

事業廢棄物萃出液中六價鉻檢測方法—比色法

中華民國 91 年 6 月 10 日環署檢字第 0910038466 號公告

自中華民國 91 年 6 月 10 日起實施

NIEA R309.12C

一、方法概要

在無特定高濃度的鉬、釩和汞干擾物質下之酸性溶液中，六價鉻與二苯基二氮唑 (Diphenylcarbazide) 反應生成紫紅色物質，此反應相當靈敏，在波長 540 nm 下每摩爾鉻原子約有 40,000 吸收指數，產生之紫紅色物質在波長 540 nm 測其吸光度定量之。

二、適用範圍

本方法適用於事業廢棄物毒性特性溶出程序 (TCLP) 處理後萃出液中六價鉻之檢測。本方法檢測六價鉻濃度範圍為 0.5 至 50 mg/L，超過檢量線範圍，需稀釋至適當倍數再行檢測。

三、干擾

- (一) 六價鉻與二苯基二氮唑反應少有干擾，但當鉻含量相對較低時，某些特定物質如六價鉬或汞之鹽類與試劑反應亦產生顏色而造成干擾；在特定之 pH 值下，此干擾並不太嚴重，鉬及汞的濃度超過 200 mg/L，才可能產生干擾效應。釩之干擾較強，但當濃度 10 倍於鉻時，尚不至造成問題。
- (二) 鐵濃度大於 1 mg/L 會產生黃色，形成干擾，若選擇適當的波長三價鐵的顏色干擾較不嚴重。

四、設備

- (一) 比色裝置：可選擇光徑 1 cm (含) 或以上的 540 ± 20 nm 波長之分光光度計；或使用在波長約 540 nm 光徑 1 cm (含) 或以上具有最大透光率的綠-黃色濾光鏡之濾光光度計。
- (二) pH 計：能精確測量至 ±0.2 單位者。

五、試劑

所有檢測時使用的試劑化合物除非另有說明，否則必須是分析試藥級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，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」之規格。除非特別指定，否則本方法所指的水皆為試劑水。
- (二) 六價鉻儲備溶液：溶解 0.1414 g 之重鉻酸鉀 (已乾燥處理) 於水中，

稀釋至 1,000 mL (1 mL = 50 µg Cr)，亦可使用經確認之市售儲備溶液。

- (三) 六價鉻標準溶液：取 10.00 mL 儲備溶液以水稀釋至 100 mL (1 mL = 5 µg Cr)。
- (四) 硝酸，10 % (v/v)：取適量試劑水加入 10 mL 濃硝酸，最後定量至 100 mL。
- (五) 二苯基二氮唑 (Diphenylcarbazide) 溶液：溶解 250 mg 1,5-二苯基二氮唑於 50 mL 丙酮，儲存於棕色瓶中。溶液如褪色應棄置不用。
- (六) 丙酮：避免使用以金屬或金屬襯墊瓶蓋之容器盛裝之丙酮，否則應經再蒸餾後使用。

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」。
- (二) 樣品已經「事業廢棄物毒性特性溶出程序」所得萃出液應儘速分析，否則應以 HNO₃ 酸化至 pH < 2，貯存於 4 ± 2°C 最長僅可保存 24 小時；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) 顏色形成及測定：取已經適當稀釋或原萃出液 95 mL 置於 100 mL 量瓶中，加入硝酸溶液直至 pH 值為 2.0 ± 0.5 後，再加入 2.0 mL 二苯基二氮唑溶液均勻混合，以試劑水稀釋至 100 mL。靜置 5 至 10 分鐘使完全呈色後，移入 1 cm 樣品槽內，在 540 nm 測其吸光度，以試劑水為對照樣品，吸光度讀數應扣除製備空白吸光值。

樣品本身之色度應藉由一個含有除發色劑外所有試劑之樣品溶液(色度空白)加以扣除，由校正後之吸光度對照檢量線求得六價鉻之濃度 (mg/L)。

<注意> 若經上述步驟稀釋至 100 mL 溶液呈色或混濁，則在加入發色劑前讀取吸光度，並自最終顏色溶液之吸光度讀取中扣除而予校正。

- (二) 檢量線之製備：

- 1、為了校正六價鉻在分析操作上的漏失，鉻 (VI) 之標準溶液與樣品相同步驟處理，標準溶液之濃度範圍約在 0.05 至 1.0 mg/L 之間。
- 2、將標準溶液依樣品相同方式發色。發色完全後移至 1 cm 吸收槽內於 540 nm 測其吸光度。以試劑水作為對照，扣除試劑空白吸光值後得標準溶液之吸光度，以校正後之吸光度對六價鉻濃度 mg/L 做圖，求得檢量線。

(三) 驗證：

- 1、對每一被分析之樣品基質中，是否存在還原條件或化學干擾影響呈色反應，可以分析六價鉻之添加樣品加以驗證。添加樣品中六價鉻之添加量，必須是原樣中濃度之兩倍但不得低於 30 $\mu\text{g/L}$ 。回收率必須在 85~115 % 之間表示無干擾存在。
- 2、添加樣品之濃度若超過檢量線範圍，則以空白液稀釋，使之落入範圍中，並換算求其濃度值。
- 3、若驗證結果顯示抑制性干擾存在，則樣品必須稀釋後再重新分析。
- 4、樣品經稀釋後干擾仍存在，則選用螯合萃取或其他方法分析。

(四) 酸性萃出液其回收率低於 85 % 必須再測試是否因殘留還原劑所造成。首先將萃出液以 1 N 氫氧化鈉調整至鹼性 ($\text{pH}=8.0\sim 8.5$)，再添加後分析，若該原先測得 Cr (VI) 含量小於 5 mg/L 之酸性萃出液，其鹼性溶液之回收率在 85~115 % 之間，則表示此分析方法已經通過驗證。

(五) 所有事業廢棄物毒性特性萃出液添加回收率小於 50 %，且其濃度未超過溶出標準但為溶出標準之 80 % 以上，都必須使用標準添加法分析。

八、結果處理

由檢量線、直接從儀器的吸收度讀值或標準添加法決定六價鉻濃度，所有稀釋倍數必須列入計算。

九、品質管制

- (一) 一般品質管制請參見「事業廢棄物檢測方法總則」、「重金屬檢測方法總則」及「事業廢棄物毒性特性溶出程序」的規定。
- (二) 空白分析：每批次或每 10 個樣品至少做 1 個，於呈色處理及儀器分析過程中需與萃出液同時執行。
- (三) 重覆分析：每批次或每 10 個樣品至少做 1 個重覆分析。
- (四) 查核分析：每批次或每 10 個樣品至少做 1 個查核樣品分析，並求其回收率。

十、精密度及準確度

略

十一、參考資料

- (一) EPA, Chromium, Hexavalent (Colorimetric), Method 7196A, July 1992。
- (二) 行政院環境保護署，重金屬檢測方法總則 NIEA M103.00C，2000。

(三) 行政院環境保護署，事業廢棄物檢測方法總則 NIEA R101.00C，1999。

(四) 行政院環境保護署，事業廢棄物毒性特性溶出程序 NIEA R201.11C，2001。

註 1：實驗室人員應減少或消除廢棄物的量或毒性，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。

