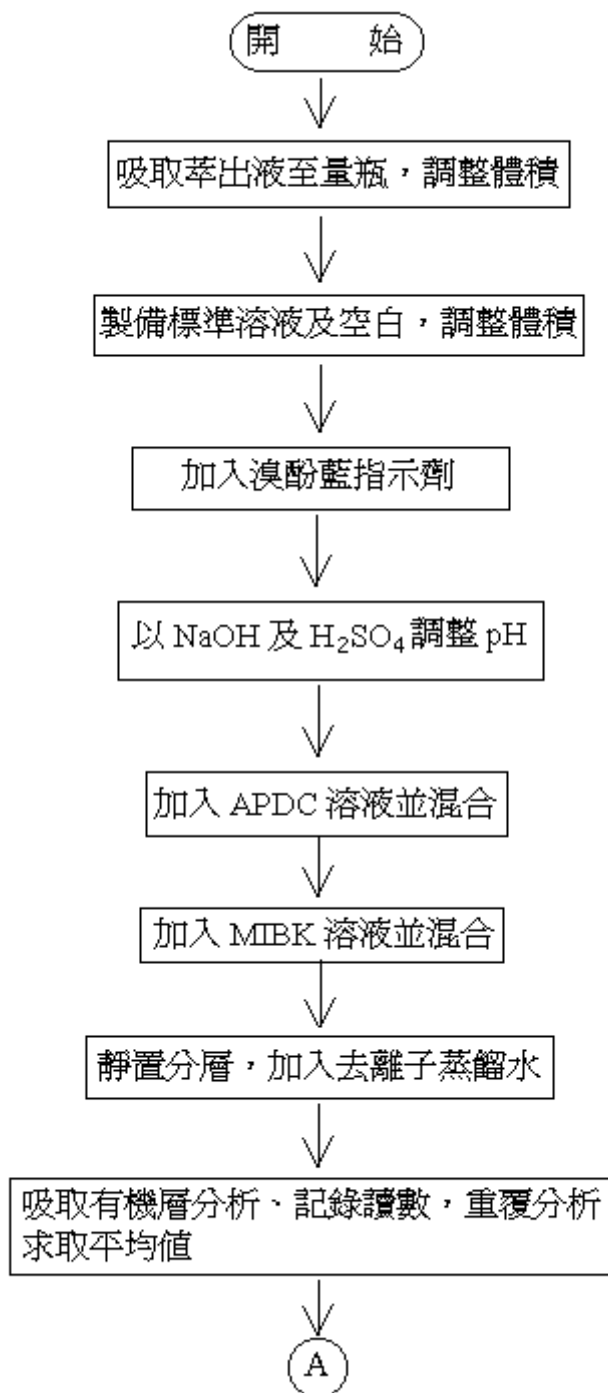
(四) 每批樣品至少以一個空白檢查是否有污染或記憶效應存在。

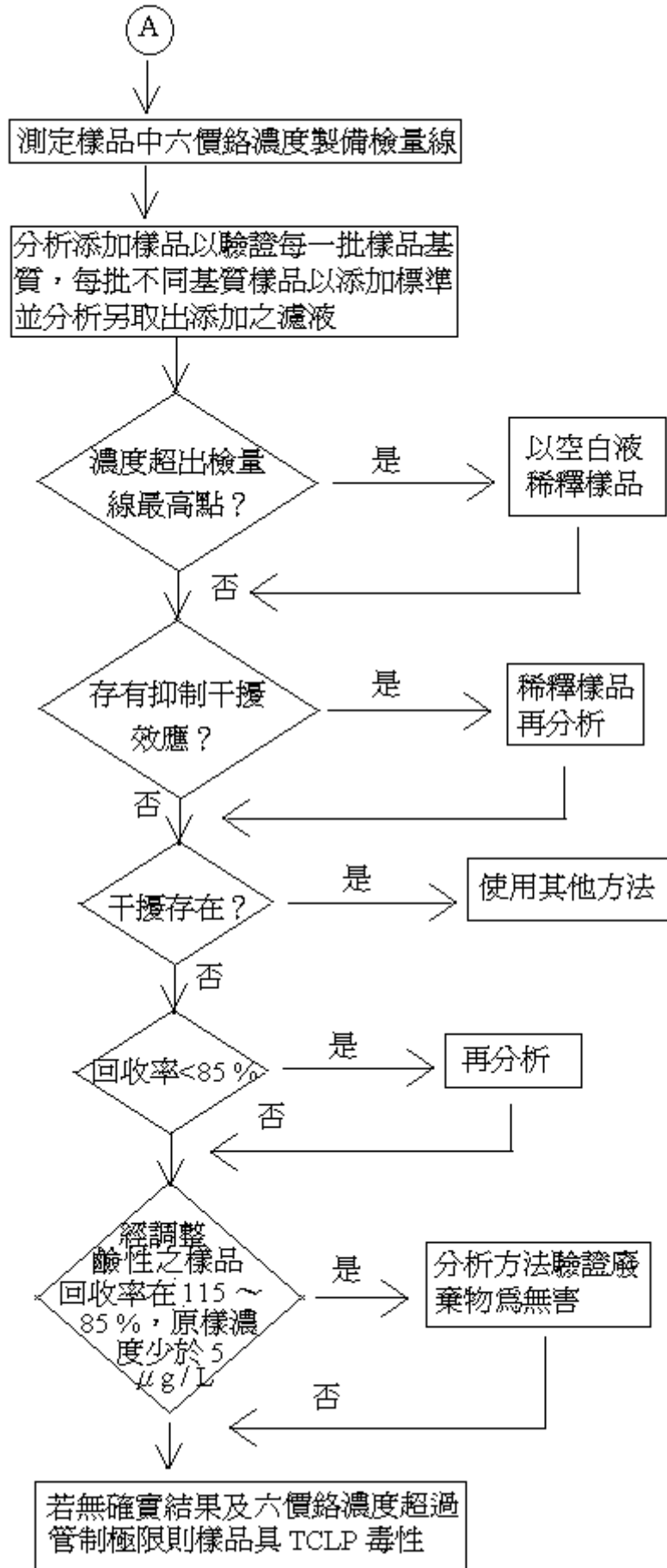
(五) 每 15 個樣品以一個獨立製備之查核標準溶液檢查檢量線。

(六) 每 10 個樣品應分析一個重複添加樣品，重覆添加樣品必須經由相同之處理以及分析步驟。

(七) 所有之 TCLP 萃取液，或提供為公證用之樣品或遇到一批新的樣品基質時，都必須以標準添加法分析。

九、流程圖





十、參考資料

- (一) Methods for Chemical Analysis of water and wastes, EPA-600/4-82-055, Method 218.4., December 1982.4.