

空氣粒狀污染物中元素含量檢測方法

—感應耦合電漿原子發射光譜法

中華民國 99 年 3 月 9 日環署檢字第 0990020521 號公告

自中華民國 99 年 6 月 15 日起實施

NIEA A306.10C

一、方法概要

本方法係以高量採樣器、PM₁₀ 或 PM_{2.5} 採樣器，將空氣粒狀物採集於濾紙上，再將濾紙經微波消化或熱酸萃取前處理程序，使樣品溶解或消化後，以感應耦合電漿原子發射光譜法 (Inductively Coupled Plasma (ICP-AES) Spectrometry)，測定粒狀物中各待測元素之含量。

二、適用範圍

本方法適用於檢測大氣及周界中粒狀污染物之鋁 (Al)、砷 (As)、金 (Au)、硼 (B)、鋇 (Ba)、鈹 (Be)、鉍 (Bi)、鈣 (Ca)、鎘 (Cd)、銻 (Ce)、鈷 (Co)、鉻 (Cr)、銅 (Cu)、鐵 (Fe)、鍺 (Ge)、汞 (Hg)、銦 (In)、鉀 (K)、鐳 (La)、鋰 (Li)、鎂 (Mg)、錳 (Mn)、鉬 (Mo)、鈉 (Na)、鈮 (Nb)、鎳 (Ni)、磷 (P)、鉛 (Pb)、鈀 (Pd)、鉑 (Pt)、錐 (Re)、銻 (Rh)、鈷 (Ru)、銻 (Sb)、硒 (Se)、矽 (Si)、釷 (Sm)、錫 (Sn)、銦 (Sr)、鉭 (Ta)、碲 (Te)、鈦 (Ti)、鉍 (Tl)、釩 (V)、鎢 (W)、鉕 (Y)、鋅 (Zn)、鋯 (Zr) 等 48 種元素分析，預估方法偵測極限詳如表一 (註 1)。

三、干擾

- (一) 光譜干擾 (Spectral Interferences)：光譜性干擾的產生原因，主要係經由 (1) 連續光譜放射或再結合等現象所產生的背景發射譜線、(2) 高濃度元素發射譜線所導致的迷光、(3) 其它共存元素對分析元素之特定波長譜線所造成的譜線重疊、(4) 分子波段連續譜線的重疊等因素所造成。表二為各元素分析時所採用之建議波長以減低光譜干擾，其干擾影響因子詳如表三。
- (二) 基質干擾 (Matrix Interference)：基質干擾主要來自於樣品及標準品之內部基質差異性，在配製樣品及標準品時其所使用之酸的類型及量的不同也是造成基質干擾的原因，因此在整個實驗過程中，調製標準品、QC 溶液及樣品的過程中均需非常小心及仔細。

- (三) 其餘干擾請參閱「感應耦合電漿原子發射光譜法 (NIEA M104)」及「水中金屬及微量元素檢測方法—感應耦合電漿原子發射光譜法 (NIEA W311)」。

四、設備與材料

(一) 採樣

各別參照「空氣中粒狀污染物檢測法—高量採樣法 (NIEA A102)」之四、設備與材料，「空氣中懸浮微粒 (PM_{2.5})之檢測方法—衝擊式手動法 (NIEA A205)」之四、設備與材料 (一) 至 (十) 或「大氣中懸浮微粒 (PM₁₀)之檢測方法—手動法 (NIEA A208)」之四、設備與材料 (一) 至 (三)。

(二) 微波消化

1. 微波消化系統：必須具有程式功率、溫度控制設定之功能。
2. 碳氟化合物材質 (PFA Teflon®或同級材質) 之消化容器：需具有壓力監測及洩壓閥之裝置，消化瓶至少可承受 120 psi 的壓力。當壓力超過 120 psi(容積 60~120 mL)時，壓力瓶可控制壓力之減除。
3. 旋轉盤：微波消化過程具旋轉功能，使樣品在消化裝置內接受微波之均勻性。
4. 玻璃器皿：硼矽玻璃，容積 50~100 mL 或適當體積。
5. 樣品儲存瓶：聚乙烯 (PE) 或聚丙烯 (PP) 瓶附防漏蓋
6. 標準溶液儲存瓶：500 mL、125 mL、30 mL 或適當體積之 Teflon®瓶。
7. 離心管：30 mL 或適當體積，聚砜(Polysulfone, PSF)材質管，附聚丙烯旋蓋。
8. 注射器濾膜：0.45 μm，Acrodisc No.4438 或同級品之 Nylon 或 Teflon®材質。
9. 附旋蓋試管：15 mL 或適當體積，Falcon Model No. 2099 或同級品之聚丙烯試管。
10. 移液管：自動分注可精確設定至 0.1 mL 或更佳，Grumman Automatic Dispensing Pipette, Model ADP-30DT 或同級品。
11. 防塵口罩：切割或處理玻璃纖維濾紙時穿戴；3M, No. 8500

或同級品。

12. 模板 (Template)：用於輔助玻璃纖維濾紙切割。其尺寸參考圖 1。
13. 披薩切刀 (Pizza cutter)：具薄細刀輪，刀片厚度 <1 mm，非金屬材質。
14. 漩渦混合器 (Vortex mixer)：VWR2 可變速或同級品。
15. 分析天平：可精秤至 0.1 mg。

(三) 熱酸萃取

1. 熱板：Thermolyne Model 2200 或同級品。
2. 定容玻璃器皿：A 級硼矽玻璃，容積 50~100 mL。
3. 樣品儲存瓶：聚乙烯 (PE) 或聚丙烯 (PP) 瓶附防漏蓋。
4. 標準溶液儲存瓶：500 mL、125 mL、30 mL 或適當體積之 Teflon[®]瓶。
5. 離心管：30mL 或適當體積，聚砜(Polysulfone, PSF) 材質管，附聚丙烯旋蓋。
6. 注射器濾膜：0.45 μ m，Acrodisc No.4438 或同級品之 Nylon 或 Teflon[®]材質。
7. 附旋蓋試管：15 mL 或適當體積，Falcon Model No. 2099 或同級品之聚丙烯試管。
8. 移液管：自動分注可精確設定至 0.1mL 或更佳；Grumman Automatic Dispensing Pipette, Model ADP-30DT 或同級品。
9. 防塵口罩：切割或處理玻璃纖維濾紙時穿戴。3M, No. 8500 或同級品。
10. 模板：用於輔助玻璃纖維濾紙切割。其尺寸參考圖 1。
11. 披薩切刀：具薄細刀輪，刀片厚度 <1 mm，非金屬材質。
12. 漩渦混合器：VWR2 可變速或同級品。

(四) 分析儀器

感應耦合電漿發射光譜儀

請參閱 NIEA W311 四、設備 (一) 1.至 4.。儀器調校條件請參閱 NIEA M104 七、步驟 (二) 儀器之調校。

五、試劑

(一) 微波消化/熱酸萃取

1. 濃鹽酸：用於樣品製備，分析級以上。
2. 濃硝酸：用於樣品製備，分析級以上。
3. 萃取溶液(5.55 % HNO₃/16.75 % HCl): 約 500 mL 試劑水中加入 55.5 mL 濃硝酸及 167.5 mL 濃鹽酸後，再以試劑水稀釋至 1 L。

(二) 試劑水：不含待測元素之去離子水。

(三) 氫氣：使用高純度氫氣或液氫。

(四) ICP 分析

試劑中若含有不純物會嚴重影響分析結果之準確度，因此在本方法中使用的各種試劑，均為分析級以上或經確認合乎品質要求之其他等級試劑。

1. 試劑水：不含待測元素之去離子水。
2. 濃硝酸：分析級以上或經確認合乎品質要求之其他等級試劑。
3. 硝酸（1%）：加入 10 mL 濃硝酸於約 500 mL 試劑水中，稀釋至 1 L。
4. 濃鹽酸：分析級以上或經確認合乎品質要求之其他等級試劑。
5. 標準儲備溶液（Standard stock solutions）

可為單一或多元素標準儲備溶液，購買市售超高純度之濃縮溶液，或自行以高純度（純度至少為 99.99~99.999%）之試劑配製而得，其程序請參照 NIEA M104 五、試劑(三)。

6. 多元素檢量線標準溶液

多元素檢量線標準溶液保存期限 14 天。

7. 空白溶液

檢測過程中必須使用二種空白溶液，第一種為檢量線空白（Calibration blank）溶液，製備檢量線；第二種為方法空白（Method blank）溶液，用來評估樣品配製過程的污染導入的可能性。

(1) 檢量線空白溶液

組成應與稀釋標準品所使用之溶液相同(通常為 1% (v/v)的 HNO₃ 溶液)。

(2) 方法空白溶液

除須含有與製備樣品時所使用之相同試劑外，配製過程亦須與樣品的製備過程相同。

8. 電漿調校溶液與光譜干擾檢核溶液：請參考 NIEA W311 五、試劑 (六) 與 (八)。

六、採樣及保存

(一) 各別依據 TSP、PM₁₀、PM_{2.5} (NIEA A102、NIEA A208、NIEA A205) 檢測方法。

(二) 濾紙運送

1. 樣品採集後，將濾紙運送至實驗室，運送途中應避免污染及樣品的損失。
2. 濾紙加以編號並登錄。
3. 接收濾紙如為 PM₁₀ 或總懸浮微粒 (TSP)，應由短邊將粒狀污染物質向內對摺且封緘在保護封套內。分析前將這些護套保存在室溫。
4. 接收濾紙如為 PM_{2.5}，運送時需保存在 4±2°C，分析前則保存在 20~23°C 之間。
5. 樣品保存最長期限 180 天；如為 PM_{2.5}，則依據 NIEA A205 六、採樣與保存 (一) 辦理。

七、步驟

(一) 濾紙前處理 (濾紙萃取步驟)：樣品濾紙如為直徑 37 或 47 mm，無須進行切割亦無需執行添加或重複樣品分析，直接進行萃取。

1. 微波萃取步驟

(1) 濾紙切割步驟

- a. 應用模板 (見圖一) 及切刀 (見圖二) 將 20cm×25cm (8" x 10") 之濾紙切割成 2.5 cm×20cm (1" x 8") 條狀，利用微波萃取系統以鹽酸/硝酸溶液萃取金屬，冷卻後，混合消化液並利用 Acrodisc® 注射器濾膜濾除任何不溶物。最後以微波萃取製備樣品供 ICP 分析。

- b. 在濾紙切割之前，以酸沖洗（註 2）耐熱樹脂玻璃材質之濾紙模板、聚砷材質之離心管和蓋帽以及所有其他會與濾紙樣品接觸的實驗室設備，以防污染。
 - c. 戴聚乙烯手套，將濾紙模板與蓋子置放於供濾紙切割之用的排煙櫃內。
 - d. 以潔淨乾燥長纖維拭淨紙擦拭模板基座、蓋子及切割刀片，以防樣品跨次（交叉）污染。
 - e. 在不擾動濾紙上採樣區域情況下，將有溝槽的蓋子凹痕面朝下放置在樹脂基座模板邊框之內。用乾淨之切刀切下 2.5 cm x 20 cm (1" x 8") 之一長條。
 - f. 以戴指套之手指折疊或緊密捲起濾紙紙條，然後由邊緣移置至酸洗過潔淨之聚砷離心管中，並標號（註 3）。
 - g. 更換樣品之間用乾燥長纖維拭淨紙清潔濾紙模板（50 張濾紙之後應更換手（指）套以降低交叉污染）。
 - h. 將模板蓋子移動至濾紙之第二個部分，切割另外一條濾紙長條，用以製備重複樣品，並重複七、(一) 2. (1) f. 至七、(一) 2. (1) h. 步驟，使用另外一支離心管。
- (2) 微波功率校正：微波消化裝置絕對功率可經由測定 1 kg 之水，在固定微波場中加熱一段時間後之上升溫度來推估。經由此測定，可求得樣品在消化過程中實際吸收功率和微波設定功率間之關係。所需校正模式（線性或非線性）取決於製造廠商所提供之電子系統而定，若微波消化裝置使用線性電路系統，則校正曲線可用三點校正之方式來進行，否則，就必須使用多點校正（註 4）。
- (3) 微波裝置功率評估

下列之公式係用於評估可供微波空腔（Microwave cavity）加熱之功率，式中變數取決於量測 1kg 的水暴露在電磁輻射固定時段所上升之溫度。以下說明用於評估每一校正點，代表各微波之輸出 % 功率的步驟。

- a. 針對每一校正點，量測並記錄在一厚壁微波可穿透燒杯 (Teflon® 或 PE 材質) 中 1kg (1,000g±0.1g) 室溫下 (23±2°C) 之蒸餾水樣品。
- b. 精確量測並記錄水之初始溫度 (T_i) 至 0.1°C 以內。起始溫度應介於 22~26°C。
- c. 將 Teflon® 燒杯於置放微波中以全功率 (100% 校正點) 照射/操作 2 分鐘。
- d. 將燒杯移出微波裝置並精確量測記錄結束照射後 30 秒內之最終最高溫度 (T_f) 至 0.1°C。此步驟須在持續攪拌中完成 (電子攪拌器使用大攪拌子者為佳)。
- e. 依此類推，每一校正點 (例如 100%、50% 或多點) 需要個別用內含室溫下蒸餾水之乾淨燒杯進行量測與記錄。
- f. 依下式計算微波功率

$$Power = \frac{K \times C_p \times M \times T}{t}$$

$$\frac{K \times C_p \times M}{t} = 34.87$$

$$Power = 34.87 \times T$$

功率 (Power) = 樣品吸收之表觀功率 (Apparent power)，瓦特 (W = joule·s⁻²)

K = 熱化學卡·秒⁻¹ (cal·s⁻¹) 轉換為瓦特 (W) 的單位轉換係數 = 4.184

C_p = 熱容量 (heat capacity)、熱容量 (thermal capacity) 或比熱 (specific heat) (cal·g⁻¹·°C⁻¹ = 1.0，針對水)。

M = 樣品的質量，克 (g)

T = T_f - T_i，°C

t = 時間，秒

- g. 推導以校正範圍的線性部分方程式，用以確定任意設定標度 (scale) 相當之瓦特數。再由實際功率瓦特數定出所使用微波裝置之適當設定。每一

台微波裝置各有其自身（% 功率）設定，對應於實際傳送至樣品之功率（瓦特）。

- h. 每台微波裝置皆應執行初始多點功率評估。如具線性關係，應定期以例行三點校正確認方式檢核其校正。當使用單一輸出功率進行消化時則可適用單點確認。如果微波射源的任何部分經維護或更換，則整體之校正必須重新加以評估。

(4) PFA 容器之清潔

所有消化瓶必須經酸洗淨且在使用前以試劑水潤洗以防污染。

- a. 每個 PFA 消化瓶需用去離子清潔劑清洗後以試劑水潤洗。
- b. 在 12 個消化瓶中各加入 10 mL 濃硝酸，加蓋放入微波裝置中。
- c. 依微波裝置製造商建議在微波裝置 100 % 功率下加熱 10 分鐘。PFA 瓶在分析使用之前應以試劑水充分潤洗。若僅使用 6 組消化瓶，對照每一組約 5 %，可用 70 % 之功率。

(5) 微波萃取消化步驟

- a. 將七、(一) 2. (1) g. 之濾紙長條，用塑膠鑷子將濾紙條向下壓入離心管之下端部分，以確認萃取溶液覆蓋整條濾紙（註 5,6）。
- b. 用一預先設定經校正之自動分注移液管或 A 級玻璃移液管，在每一支離心管中加入 10 mL 萃取溶液。溶液須完全覆蓋紙條。
- c. 精稱每個離心管至 0.01 g。再將離心管置放於內含 31 mL 試劑水之 Teflon® PFA 瓶中。配合微波裝置之最大容量，可繼續此步驟至總數達 12 個或更多樣品。
- d. 將具有壓力釋放閥之 Teflon® PFA 瓶蓋蓋於瓶上以手旋緊，再用蓋瓶把手依廠商使用說明旋緊。將消化瓶組件置於微波轉盤架。以 Teflon® PFA 接管連接各樣品消化瓶至溢流容器（見圖三）。
- e. 消化程式設定在使每個樣品約 10 分鐘內加熱到

達 $140 \pm 5^\circ\text{C}$ ，並在該溫度下維持加熱 13 分鐘。原則上加熱程式需依樣品基質及反應特性之不同而作適當之改變；惟溫度在到達 $140 \pm 5^\circ\text{C}$ 後，仍必須維持加熱 13 分鐘，使樣品得以達到消化之目的（註 7）。

- f. 樣品消化瓶數可由 1 至 14 瓶，視微波消化裝置之設計、功率大小及使用試劑而定。
- g. 微波消化結束時，移出含消化瓶組件之轉盤架，將消化瓶組件壓力釋放（建議放置於排煙櫃內），然後置於水中冷卻 10 分鐘。
- h. 精稱每個離心管之重量至 0.01 g，並與初始稱量比較確認無樣品漏失。消化前、後稱重比較應在 0.1 g 以內。如果前、後稱重量不相符在 0.1 g 以內，必須剔除該消化樣品。
- i. 利用蓋瓶座開啟微波消化瓶蓋，取出含樣品之已標示離心管，棄去 PFA 瓶中的試劑水。
- j. 添加 10 mL 試劑水至每一支離心管。緊蓋離心管，以漩渦混合器充分混合內容物 2~3 分鐘使能完全萃取。以尼龍或鐵氟龍（聚四氟乙烯）材質之注射器自離心管抽取部分樣品，然後將 Acrodisc 濾膜置於注射器上，將樣品注入乾淨試管中。繼續此抽取過濾動作至完全抽完離心管內消化濾液。
- k. 依據前述步驟，最終萃取體積為 20 mL。此時之樣品濾液準備供作後續分析之用。

2. 熱酸萃取步驟

(1) 方法概述

- a. 當無法使用微波消化技術時，可利用熱酸萃取方法替代之。
- b. 將 20cm×25cm (8" x 10") 之濾紙切割成 2.5 cm×20cm (1" x 8") 長條狀。利用 HCl / HNO₃ 熱酸萃取方法萃取濾紙條中成分。冷卻後，將消化液移入定量瓶中稀釋至定體積。過濾移除所有之不溶物。

(2) 熱酸萃取步驟

- a. 戴聚乙烯手套或用塑膠鑷子，取出七、(一)2.(1)
 - a. 濾紙長條將其置入已經標示體積之 150 mL 之大型燒杯 (Griffin beaker) 或同型中。將濾紙條置於燒杯之下端部分，以確認萃取溶液體積足以覆蓋整條濾紙。
 - b. 使用經校正之自動分注移液管或移液管，加入 10 mL 萃取溶液。
 - c. 將燒杯置放於排煙櫃內之熱板上，蓋上錶玻璃，緩慢迴流 30 分鐘，勿使樣品蒸乾。隨後將燒杯自熱板移開並置放冷卻。
 - d. 以試劑水淋洗燒杯杯壁，再添加約 10 mL 試劑水於燒杯中剩餘之濾紙殘留物並靜置至少 30 分鐘。
 - e. 將燒杯中萃出液移入 20 mL 量瓶或其他刻度容器中，以試劑水淋洗燒杯及任何剩餘之固體物料並將淋洗液加入量瓶。再以試劑水稀釋至標線並搖勻。
 - f. 以尼龍或鐵氟龍材質之注射器自量瓶抽取部分樣品，然後將濾膜置於注射器上，將樣品注入乾淨試管中。繼續此抽取過濾動作至完全抽完離心管內消化濾液。
 - g. 依據上述步驟，最終萃取體積為 20 mL。此時之樣品濾液準備供作後續分析之用。

(二) 儀器調校：參照所使用儀器原廠說明書或參考 NIEA W311、NIEA M104。

(三) 檢量線製備

1. 以蠕動幫浦將樣品溶液導入至電漿後，一般至少需經 30 秒後 (需隨儀器管路長短不同調整)，待系統達成平衡穩定後，方可讀取訊號。
2. 在導入不同的溶液之間，需以檢量線空白溶液清洗管路足夠時間 (約 60 秒，或更長)，以避免記憶效應之干擾發生。
3. 首先分析檢量線空白溶液，續依濃度由低至高之順序，分析至少五個不同濃度的標準溶液，建立檢量線與其線性相關係數。

- (四) 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(若無第二來源標準品時,至少應使用另一獨立配製之標準品)進行分析作確認。其檢量線查核標準品之相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。

八、結果處理

- (一) 空氣中粒狀污染物金屬濃度,計算方式:

$$C = [(\mu\text{g 元素/毫升}) \times (\text{消化體積(例:20毫升)毫升/條}) \times 9 - F_m] / V_{std}$$

C=濃度, $\mu\text{g 元素}/\text{m}^3$ 。

9=濾紙切割成九分之一。

F_m =空白濾紙平均元素濃度, μg 。

對大批之濾紙(500張以上),可任意選擇20至30張濾紙,而小批者,可選擇較少之數量(5%)進行以下之檢驗,依七、(一)2.或七、(一)3.進行分析。

V_{std} =標準採樣空氣體積,立方公尺(m^3)

- (二) 若原樣品經稀釋處理,則樣品測定值必須乘以稀釋倍數。

九、品質管制

- (一) 檢量線線性相關係數須大於或等於 0.995。

- (二) 檢量線查核

1. 檢量線查核分析之相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內,否則必須立即檢查儀器之操作條件或進行儀器之維護保養,並取另一份校正查核標準品或檢量線查核標準品注入儀器分析之,若待分析物訊號仍無法落在上述範圍以內,受影響樣品應利用重新製備之檢量線再次進行分析。

2. 每個元素之檢量線空白值須低於方法偵測極限(MDL)的2倍。如發現檢量線空白值未低於MDL的2倍時,必須找出原因並加以改善,受影響的樣品亦必須重新分析。

- (三) 方法空白樣品分析:空白分析值可接受標準須低於2倍方法偵測極限。

- (四) 查核樣品分析:每10個或每批次樣品至少執行一個查核樣品分析,其回收率應在80~120%範圍內。

- (五) 重複樣品分析:每10個或每批次樣品至少執行一個重複

樣品分析，其相對差異百分比應小於 20%。

(六) 添加樣品分析：每 10 個或每批次樣品至少執行一個添加標準品分析，其回收率應在 80~120% 範圍內 (註 8)。

(七) 現場空白樣品分析：每一批次採樣需製備一個現場空白樣品，檢測值必須低於 MDL 的 2 倍；每 10 個真實樣品應有一個現場空白樣品。該空白樣品不需抽引空氣通過空白濾紙，但需如同真實樣品經過相同之處理與運送操作。

十、精密度與準確度：檢附單一實驗室分析 SRM 標準品之相關數據，詳如表四。

十一、參考資料

(一) US EPA, "Determination of metals in ambient particulate matter using inductively coupled plasma (ICP) spectrometry", Method IO-3.4, 1999.

(二) U.S. EPA, "Selection preparation and extraction of filter material", Method IO-3.1, 1999.

(三) US EPA, "Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry", Method 6010C, Feb., 2007

(四) 行政院環境保護署檢測方法，水中金屬及微量元素檢測方法—感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA W311。

(五) 行政院環境保護署檢測方法，感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA M104。

(六) 蘇國澤、曹國田、雷一弘、程惠生、賴金郎，空氣中多重重金屬調查研究 (2/2)，行政院環保署環境檢驗所「環境調查研究年報」，第 15 期，2008。

註 1：本方法係針對已初步具有光譜、化學和物理干擾校正知識的光譜儀器操作人員而制訂。因涉及複雜樣品基質的分析檢測工作，故在使用本方法時，分析人員必須充分瞭解光譜性、化學性和物理性等干擾問題，並有能力利用適當的修正補償措施，針對各類干擾進行校正的工作。

註 2：以 10% 硝酸溶液進行清洗，再依序以自來水及試劑水沖洗乾淨。

註 3：微波消化樣品之識別，切勿使用條碼或膠帶標示。

註 4：若所使用之微波消化裝置具有溫度回饋控制系統，原則上可無需進行校正。惟功率校正能提供該微波消化裝置長期使用後功

率之變化情況，可作為微波功率穩定性之監測之用，故建議仍宜定期進行此項校正。

- 註 5：為安全考量，人員操作處理濾紙須穿戴呼吸面罩及戴聚乙烯手套。呼吸面罩是為防止吸入微小玻璃碎屑及粒狀污染物。手套則為防護皮膚且避免因皮膚分泌物污染樣品。針對使用呼吸面罩，建議另一替代方式，實驗室如有層流排煙櫃 (laminar flow hood)，宜將樣品濾紙之切割及移轉等操作在層流排煙櫃中完成。
- 註 6：一張濾紙應準備一條以上之濾紙條，供萃取以確保能有適量之樣品體積，供作樣品及品管樣品分析。空白濾紙樣品應與樣品同時進行萃取與分析；消化空白則用於確認所使用試劑中之金屬為相對低濃度。
- 註 7：不同樣品加熱到達 $140 \pm 5^\circ\text{C}$ 之時間可能不同，但基本上由於樣品消化是在溫度到達 $140 \pm 5^\circ\text{C}$ 後，維持加熱 13 分鐘之步驟中進行，故加熱溫度到達 $140 \pm 5^\circ\text{C}$ 之時間長短（從 5 分鐘至 10 分鐘左右），並不會影響樣品消化之結果。
- 註 8：若回收率超出管制範圍，且分析元素又不能以稀釋方式測得時，可使用標準添加法進行分析。
- 註 9：一般清洗原則，將所有可重複使用器皿（玻璃、石英、聚乙烯 PE、Teflon 等），使用前以實驗級清潔劑隔夜浸泡，再以自來水洗滌乾淨，確認沖洗乾淨後浸泡硝酸、鹽酸混合液 (1+2+9) 約 4 小時，再以自來水洗淨，最後再以試劑水沖洗乾淨並乾燥備用。
- 註 10：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 11：檢測廢液，依一般重金屬廢液處理原則處理。

表一 工作標準溶液¹與方法偵測極限²

元素	工作標準濃度	估計方法偵測極限(MDLs) ³	
	mg/L	mg/L	ng/m ³
Al (鋁)	50.0	0.061	13.5
As (砷)	5.0	0.025	5.5
Au (金)	5.0	0.009	1.9
B (硼)	10.0	0.030	6.6
Ba (鋇)	10.0	0.003	0.7
Be (鈹)	2.0	0.002	0.4
Bi (鉍)	10.0	1.030	226.6
Ca (鈣)	40.0	0.103	22.7
Cd (鎘)	4.0	0.005	1.1
Ce (鈰)	5.0	0.048	10.6
Co (鈷)	5.0	0.015	3.3
Cr (鉻)	4.0	0.012	2.6
Cu (銅)	20.0	0.010	2.2
Fe (鐵)	50.0	0.034	7.5
Ge (鍺)	5.0	0.079	17.5
Hg (汞)	5.0	0.055	12.1
In (銦)	5.0	0.081	18.5
K (鉀)	20.0	0.205	45.1
La (鐳)	2.0	0.007	1.5
Li (鋰)	2.0	0.003	0.7
Mg (鎂)	40.0	0.024	5.3
Mn (錳)	10.0	0.004	0.9
Mo (鉬)	5.0	0.009	1.9
Na (鈉)	80.0	---	---
Ni (鎳)	5.0	0.014	3.1
P (磷)	20.0	0.104	22.9
Pb (鉛)	25.0	0.032	7.0
Pt (鉑)	5.0	0.107	23.5
Re (銻)	10.0	0.150	33.0
Rh (銠)	5.0	<u>2.000</u>	440.0
Ru (鈳)	10.0	0.187	41.1
Sb (銻)	5.0	0.025	5.5
Se (硒)	5.0	0.156	34.3
Si (矽)	50.0	0.172	37.8

Sm (釷)	5.0	0.024	5.4
Sn (錫)	5.0	0.042	9.2
Sr (鋇)	5.0	0.001	0.2
Te (碲)	5.0	0.021	4.6
Ti (鈦)	5.0	0.003	0.7
Tl (鉍)	5.0	0.152	33.4
V (釩)	5.0	0.007	1.5
W (鎢)	5.0	0.057	12.5
Y (鈮)	5.0	0.004	0.9
Zn (鋅)	20.0	0.120	26.4
Zr (鋯)	5.0	0.008	1.8

¹ 最低濃度之工作標準液不含金屬。

² 數據來源 01/26/83-03/22/83 分析濾紙。

³ 以採樣速率 1.13 m³/min，採樣時間 24 小時總體積 1627.2 m³，切割濾紙九分之一與每張濾紙消化體積 20 毫升之條件進行分析，儀器使用 Thermo Jarrell Ash Model 975 Plasma Atom Comp ICP。

表二 ICP-AES 檢測元素建議波長

元素	波長 (nm)	元素	波長 (nm)
鋁(Al)	308.22	鈮(Nb)	316.34
砷(As)	193.76	鎳(Ni)	231.60
金(Au)	242.80	磷(P)	214.91
硼(B)	249.77	鉛(Pb)	220.35
鋇(Ba)	493.41	鈀(Pd)	363.47
鈹(Be)	313.04	鉑(Pt)	265.95
鉍(Bi)	195.33	銠(Re)	209.24
鈣(Ca)	396.85	銑(Rh)	343.49
鎘(Cd)	226.50	鈳(Ru)	297.66
鈰(Ce)	446.02	銻(Sb)	206.84
鈷(Co)	228.62	硒(Se)	196.09
鉻(Cr)	357.87	矽(Si)	288.16
銅(Cu)	324.75	釷(Sm)	442.43
鐵(Fe)	259.94	錫(Sn)	189.99
鍮(Ge)	199.82	銦(Sr)	407.77
汞(Hg)	253.65	鉭(Ta)	240.06
銦(In)	230.69	碲(Te)	214.28
鉀(K)	766.49	鈦(Ti)	334.90
鐳(La)	379.48	鉭(Tl)	351.92
鋰(Li)	670.78	釩(V)	292.40
鎂(Mg)	279.55	鎢(W)	202.99
錳(Mn)	257.61	鉕(Y)	371.03
鉬(Mo)	202.03	鋅(Zn)	206.19
鈉 (Na)	589.00	鋯(Zr)	339.20

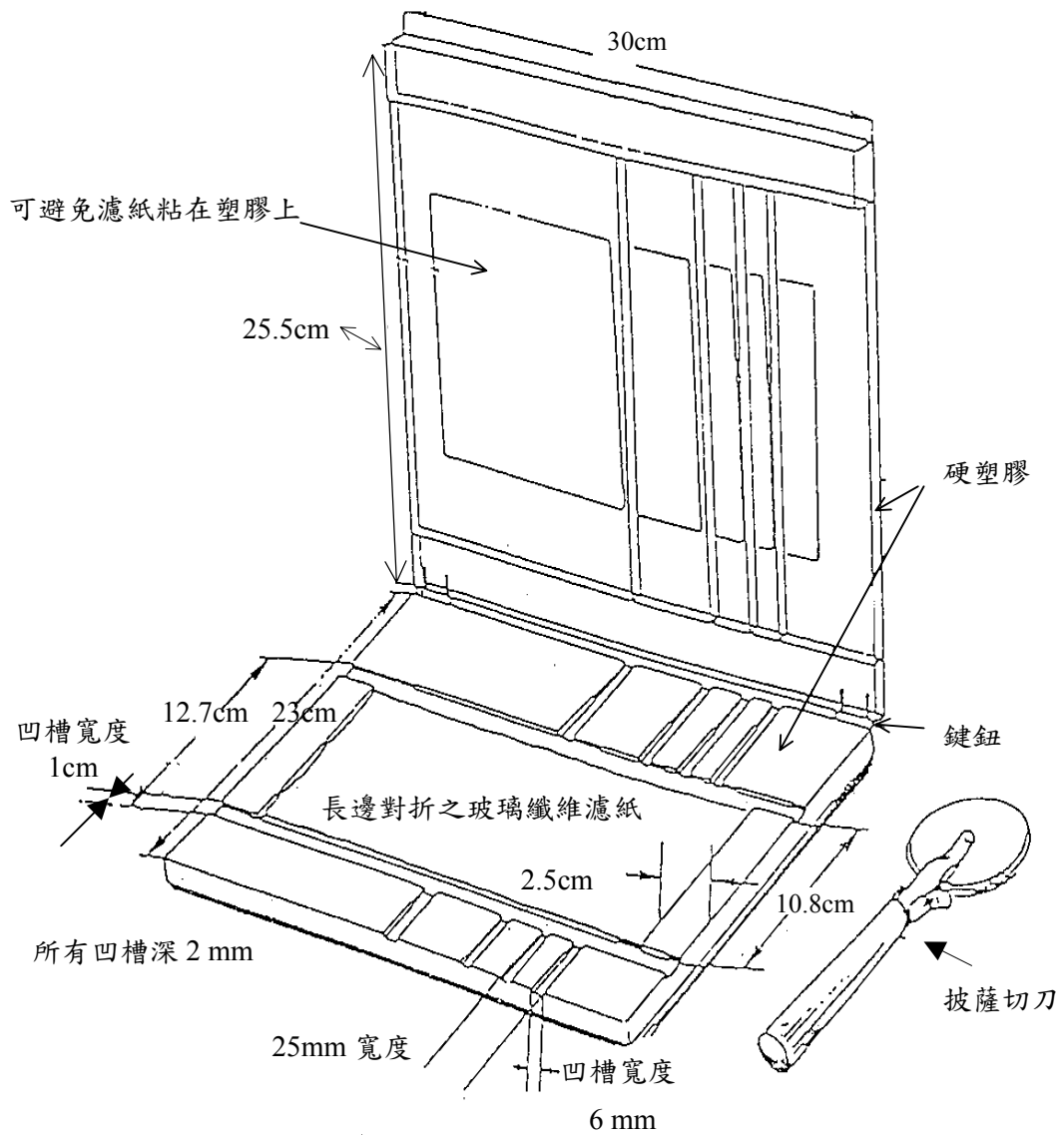
表三 ICP-AES 光譜干擾影響因子

影響元素	影響因子	受影響元素	影響元素	影響因子	受影響元素
鉭(Ta)	0.0166	鈷(Co)	鉍(Bi)	0.0268	銻(Rh)
鉭(Ta)	0.0026	鐵(Fe)	鉍(Bi)	0.0116	硒(Se)
鋁(Al)	0.0141	鉭(Ta)	鉍(Bi)	0.0041	矽(Si)
鋁(Al)	0.0375	釩(V)	鉍(Bi)	0.0125	銻(Sr)
硼(B)	0.0181	鈳(Zr)	鍺(Ge)	0.0071	鋁(Al)
鈹(Be)	0.0020	鈮(Nb)	鍺(Ge)	0.0015	鈹(Be)
鈹(Be)	0.0025	釩(V)	鍺(Ge)	0.0085	鉬(Mo)
鈰(Ce)	0.2313	釩(V)	鍺(Ge)	0.0293	鈮(Nb)
汞(Hg)	0.0574	鈷(Co)	鍺(Ge)	0.1489	鉭(Ta)
汞(Hg)	0.0151	鐵(Fe)	磷(P)	0.0017	鋁(Al)
鐳(La)	0.0028	鐵(Fe)	磷(P)	0.0265	銅(Cu)
鐳(La)	0.0122	釩(V)	磷(P)	0.0016	鐵(Fe)
鉛(Pb)	0.1104	鈮(Nb)	磷(P)	0.0032	鎂(Mg)
鈮(Pd)	0.0247	鈮(Nb)	磷(P)	0.0100	鈮(Nb)
鈮(Pd)	0.1649	釷(Sm)	磷(P)	0.0017	矽(Si)
鈮(Pd)	0.0125	鈦(Ti)	磷(P)	0.0010	鋅(Zn)
鉑(Pt)	0.0600	鉻(Cr)	銠(Re)	0.0240	鋁(Al)
鉑(Pt)	0.0175	鈮(Nb)	銠(Re)	0.0110	硼(B)
鉑(Pt)	0.0210	釩(V)	銠(Re)	0.1609	錳(Mn)
矽(Si)	0.0281	鈮(Nb)	銠(Re)	1.2400	鉬(Mo)
矽(Si)	0.1300	鉭(Ta)	銠(Re)	0.0556	鈮(Pd)
矽(Si)	0.2495	鈳(Zr)	銠(Re)	0.0044	矽(Si)
碲(Te)	0.0254	釩(V)	銠(Re)	0.2146	釩(V)
鉍(Tl)	0.0607	鈰(Ce)	鈳(Ru)	0.0141	鐵(Fe)
鉍(Tl)	0.0229	鈳(Zr)	鈳(Ru)	0.0843	錳(Mn)
鋅(Zn)	0.0132	鉭(Ta)	鈳(Ru)	0.0233	鉬(Mo)
砷(As)	0.0119	鋁(Al)	鈳(Ru)	0.0827	鈮(Nb)
砷(As)	0.1736	鉑(Pt)	鈳(Ru)	0.2531	鉭(Ta)
砷(As)	0.0125	釩(V)	鈳(Ru)	0.0364	鈦(Ti)
鉍(Bi)	0.0083	鋁(Al)	鈳(Ru)	5.5170	釩(V)
鉍(Bi)	0.0212	鉻(Cr)	鈳(Ru)	0.4996	鈳(Zr)
鉍(Bi)	0.0065	鐵(Fe)	鎢(W)	0.0021	鋁(Al)
鉍(Bi)	0.0326	鐳(La)	鎢(W)	0.0039	鎂(Mg)
鉍(Bi)	0.0155	鎂(Mg)	鎢(W)	0.0027	鋅(Zn)
鉍(Bi)	0.0312	錳(Mn)	砷(As)	0.0218	鍺(Ge)

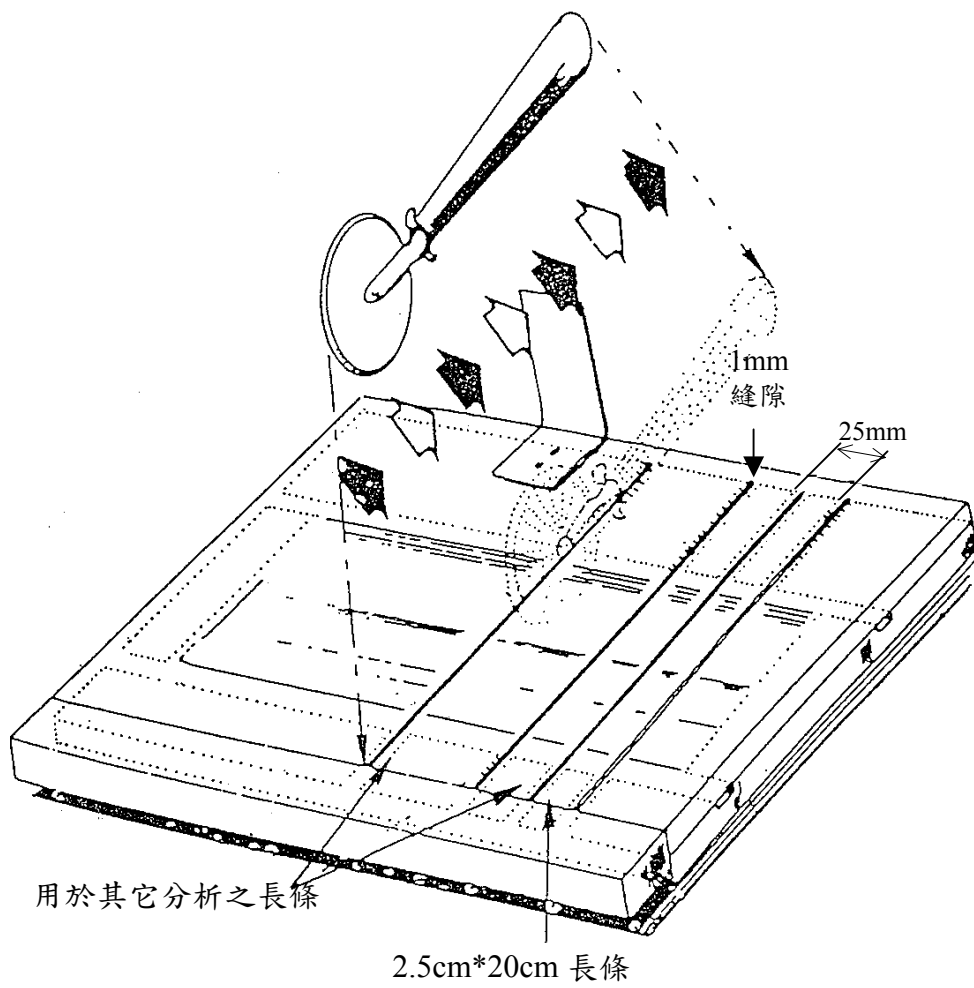
表四 標準品 (NIST SRM 1648) 與添加濾紙之回收率

元素	回收率 (%)	RSD%
添加濾紙條 ¹		
As (砷)	96.5	2.7
Co (鈷)	95.5	3.4
Cu (銅)	76.1	4.3
Fe (鐵)	98.3	3.7
Mn (錳)	96.9	4.0
Ni (鎳)	96.4	3.9
Pb (鉛)	99.1	1.9
Sr (鋇)	96.4	4.4
V (釩)	94.0	2.1
Zn (鋅)	89.4	6.2
NIST SRM 1648		
Ba (鋇)	80	0.8
Be (鈹)	無資料	
Cd (鎘)	114	8.5
Cu (銅)	100	1.4
Fe (鐵)	68	1.4
Mn (錳)	88	1.6
Mo (鉬)	無資料	
Ni (鎳)	90	9.0
Pb (鉛)	95	1.1
V (釩)	79	1.9
Zn (鋅)	97	3.8

1：回收率值係以 X - 射線螢光法分析數據進行計算比較。

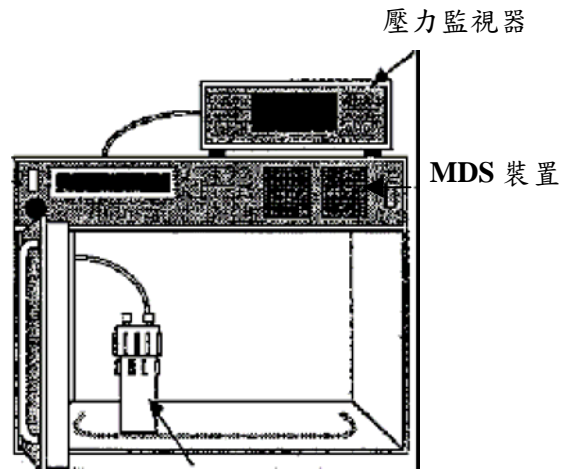


圖一 濾紙切割模板範例



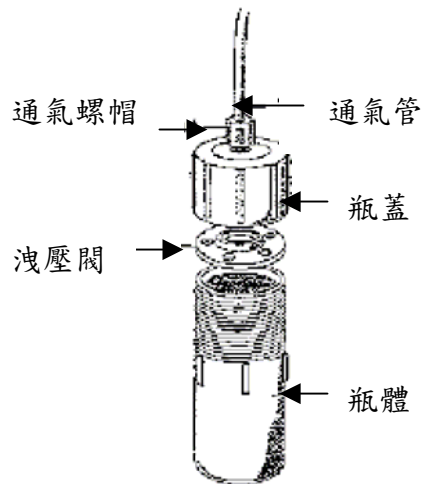
圖二 濾紙切割方法示意圖

微波萃取



壓力監視瓶組件

消化瓶組件



圖三 微波消化系統範例