

廢棄物資源化建材溶出特性試驗－無機成分可溶出量測定

中華民國 99 年 10 月 20 日環署檢字第 0990094790 號公告

自中華民國 99 年 10 月 20 日起實施

NIEA R218.10C

一、方法概要

本方法需將樣品粉碎、研磨至粒徑 $< 125\ \mu\text{m}$ (ASTM 120 mesh)，以試劑水為萃取液，液固比 (L/S) 為 50 L/kg，於第一階段控制 $\text{pH} = 7$ ，攪拌 3 小時後，收集萃出液；第二階段控制 $\text{pH} = 4$ ，攪拌 3 小時，再次收集萃出液，將兩階段萃出液合併後，分析各待測物濃度，計算無機物可溶出量 (Leaching availability)、中和酸容量 (Acid neutralizing capacity)。

二、適用範圍

本溶出特性試驗係用於測試廢棄物資源化建材的無機成分可溶出量。

三、干擾

略

四、設備及材料

- (一) 天平：可精秤至 0.01 g 者。
- (二) 燒杯：PTFE (鐵弗龍) 或 TPX (聚 4-甲基戊烯) 材質，容量 1 L 以上之燒杯，先以 1 M 硝酸及試劑水清洗。
- (三) 儲存瓶：聚乙烯、聚丙烯等惰性材質。
- (四) 磁石：PTFE 材質包覆者。
- (五) 磁石攪拌裝置。
- (六) pH 計：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01，其準確性可達 $\pm 0.05\ \text{pH}$ (建議最好使用具有 pH 控制功能 (pH stat) 者)。
- (七) 玻璃量管或滴定設備：可讀至 0.1 mL，建議使用可與 pH 計配合者。
- (八) 過濾裝置：適當之加壓或抽氣過濾裝置。

- (九) 濾膜：孔徑大小為 $0.45\ \mu\text{m}$ ，使用前先以 $1\ \text{M}$ 硝酸及試劑水清洗。
- (十) 預過濾裝置：使用濾膜之最大孔徑為 $1.5\ \mu\text{m}$ ，過濾前先以 $1\ \text{M}$ 硝酸及試劑水清洗。
- (十一) 粉碎機：使用適當之粉碎機，可將樣品減積至本方法需求者，必要時搭配研磨器使用。
- (十二) 標準篩網：孔徑 $125\ \mu\text{m}$ (ASTM 120 mesh)，為不銹鋼或尼龍材質。
- (十三) 空調設備：能維持試驗溫度於 $18\sim 22\ ^\circ\text{C}$ 之間。

五、試劑

- (一) 硝酸 (HNO_3) 溶液，濃度約 $1\ \text{M}$ ：將 $64\ \text{mL}$ 濃硝酸（試藥級）緩慢加入約 $800\ \text{mL}$ 試劑水，定容至 $1\ \text{L}$ 。
- (二) 萃取液：試劑水，其導電度須小於 $1\ \mu\text{mho}/\text{cm}$ （比電阻大於 $1\ \text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）。

六、採樣及保存

- (一) 依採樣計畫執行樣品採樣，採集之樣品重量應足以進行水分測定、萃取及品質管制所需。
- (二) 樣品須於 $4\pm 2^\circ\text{C}$ 冷藏，檢測項目保存時間遵循 NIEA R201「事業廢棄物毒性特性溶出程序」的規定。

七、步驟

- (一) 將樣品粉碎、研磨至粒徑 $< 125\ \mu\text{m}$ 。
- (二) 準確稱取燒杯空重至 $0.01\ \text{g}$ ，小心加入樣品於燒杯中，使樣品重 (M) 為 $16\pm 2\ \text{g}$ ，依據下述二階段進行溶出程序，萃取期間溫度保持於 $20\pm 2^\circ\text{C}$ 。同時另取適量樣品依照 NIEA R203「事業廢棄物水分測定方法—間接測定法」測定水分含量 (θ)，流程如圖一所示。
- (三) 第一階段萃取
 1. 量取萃取液的重量 (M_w) 為 $50\times M\pm 10\ \text{g}$ 注入燒杯中並放入磁石，稱取燒杯總重 (M_{tot}) 並記錄之，此總重包含燒杯、樣品、磁

石及萃取液的重量。

2. 進行攪拌，攪拌速度設定在可使全部的固體形成懸浮狀，但不要攪拌太快，避免液面吸收空氣中之二氧化碳。
3. 為了區分樣品的酸鹼反應性質，首先進行 10 分鐘持續攪拌。第 1 分鐘時，讀取溶液的 pH 值表示為(pH_A)，10 分鐘後讀取溶液的 pH 值表示為(pH_B)。
4. 根據 pH_A 、 pH_B ，依下列方式判斷樣品的酸鹼反應性質：

$\text{pH}_A > 10$: 鹼性反應

$\text{pH}_A < 10$ 及 $\text{pH}_B > 7$: 中性反應

$4 < \text{pH}_B < 7$: 弱酸性反應

$\text{pH}_B < 4$: 酸性反應

5. 若是鹼性或中性反應，加入 1 M 硝酸調整溶液 pH 值到 7.0 ± 0.5 ，並且維持在此 pH 下，持續 3 小時攪拌萃取，記錄硝酸加入的體積 (V_1)。
6. 若是為弱酸性或酸性反應，就不需加入 1 M 硝酸，pH 值僅由樣品本身決定，持續 3 小時攪拌萃取。
7. 使用 $0.45 \mu\text{m}$ 濾膜過濾樣品懸浮溶液，若懸浮微粒會阻塞濾膜，則先以 $1.5 \mu\text{m}$ 濾膜預濾之。
8. 將過濾後之萃出液收集於儲存瓶。

(四) 第二階段萃取

1. 將過濾後的殘留物，含濾膜、預濾膜、磁石移到燒杯中，使用萃取液清洗過濾裝置並將清洗的萃取液收集在上述燒杯內。
2. 加入足夠量的萃取液，使得燒杯的總重回到 M_{tot} ，此總重包含燒杯、殘餘樣品、濾膜、磁石及萃取液的重量。
3. 開始攪拌，若樣品為鹼性、中性或弱酸性反應時，加入 1 M 硝酸直到 pH 值為 4.0 ± 0.1 ，並且維持在此 pH 下，持續 3 小時攪拌萃取，記錄硝酸加入的體積 (V_2)。

4. 若樣品為酸性反應，不需再加酸或鹼，持續攪拌 3 小時後進行過濾，收集萃出液，過濾方式與第一階段相同。

(五) 合併第一、二階段所得到的萃出液，依各待測成分檢測需要量，分別取萃出液適當保存（註 1），各成分檢測方法依各公告檢測方法之規定（註 2）。

八、結果處理

(一) 各待測成分可溶出量（ U_{avail} ）之計算（以乾基計）

$$U_{avail} = \frac{C}{1000} \times \frac{(2V_0 + V_1 + V_2)}{M \times (1 - \theta)}$$

U_{avail} ：各待測成分可溶出量，mg/kg（乾基重）。

C ：萃出液中各待測成分濃度， $\mu\text{g/L}$ （註 3）。

V_0 ：第一階段中所加入的萃取液的體積（ M_w ），mL。

V_1 ：第一階段中 1 M 硝酸所加入的體積，mL。

V_2 ：第二階段中 1 M 硝酸所加入的體積，mL。

M ：樣品的重量，g。

θ ：水分含量，g/g。

(二) 中和酸之容量（Acid neutralizing capacity，簡稱 ANC）（以乾基計）：

$$ANC = \frac{V_1 + V_2}{M \times (1 - \theta)}$$

ANC ：中和酸之容量，mol/kg（乾基重）。

V_1 ：第一階段中 1 M 硝酸所加入的體積，mL。

V_2 ：第二階段中 1 M 硝酸所加入的體積，mL。

M ：樣品的重量，g。

θ ：水分含量，g/g。

九、品質管制

- (一) 樣品取得應全部從同一批次取得，且樣品製備應在同一條件下進行，所有化學分析須由同一實驗室進行。
- (二) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次重複樣品分析，以檢驗本方法的精密度。

十、精密度與準確度

依據參考資料(一)附錄內容，以 10 個實驗室及 6 種固體建材及廢棄物資源化建材進行評估，針對可溶出量的待測成分之重複性 (S_r , repeatability) 及再現性 (S_R , reproducibility) 測試提供下列數據：

	中值	範圍
ΣU_{avail} 的 S_r	4%	1%-7%
ΣU_{avail} 的 S_R	8%	1%-24%

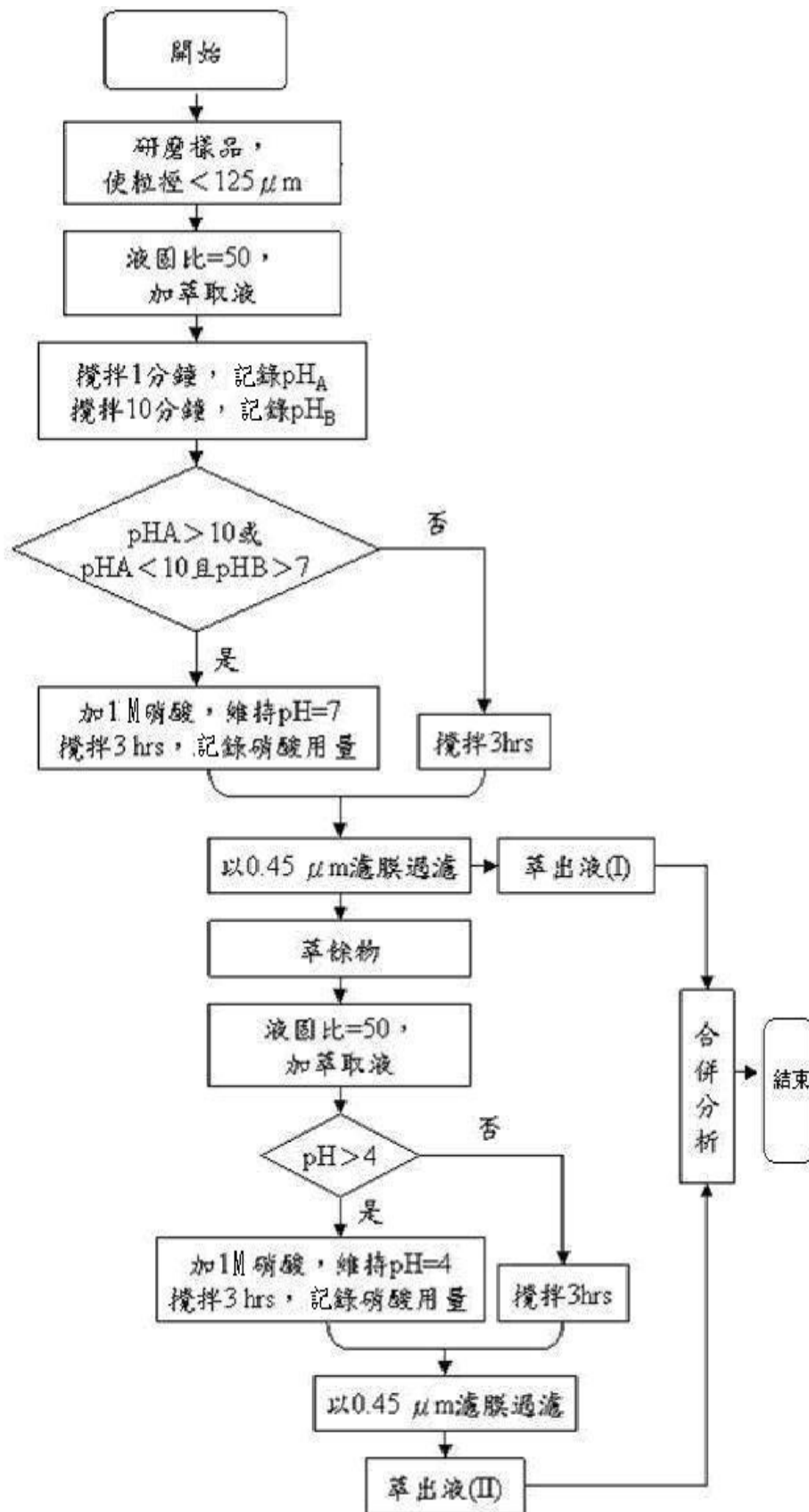
十一、參考資料

- (一) NEN 7341：Leaching characteristics of solid (earthy and stony) building and waste materials-Leaching tests-Determination of the availability of inorganic components for leaching (March 1995)
- (二) NEN-ISO 5725：Precision of testing methods. Determination of the repeatability and reproducibility of standardized test methods by inter-laboratory testing (1990)

註 1：進行金屬分析的萃取液通常是以硝酸為保存劑，將萃取液酸化至 pH < 2 的方式保存，若每 250 mL 的萃出液需加入 1 mL 以上的保存劑時，各待測成分濃度需要校正。欲進行陰離子分析的萃取液（如氯離子、硫酸根離子或氟離子），不需加酸保存。

註 2：分析方法詳其個別待測物分析方法，例如：萃出液中重金屬依 NIEA R306「事業廢棄物萃出液中重金屬檢測方法—酸消化法」進行分析，萃出液重金屬中總汞依 NIEA R314「事業廢棄物萃出液中總汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法」進行分析；陰離子(如氯離子、硫酸根離子或氟離子)可使用離子層析法分析。

註 3：若待測物分析濃度小於其方法偵測極限值，可將其方法偵測極限值視為待測物分析濃度，計算所得為待測物之可溶出量上限值。



圖一 測試流程圖