

...

廢棄物中總鎳檢測方法－火焰式原子吸收光譜法

中華民國85年5月22日(85)環署檢字第26446號公告

NIEA R301.20C

中華民國100年12月15日環署檢字第1000110029號公告修正為NIEA R304.21C

...

一、方法概要

- (一) 火焰式原子吸收光譜法的基本原理是消化後之樣品經噴霧直接送入火焰，於適當火焰條件下原子化，待測元素之原子能夠由光源吸收測定波長之光線，再比較吸收前後的光線強度，可求出樣品中待測之鎳金屬含量。
- (二) 此方法限於測定溶液中之鎳金屬含量；固體樣品或懸浮樣品，均須經適當的前處理，將鎳金屬溶出後，再進行分析步驟。
- (三) 為避免樣品中大量基質之干擾，待測樣品須經適當前處理步驟：含有大量有機質者須經消化處理，含有懸浮固體者須先過濾再分別消化後測試，若欲測定可回收金屬總量時，樣品在過濾前必須先酸化處理。

二、適用範圍

此方法適用於測定廢棄物中鎳之含量。偵測極限、靈敏度及最佳偵測範圍會因儀器機型不同而異，用火焰式原子吸收光譜法測定之濃度若低於偵測極限，則可利用放大座標法、濃縮樣品法或溶劑萃取法偵測之。反之，若濃度過高，則可選擇感度較低之波長或旋轉燃燒頭以偵測之。分析者應照各廠牌儀器說明操作。

三、干擾

- (一) 若有干擾之虞時，參閱 NIEA M 101.00T 原子吸收光譜法之第三節。
- (二) 需要背景校正。
- (三) 高濃度的鐵、鈷或鉻可能造成干擾，應採基質匹配或使用笑氣/乙炔火焰。
- (四) 鎳在 232.14 nm 之非共振光譜線，使得鎳在中至高濃度時之校正曲線呈非線性，此時，必須將樣品稀釋或改用波長 352.4 nm 之光譜線。

四、設備

- (一) 基本設備，參閱 NIEA M 101.00T 原子吸收光譜法之第四節。
- (二) 儀器條件（一般）：
 1. 鎳中空陰極管。
 2. 波長：232.0 nm (主要選擇)，352.4 nm (替代選擇)。
 3. 燃料：乙炔。
 4. 氧化劑：空氣。
 5. 火焰型態：氧化焰（富氧焰，氧氣流量較多）。
 6. 背景校正：需要。

五、試劑

- (一) 參閱 NIEA M 101.00T 原子吸收光譜法之第五節。
- (二) 標準溶液製備：
 1. 儲備溶液:取 1.000 g 鎳金屬(分析試藥級)或 4.953 g 硝酸鎳 ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 分析試藥級)，溶於 10 mL 硝酸，再以試劑水稀釋至 1 L。或購買市售之經確認的標準溶液，再以第二種標準溶液比對驗證。
 2. 分析時，將儲備溶液稀釋做為校正標準品。製備校正標準品時，須使其酸的種類和濃度與處理過的待測樣品相同。

六、採樣及保存

- (一) 建議之採樣體積及樣品保存時間參見表一。
- (二) 樣品瓶須以清潔劑、自來水、1+1 硝酸、自來水、1+1 鹽酸、自來水及試劑水之順序清洗乾淨，以降低由樣品瓶之污染引起之正誤差或負誤差。

七、步驟

- (一) 樣品製備：樣品消化或製備步驟請參閱個別方法之規定，如事業廢棄物毒性特性溶出程序 (NIEA R201.10T)、污泥及沉積物之酸消化法 (NIEA R109.00C)。
- (二) 分析測定：參閱原子吸收光譜法 (NIEA M101.00T) 之第六節。

八、結果處理

參閱原子吸收光譜法 (NIEA M101.00T) 之第七節。

九、品質管制

參閱原子吸收光譜法 (NIEA M101.00T) 之第八節。

十、精密度與準確度

- (一) 對無干擾水溶液樣品，此方法之績效為:最佳濃度範圍: 232.0 nm 波長時，0.3 至 5 mg/L，靈敏度: 0.15 mg/L，偵測極限: 0.04 mg/L
- (二) 單一實驗室內，對於含鎳濃度 0.2、1.0 及 5.0 mg/L 之工業-家庭混合廢水，以硝酸劇烈消化後，再以鹽酸稀釋之方法分析時，其標準偏差分別為 ± 0.011 ， ± 0.02 及 ± 0.04 。在此濃度範圍之回收率分別為 100%，97% 與 93%。
- (三) 表二所示為美國聯邦與合約實驗室之實驗結果，此分析數據用以顯示樣品製備結合分析方法之整體精密度。

十一、參考資料

- (一) Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes，EPA-600/4-82-055，December 1982，Method 249.1
- (二) Gaskill，A.，Compilation and Evaluation of RCRA Method Performance Data，Work Assignment No.2，EPA Contract No. 68-01-7075，September 1986.

- (三) U.S.EPA, Nickel(Atomic Absorption, Direct Aspiration), Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 7520, September 1986.
- (四) U.S.EPA, Atomic Absorption Methods, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 7000A, July 1992.
- (五) U.S.EPA, Acid Digestion of Sediments, Sludges and Soils, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3050A, July 1992.
- (六) 行政院環境保護署環境檢驗所, 原子吸收光譜法, 環境檢測方法彙編, 中華民國八十三年十二月.
- (七) 行政院環境保護署環境檢驗所, 事業廢棄物毒性特性溶出程序, 環境檢測方法彙編, 中華民國八十三年十二月.
- (八) 行政院環境保護署, 污泥及沉積物之酸消化法, 行政院環境保護署公報第九卷第七期, 中華民國八十五年七月.

表一 水溶液和固體樣品中鎳元素測定時之樣品保存時間、消化必須的樣品量及建議之採樣量

樣品型態	消化必須的樣品量 ^a	採樣量 ^a	處理/貯存保存時間
水溶液			
總量	100 mL	600 mL	以 HNO ₃ 酸化至 pH<2 6 個月
溶解性	100 mL	600 mL	以 HNO ₃ 酸化至 pH<2 6 個月
懸浮	100 mL	600 mL	以 HNO ₃ 酸化至 pH<2 6 個月
固體			
總量	2g	200g	6 個月

^a 除非特別聲明

表二 方法績效數據 樣品基質	製備方法	實驗室重覆分析數據
廢水處理污泥	酸消化法	13,000、10,400 ug/g

附錄：廢棄物中總鎳檢測方法－火焰式原子吸收光譜法流程圖

