



廢棄物樣品稀釋法

中華民國85年10月24日(85)環署檢字第59205號公告
NIEA R111.00C

中華民國91年3月5日環署檢字第0910014627號公告
修正為NIEA R111.01C



一、方法概要

稱取 1g 樣品置入有蓋的瓶內，以適當溶劑稀釋樣品使最終體積為 10.0 mL。

二、適用範圍

- (一) 本方法係針對非水溶性廢棄物樣品於進行淨化及/或分析前的溶劑稀釋方法。適用於廢棄物樣品中所含之有機物其濃度大於 20,000 mg/kg，且可溶於稀釋溶劑中者。
- (二) 建議於稀釋後的樣品中，取出一部份進行淨化。

三、干擾

- (一) 使用填充管柱/氣相層析質譜儀 (GC/MS) 分析半揮發性有機物方法時，於填充管柱中分離待測物，所使用的鹼性萃取條件下，已有實例證明某些待測物會分解，有機氯農藥中的氯會去除；鄰苯二甲酸酯類會改變；酚類會反應生成單寧酸鹽。當 pH 值增加時，這些反應亦隨之增加；依本方法中反應時間減短，這些反應隨之減少。當分析此類半揮發性有機化合物時，使用連續式液相-液相萃取法/毛細管柱/氣相層析質譜儀分析半揮發性有機物方法；分液漏斗液相-液相萃取法/毛細管柱/氣相層析質譜儀分析半揮發性有機物方法；分液漏斗液相-液相萃取法/填充管柱/氣相層析質譜儀分析半揮發性有機物方法等，皆較連續式液相-液相萃取法/填充管柱/氣相層析質譜儀分析半揮發性有機物方法為佳。
- (二) 溶劑、試劑、玻璃器皿及其他樣品處理過程中所用之器皿，皆可能對樣品分析造成誤差及/或干擾。所有這些物質必須在設定的分析條件下，進行方法空白分析，證明其無干擾。有需要在全是玻璃的系統內進行特定試劑及溶劑純化之蒸餾。
- (三) 樣品中共萃取之干擾物隨來源之不同而異。若被萃取後的樣品，因干擾而無法分析，則樣品萃液須先進行淨化。
- (四) 鄰苯二甲酸酯污染實驗室中許多常用的物品，特別是塑膠製品必須避免使用。因鄰苯二甲酸酯常被用做可塑劑，且極易自塑膠物質中被萃取出來，若不執行一系列的品質管制，則嚴重的鄰苯二甲酸酯污染隨時會發生。
- (五) 玻璃器皿之污染導致分析物裂解：肥皂殘留在玻璃器皿上可能會使某些待測物裂解。這些問題對較難清洗的玻璃器皿（如 500mL K-D 瓶）特別明顯，故須非常小心的以人工清洗此類器皿，以避免此問題。

四、設備

- (一) 玻璃閃爍計數瓶：體積至少為 20 mL，具鐵氟龍或鋁箔內襯螺旋蓋，或同級品。
- (二) 藥杓：不銹鋼或鐵氟龍製。

- (三) 天平：能秤量 100 g 重且精確至 0.01 g 者。
- (四) 附蓋樣品瓶 (Vials and Caps)：2 mL，氣相層析儀自動取樣裝置用之樣品瓶。
- (五) 可丟棄式巴斯德移液管 (disposable Pasteur pipet)。
- (六) 試管架。
- (七) Pyrex 玻璃棉。
- (八) A 級量瓶：10 mL (視需要而定)。

五、試劑

- (一) 無水硫酸鈉 (粒狀)， Na_2SO_4 ：置於淺盤中於 400°C 加熱 4 小時；或以二氯甲烷預洗硫酸鈉純化之。若以二氯甲烷預洗法純化硫酸鈉時，則須進行方法空白測試，證明硫酸鈉中無干擾的存在。
- (二) 二氯甲烷， CH_2Cl_2 ：殘量級或同級品。
- (三) 己烷， C_6H_{14} ：殘量級或同級品。

六、採樣及保存

參考各相關檢測方法。

七、步驟

- (一) 含多種相的樣品於萃取前，須先應用相分離方法進行分離。
- (二) 樣品稀釋可於 10 mL 量瓶內進行；或使用可丟棄式且體積經校正過的 20 mL 玻璃閃爍計數瓶。以移液管準確吸取 10.0 mL 萃取溶劑放入計數瓶內，於瓶外液體凹面底部劃一切線做記號，棄置瓶內溶劑。
- (三) 取經相分離後的每一相的樣品大約 1 g，分別放入 20 mL 或 10 mL 量瓶內 (記錄重量精確至 0.1 g)。用紙巾將瓶口處沾著的樣品拭去，蓋上瓶蓋後，再進行下一個樣品的盛裝，以免交互污染。
- (四) 依樣品特性及各檢測方法，加入 2.0 mL 擬似標準品於所有樣品及空白樣品中，於每批樣品中所選定的添加分析樣品中，加入 2.0 mL 基質樣品添加標準品。於鹼性/中性-酸性樣品分析過程中，在待測萃液中加入擬似標準品及基質樣品添加標準品的量，需使標準品中每一鹼性/中性待測物的最終濃度為 $200 \text{ ng}/\mu\text{L}$ ，每一酸性待測物的最終濃度為 $400 \text{ ng}/\mu\text{L}$ (假設注入量為 $1 \mu\text{L}$)。若應用膠滲透層析淨化步驟，則擬似標準品及基質樣品添加標準品的加入體積須加倍，因於裝填膠滲透層析管時，有一半的萃液會漏失。有關擬似標準品及基質樣品添加標準品溶液的詳細敘述，可參見各有機物檢測方法。
- (五) 以適當的溶劑立即稀釋至 10 mL。欲進行氣相層析/電子捕捉偵測器 (GC/ECD) 分析的化合物，如有機氯農藥及多氯聯苯 (PCBs)，稀釋溶劑須為己烷；若為鹼性/中性及酸性之半揮發性主要污染物，稀釋溶劑須為二氯甲烷；若稀釋液將進行膠滲透層析淨化步驟，則使用二氯甲烷作為所有化合物的稀釋溶劑。
- (六) 於樣品中加入 2.0 g 無水硫酸鈉。
- (七) 蓋緊瓶蓋並搖晃 2 分鐘。
- (八) 於可丟棄式巴斯德移液管內，疏鬆的填充 2 至 3 公分之玻璃棉，將萃液倒入其中過濾之，收集 5 mL 過濾的萃液於玻璃管或瓶中。
- (九) 萃液可供淨化或分析之用，但決定於干擾物被共同萃取出來的程度。

八、結果處理

略

九、品質管制

- (一) 所有試劑空白或基質樣品添加樣品，須進行與真實樣品相同的處理及分析步驟。
- (二) 於進行任何樣品之分析步驟前，分析人員須進行試劑空白分析，以確認所有玻璃器皿及試劑中無干擾。執行每批樣品分析時，須同時進行一方法空白分析，以確認實驗室內無例行的污染。空白樣品必須經過與樣品相同的所有製備及測試步驟。
- (三) 當檢測方法中使用擬似標準品時，擬似標準品必須加入所有樣品中。
- (四) 每批樣品（至多 20 個樣品）分析時，必須執行一個試劑空白，一個基質樣品添加，和一個重覆或基質樣品添加重覆分析。
- (五) 進行氣相層析儀/氣相層析質譜儀之分析時，必須執行品管（QC）查核樣品分析來確認分析系統的功能，須依各檢測方法中品管查核樣品之步驟製備濃縮液。

十、精密度與準確度

參考各有機化合物檢測方法上的測試數據。

十一、參考資料

- (一) U.S.EPA. Waste Dilution, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3580A, July 1992.
- (二) U.S.EPA. Sec. 4.2.2 (Cleanup) of Chapter Four "Organic Analytes ", Test Methods for Evaluating Solid Waste, Sept. 1994.
- (三) U.S.EPA. Organic Extraction and Sample Preparation, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3500A, July 1992.
- (四) U.S.EPA. Sec. 4.1 of Chapter Four "Organic Analytes", Test Methods for Evaluating Solid Waste, Sept. 1994.
- (五) U.S.EPA. Chapter Two "Choosing The Correct Procedure", Test Methods for Evaluating Solid Waste, Sept. 1994.
- (六) U.S.EPA. Gel Permeation Cleanup, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3640A, Sept. 1994.
- (七) U.S.EPA. Chapter One "Quality Control", Test Methods for Evaluating Solid Waste, Sept. 1986.
- (八) 行政院環境保護署環境檢驗所。廢棄物採樣檢測方法總則。NIEA R101.00T。環境檢測方法。中華民國八十四年六月。

附錄：廢棄物樣品稀釋法流程圖

