

# 廢棄物與海洋棄置物質中總氰化物萃取方法

中華民國 100 年 8 月 3 日環署檢字第 1000066323 號公告

自中華民國 100 年 10 月 15 日生效

NIEA R402.21C

## 一、方法概要

樣品中含有大量固體或固體量足以干擾在蒸餾瓶中樣品之攪拌及均勻化，或含有大量油脂而形成乳化之干擾時，樣品必須以  $\text{pH} \geq 10$  之水萃取，萃取液依總氰化物與可氰化處理之氰化物檢測方法(NIEA R407)分析。若樣品為多層相，則必須過濾將液相和油及固體分離，由上述步驟所得之非液相成份可逕行萃取，萃取液和濾液兩部份，依組成比例合併為樣品溶液，或將各成份分開分析，報告每個組成的總氰化物含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於固體、油脂類、多層相廢棄物及海洋棄置物質中總氰化物之萃取。

## 三、干擾

略。

## 四、設備及材料

(一) 旋轉裝置：可充分攪動密閉之 1 L 或更大體積容器。充分攪動時，所有樣品的表面可連續和萃取液接觸，並防止樣品和萃取液形成分層化現象。

(二) pH 計或 pH 試紙。

(三) 天平：可稱量至 0.1 g 。

(四) 過濾裝置：

1. 布氏漏斗 (Buchner funnel)：容量 500 mL，可連接 1L 真空過濾瓶。

2. 玻璃棉：過濾用，直徑  $0.8 \mu\text{m}$  (如 Corning Pyrex 3950)。

3.真空源：真空幫浦或水驅動抽氣器，有閘或止水栓可釋放真空。

(五) 分液漏斗：500 mL。

## 五、試劑

(一) 試劑水：不含氰化物之蒸餾水或去離子水。

(二) 氫氧化鈉溶液 (50% w/v)：取 500 g 氫氧化鈉溶於試劑水，以試劑水稀釋至 1 L。

(三) 正己烷：分析試藥級。

## 六、採樣及保存

樣品必須冷藏於  $4 \pm 2^\circ\text{C}$ ；於採樣後 14 天內完成萃取，萃取後 14 天內完成分析。

## 七、步驟

萃取流程如圖一。如已知樣品中含有相當量的總氰化物 (50 mg/kg 以上)，則可省略萃取步驟，直接於蒸餾瓶中，以 500 mL 試劑水稀釋少量固體樣品 (1~10 g)，並於蒸餾進行中，以磁石攪拌使成懸浮的漿狀物後，依方法 NIEA R407 進行分析。

(一) 如樣品不含任何液相，則直接依步驟 (六) 進行。如樣品為均勻的液體或漿狀物，在蒸餾瓶中以鐵氟龍包覆之磁石攪拌時，可混合使固體完全懸浮而不分層或不沉降者，皆不需經萃取步驟，該樣品可直接依方法 NIEA R407 進行分析。

(二) 組合過濾裝置。將過濾用之玻璃棉展開，以輕壓的方式折疊纖維數次，使其厚度約為 1 cm，剪成和布氏漏斗密合的形狀，稱玻璃棉層重量後，置於布氏漏斗中打開抽氣裝置，再以已知量的試劑水潤濕玻璃棉層。

(三) 先將樣品液相部分以多次少量的方式將其移至布氏漏斗上，用已知量的試劑水淋洗樣品容器，然後將淋洗液併入布氏漏斗。當漏斗上不見殘留液相時，緩慢打開閘使空氣

進入真空過濾瓶。在此過程中少量的沈積物可能會通過玻璃棉層，但此並不會造成干擾。

- (四) 將固體和玻璃棉層稱重。由於大部份油脂不能通過玻璃棉層，所以會和固體一同萃取。如果濾液中含有油層，將濾液移入分液漏斗中，收集並量取水層體積，油層則與玻璃棉層上的固體合併稱重。
- (五) 固體或油層及玻璃棉層的重量減去步驟(二)中所稱得的乾玻璃棉層重得到總固體重；步驟(四)中的濾液體積減去步驟(三)中的淋洗液總體積得到樣品中液相淨體積。
- (六) 將 500 mL 試劑水、5 mL 氫氧化鈉溶液 (50% w/v) 及 50 mL 正己烷 (如有大量油脂存在時) 置入 1 L 廣口萃取瓶內。如總固體重量 (步驟(五)) 大於 25 g，則稱取代表性樣品 25 g 置於瓶內，否則將所有固體皆放入瓶中，蓋上瓶蓋。
- (七) 在整個萃取步驟和隨後的過濾，萃取液之 pH 值必須維持在 10 以上，由於有些樣品可能釋放出酸，所以其 pH 值必須以下列方法監測 (註)：振盪萃取液 1 分鐘後，打開瓶蓋，檢測 pH 值，如果 pH 值小於 12，則連續分次添加 5 mL 之氫氧化鈉溶液 (50% w/v)，直到 pH 值至少達到 12，重新蓋上瓶蓋且重複此步驟，直到 pH 值不再下降為止。
- (八) 將萃取瓶覆以足夠的發泡絕緣墊以為保護，再置於旋轉裝置上，打開旋轉裝置萃取  $16 \pm 2$  小時。
- (九) 依步驟(二)準備玻璃棉層及過濾裝置。
- (十) 將萃取液傾倒於布氏漏斗上過濾之。
- (十一) 若萃取液含有油層，可使用分液漏斗將水層分離。分離和過濾只要能量取到被分析水層萃取液之體積即可。少量的懸浮固體和油乳化物將不會造成干擾。

## 八、結果處理

- (一) 將部分樣品濾液與萃取液依下式比例混合形成代表性樣品溶液以進行分析。或者，樣品濾液與萃取液分別蒸餾及分析，報告時分別報告每相層之濃度及每相在樣品中所佔之量。

$$\frac{\text{部分樣品濾液 (mL)}}{\text{部分樣品萃取液 (mL)}} = \frac{\text{萃取時所用固體重量 (g)}}{\text{總固體重}^a \text{(g)}} \times \frac{\text{總樣品過濾液體積}^b \text{(mL)}}{\text{總萃取液體積}^c \text{(mL)}}$$

- a：總固體重為步驟（五）中固體或油層及玻璃棉層的重量減去乾玻璃棉層重
- b：總樣品過濾液包含步驟（二）及（三）中所有之淋洗液體積。
- c：總萃取液體積為步驟（十一）中 500 mL 的水加上氫氧化鈉溶液的體積，但不包括正己烷的體積，因為最後必須分離除去。

- (二) 如樣品須以乾基表示濃度，則於檢測同時另取一份樣品，依照「事業廢棄物水分測定方法—間接測定法」（NIEA R203），測定樣品中水分含量，以備乾基表示濃度之計算。

## 九、品質管制

略。

## 十、精密度與準確度

單一實驗室測試固體樣品之回收率在 60 至 90%，測試油脂樣品之回收率在 88 至 92%。

## 十一、參考資料

- (一) U.S. EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 9013A, Cyanide Extraction Procedure For Solids And Oils, November 2004.
- (二) 1985 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 11.01; Standard Specification for Reagent Water; ASTM Philadelphia, PA, D1193-77, 1985.

(三) 行政院環境保護署，總氰化物與可氯化處理之氰化物檢測方法 NIEA R407。

(四) 行政院環境保護署，水中氰化物檢測方法一分光光度計法 NIEA W410。

註：氰化氫氣體劇毒應特別小心，最好在排煙櫃內操作。

