

本院環境檢測標準方法研商會 議程

一、主席致詞

二、方法草案討論

- (一) 汽車排放空氣污染物光學遙測方法(NIEA A460.80B)草案 (檢測技術中心 程惠生)
- (二) 土壤中重金屬檢測方法—微波輔助王水消化法(NIEA S301.62B)草案 (檢測技術中心 葉玉珍)
- (三) 排放管道中重金屬檢測方法(NIEA A302.74C)草案 (檢測技術中心 黃韋中)

三、主席結論

註 1：會議資料請上本院網站草案預告區及最新消息查詢

註 2：會議以 **Google Meet** 視訊召開，當日視訊連結網址

<https://meet.google.com/vxn-gnsi-tdt>

報名表 QR 碼



報名表連結：<https://forms.gle/eTRWZQgB5Ub5R2yq7>

汽車排放空氣污染物光學遙測方法(NIEA A460.80B)草案總說明

為執行使用中汽車排放空氣污染物檢測，參考環境部一百十三年委辦計畫「汽車排氣污染導入科技監視及強化使用中車輛管理專案計畫」驗證執行成果，爰依空氣污染防制法第四十九條第三項，擬具「汽車排放空氣污染物光學遙測方法(NIEA A460.80B)」草案，其要點如下：

- 一、 本方法利用光線穿過汽車行駛過後所排出的尾氣，藉由光線被尾氣吸收後衰減程度，量測各氣體相對於二氧化碳比值換算出各污染物濃度，再結合車牌辨識系統等設備，作為篩選汽車排放空氣污染物之依據。
- 二、 本方法適用於汽車（指在道路上不依軌道或電力架設，而以原動機行駛之車輛，包括機車）行駛道路排放污染物（一氧化碳、二氧化碳、碳氫化合物、一氧化氮）濃度檢測。

汽車排放空氣污染物光學遙測方法(NIEA A460.80B)草案

公 告	說 明
主旨：訂定「汽車排放空氣污染物光學遙測方法(NIEA A460.80B)」，並自中華民國一百十五年十二月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：空氣污染防制法第四十九條第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

汽車排放空氣污染物光學遙測方法草案

NIEA A460.80B

一、方法概要

本方法利用光線穿過汽車行駛過後所排出的尾氣，藉由光線被尾氣吸收後衰減程度（註1），量測各氣體相對於二氧化碳比值換算出各污染物濃度，再結合車牌辨識系統等設備，作為汽車排放空氣污染物篩測之工具。

二、適用範圍

本方法適用於汽車（指在道路上不依軌道或電力架設，而以原動機行駛之車輛，包括機車）行駛道路排放污染物（一氧化碳、二氧化碳、碳氫化合物、一氧化氮）濃度篩測。

三、干擾

- （一）降雪、下雨或過多煙塵之天氣會影響吸收光譜的辨識結果。
- （二）在低溫環境時，汽車排氣所產生的蒸汽過多會使光譜波長被吸收或散射而產生干擾。
- （三）汽車行駛過於密集，排放煙團重疊會影響污染物濃度判定。

四、設備與材料

（一）環境量測設備

- 1.溫度計：測量範圍 -10°C 至 50°C ，其最小刻度為 1.0°C 。
- 2.大氣壓力計：測量範圍 80 kPa 至 110 kPa，其最小刻度為 1 kPa。
- 3.測距儀：最小刻度為 0.5 公分。

（二）氣體光譜偵測設備（以下簡稱遙測設備）

- 1.氣體光譜儀：主要包含光源及偵測模組(Source and detector module, SDM)、光束反射鏡面(Corner cube mirror, CCM)等，光源模組發射光束通過汽車尾氣至對向反射鏡面，光束反射後至偵測模組，或光束通過汽車尾氣至對向偵測模組，每輛車輛排氣取樣時間應小於1秒，取樣數量每秒至少100個樣品($\geq 100\text{ Hz}$)。
- 2.氣體光譜儀偵測污染物種類、測量範圍及準確度規範如表一。

（三）汽車速度量測設備

量測範圍至少包含 20 km/h 至 110 km/h，誤差須小於 ± 3 km/h，量測汽車速度之取樣頻率為 10 Hz 或更佳。

（四）車牌辨識系統

- 1.由數位攝影機及供電電源組成，且可配置焦距、光圈等遠端控制模組，將圖像資料傳輸到主控電腦。
- 2.拍攝功能：具備拍攝通過汽車圖片與辨識車牌號碼功能，且最小解析度須達 1,280 像素×720 像素以上。
- 3.影像處理要求：車牌辨識速度須小於 3 秒，車牌圖像捕獲率須達 95 % 以上，車牌圖像辨識率須達 85 % 以上。

（五）資料處理及傳輸設備

- 1.主控電腦：具備獨立設備作業系統，協調各部件工作，完成汽車視頻及環境資訊、排氣濃度資料擷取、進行資料分析和資料傳輸等功能。
- 2.連網功能：具備固定網路或 Wi-Fi 5（含）以上、4G（含）以上無線網路連網能力。
- 3.設備作業系統：須具備設備光學校正、測量氣體濃度品質確認、可顯示與記錄污染物濃度、汽車圖像、環境量測設備數值、汽車行駛速度、加速度等功能。

五、試劑

混合標準氣體：含一氧化碳、二氧化碳、丙烷、一氧化氮，其濃度及規範詳如表二，其氣體濃度品質須能追溯至國家或國際標準。

六、採樣與保存

（一）環境條件

- 1.無雨、無霧、路面無積水、無明顯揚塵。
- 2.環境溫度：10 °C 至 50 °C。
- 3.大氣壓力：86 kPa 至 106 kPa。

（二）遙測設備設置地點

- 1.量測地點優先選擇視野良好，且路面平整的長上坡（坡度 ≤ 5 %）直線道路。
- 2.量測地點車流方向前方 20 公尺內無紅綠燈設置。

- 3.量測路段優先選取單車道路段，其次為雙車道路段。
- 4.設置地點須有足夠空間，放置遙測設備及提供操作人員安全執行遙測。

(三) 設備架設

1.水平式遙測設備：

- (1) 光束反射式：反射鏡面應放置於光源及偵測模組對面，光源與偵測模組置於同側。其遙測設備偵測水平距離建議介於3公尺至9公尺間，示意圖如圖一。
- (2) 光束直偵式：光源與偵測模組置於對面，光源發射光束直接由對向偵測模組進行測量。其遙測設備偵測水平距離建議介於3公尺至9公尺間，示意圖如圖一。

2.垂直式遙測設備：

- (1) 光束反射式：反射鏡面應放置於光源及偵測模組下面，光源與偵測模組置於同側。其遙測設備偵測高度建議至少離地面5公尺以上，示意圖如圖二。
- (2) 光束直偵式：光源與偵測模組置於上下側，光源發射光束直接由下側偵測模組進行測量。其遙測設備偵測高度建議至少離地面5公尺以上，示意圖如圖二。

七、步驟

(一) 遙測設備設定

- 1.開啟主控電腦及氣體光譜儀電源，將光束照射於反射鏡或對向偵測模組進行光學偵測強度校準，水平式遙測設備須能測量距道路中心路面高度 20 公分至 40 公分。
- 2.調整光源/偵測模組與光束反射鏡面固定裝置，校準光束強度，並依據原廠技術手冊之規定設定。

(二) 影像拍攝與資料傳輸

- 1.車牌辨識系統置放於道路側邊或道路門架上，連接影像訊號至主控電腦，攝像鏡頭對準道路中心，並視道路實際情況調整鏡頭角度。
- 2.藉由汽車圖像確認汽車車牌可明確辨識。

(三) 標準氣體檢查及遙測

- 1.遙測設備於開始量測前及每工作日執行1次標準氣體濃度檢查，

使用序號3 混合標準氣體鋼瓶（如表二）進行準確度檢查。

- 2.將標準氣體鋼瓶開關旋轉至全開，並調整次級壓力錶輸出壓力值調整至約 2.1 kg/cm^2 至 2.8 kg/cm^2 或依原廠規範要求設定。
- 3.啟動遙測設備作業系統，導入各濃度標準氣體並記錄讀值，其與標準氣體之差值均符合表一靜態檢查之誤差範圍內。
- 4.將序號3 混合標準氣體導入光源鏡面前，量測出鋼瓶內各氣體與二氧化碳濃度之比值，以 CO_2 濃度作為 X 軸，各氣體濃度為 Y 軸，分別繪製各氣體與 CO_2 之不同濃度關係圖。
- 5.藉由前述各氣體濃度與二氧化碳濃度之比值，產生修正係數 (Correction factors, CF) 俾後續遙測汽車排放空氣污染物之測值修正（註2）。
- 6.汽車經過遙測設備時，需先量測背景值；從汽車通過光束期間，於 0.7 秒期間取每 10 毫秒數據之平均值作為尾氣最低濃度，找出二氧化碳最高電壓值作為乾淨空氣基準值 (Clean air reference, CAR) 或以其他適當方式決定，以作為後續所有濃度扣除之依據。
- 7.使用遙測設備量測汽車尾氣並記錄汽車通過氣體光譜儀時行駛之速度與加速度，俾計算汽車行駛負載之汽車比功率 (Vehicle specific power, VSP)（註3）。
- 8.使用遙測設備配置之速度量測設備取得汽車速度，其量測原理為利用設置於道路兩側之光學感測器或雷射測速設備，當車輛通過檢測區域時，車輪會依序切斷這些平行光束，觸發系統內部的計時器，因兩道光束間的距離(L) 固定，系統透過兩者之間時間差，即可計算出汽車通過該區間瞬時車速(V)。
- 9.利用兩組固定間距之雷射光束形成電子閘門，記錄前輪與後軸輪胎通過兩道光束之時間，藉由已得汽車車速據以計算加速度。汽車於量測區內如為等加速度運動，前輪與後軸輪胎量測所得之速度差可用以推算縱向加速度(a)（註4）。
10. 量測結束後，依據七、（三）1.至 4.確認氣體光譜儀準確度。

八、結果處理

（一）遙測數據資料須符合下列要求（註5）：

- 1.汽車比功率 VSP 須介於 0 kW/ton 至 30 kW/ton 。
2. $\text{CO}+\text{CO}_2$ 體積濃度 $\leq 21 \%$ 。
- 3.HC 體積濃度 $\leq 20,000 \text{ ppm}$ 正己烷(C_6H_{14})。
4. CO_2 體積濃度 $\leq 16 \%$ 。

5.NO 體積濃度 $\leq 7,000$ ppm。

(二) 數值表示與轉換

- 1.遙測結果一氧化碳(CO)、二氧化碳(CO₂)以%表示；碳氫化合物(HC)、一氧化氮(NO)以 ppm 表示。
- 2.結果需記錄遙測各污染物最大濃度、平均濃度及樣品取樣數。
- 3.丙烷/正己烷轉換因子： $C_6H_{14}(ppm)=C_3H_8(ppm) \times F_t$ ，轉換因子(F_t)一般為 0.5。

(三) 報告須列下列各項

- 1.量測日期、量測時間、測值單位。
- 2.量測期間氣象狀態（降雨狀況等）。
- 3.各種設備之廠牌、型號、序號，及其靜態動態確認結果及混合標準氣體有效期限等。
- 4.現場遙測各設備設置之配置圖。

九、品質管制

- (一) 量測前、後各標準氣體(CO、C₃H₈、NO)不同濃度分別與 CO₂ 不同濃度繪製關係圖，其各線性擬合度(Straight line, r^2) 需大於或等於 0.99。
- (二) 每一年進行一次遙測靜態檢查，其執行內容詳如附錄，檢查結果均須符合表一誤差規定。
- (三) 每年執行遙測動態檢查，其程序詳如附錄，結果須符合表一規定。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) 環境部，汽車排氣污染導入科技監視及精進使用中汽車管理專案計畫成果報告，中華民國 112 年。
- (二) US EPA, Guidance on Use of Remote Sensing for Evaluation of I/M Program Performance, EPA420-B-04-010, July 2004.
- (三) Potential of Remote Sensing Devices (RSDs) to screen vehicle emissions, JRC Technical Report, 2019.
- (四) Generation 2 Colorado On-road Vehicle Emissions Remote Sensing (GEN2COVERS) Specifications, 2021.

- (五) Sina Kazemi Bakhshmand, Eamonn Mulholland, Uwe Tietge, Felipe Rodríguez, International Council on Clean Transportation(ICCT), Remote Sensing of Heavy-Duty Vehicle Emissions in Europe, Aug, 2022.
- (六) US EPA, Exhaust Emission Rates for Light-Duty Onroad Vehicles in MOVES5, Nov 2024.

註 1：解釋名詞

遙測檢驗法：利用紅外線(IR)和紫外線(UV)光譜能量吸收原理，感測行駛中汽車排放污染物的方法。其中汽車定義依據空氣污染防制法，汽車為指在道路上不依軌道或電力架設，而以原動機行駛之車輛，包括機車。

註 2：計算理論比值(Q_{theory})：若標準氣體認證濃度為 $\text{CO} = 4.0\%$ 、 $\text{CO}_2 = 12.0\%$ ，則理論比值為 0.333。計算實測比值(Q_{measure})：系統經由線性迴歸分析獲取噴氣數據之斜率。若實測斜率為 0.300，產生校正係數(CF)： $\text{CF} = Q_{\text{theory}} / Q_{\text{measure}}$ (例： $0.333 / 0.300 = 1.11$)，此係數將自動寫入系統，將後續量測的比值乘上此校正係數以進行修正，前述方式亦可由原廠設定與調校進行。

註 3：汽車比功率(VSP)：汽車行駛過程中，每單位汽車質量引擎實際輸出功率，單位為千瓦/噸(kW/ton)，計算公式：

$$\text{VSP} = \frac{v \times (1.1 \times a + 9.81 \times G + 0.213) + 0.000305 \times v^3}{W}$$

$$G = \sin \theta$$

v ：汽車行駛速度，單位為(m/s)

a ：汽車行駛加速度（由 v 計算得到），單位為(m/s²)

W ：車重，單位為噸(ton)，可由車牌辨識系統查車籍資料

G ：路面坡度(grade)，無單位

θ ：道路坡度之角度

註 4：汽車速度(V)計算公式：

$$V = \frac{L}{T_2 - T_1}$$

L ：兩道光束間的距離，單位為 m

T_2 ：車輪遮斷第二道光束時記錄時間，單位為 sec

T_1 ：車輪遮斷第一道光束時記錄時間，單位為 sec

汽車加速度(a)計算公式：

$$a = \frac{(V_2 - V_1)}{tR_1 - tF_1}$$

$$V_2 = \frac{L}{tR_2 - tR_1}$$

$$V_1 = \frac{L}{tF_2 - tF_1}$$

V_2 ：汽車後輪通過光束區之速度，單位為 m/sec

V_1 ：汽車前輪通過光束區之速度，單位為 m/sec

tF_1 、 tF_2 ：汽車前輪依序通過兩道光束時之時間，單位為 sec

tR_1 、 tR_2 ：汽車後輪依序通過兩道光束時之時間，單位為 sec

註 5：VSP 合理範圍係參據美國環保署提出模式 MOVES5，將 $VSP \geq 30$ 設為最高，是基於「數據代表性」、「防止模型誤差放大」以及「捕捉極端物理現象（富油燃燒）」，為確保模式在處理極端駕駛行為時，既能反應高排放特徵，又不至於產生計算誤差。對輕型車而言，大腳踩油門即可超過 30 kW/t；但對滿載的重型卡車來說，

除非是在極端陡坡或超負荷運作，否則幾乎不會出現 $VSP > 30$ kW/t 的情況。 $VSP \geq 30$ kW/t 是輕型車進入「富油燃燒」保護模式常見物理門檻。在此狀態下，汽車不再維持正常的空燃比，CO 與 HC 排放會呈非線性增長，代表汽車處於「極高污染排放」的狀態。其餘判斷係參據實際汽車燃料及空氣燃燒理論化學計量下最大限度體積濃度。

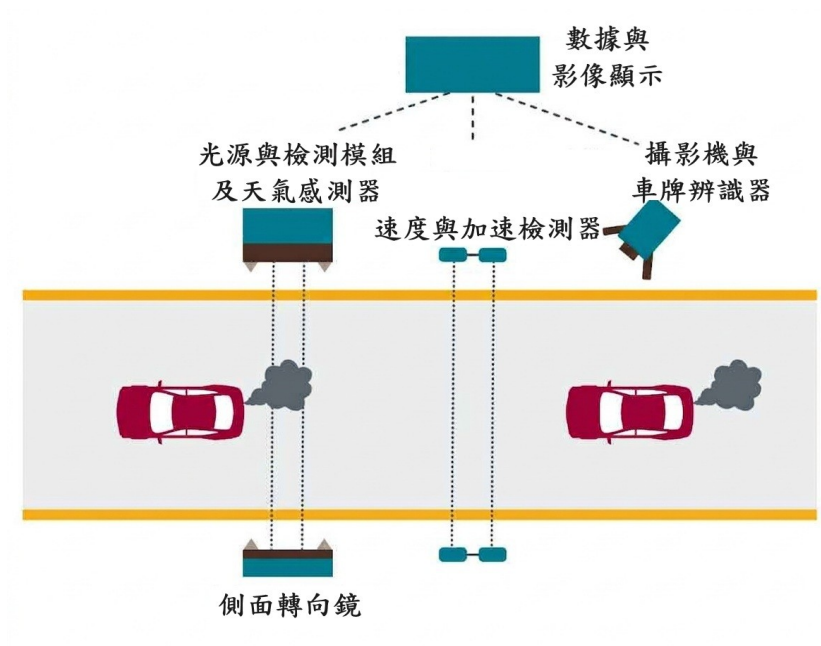
表一 氣體光譜偵測設備規範

污染物種類、單位	量測範圍	靜態準確度檢查		動態準確度檢查
		絕對誤差 (濃度)	相對誤差 (百分比)	相對誤差 (百分比)
CO ₂ (%)	0~16	0.25 %	10 %	10 %
CO (%)	0~10	0.25 %	10 %	15 %
HC (丙烷) (ppm)註	0~20000	250 ppm	10 %	15 %
NO (ppm)	0~7000	250 ppm	10 %	15 %

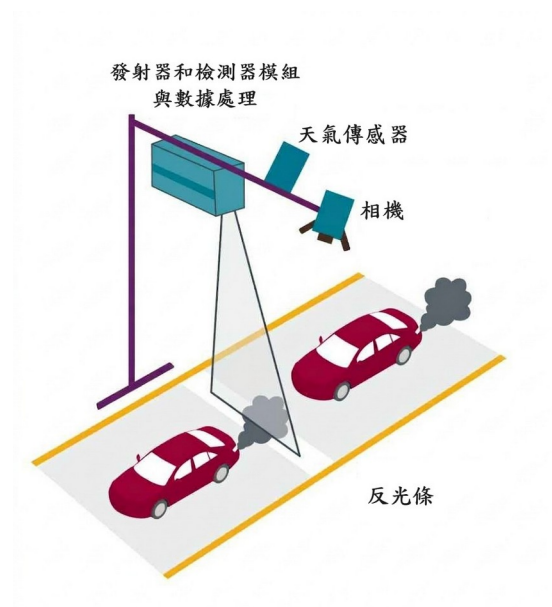
註：以丙烷標準氣體確認，結果以丙烷或正己烷濃度表示。

表二 混合標準氣體濃度及規範

序號	CO(%)	CO ₂ (%)	C ₃ H ₈ (ppm)	NO(ppm)
1	0.5	14.7	500	3,000
2	2.5	13.0	2,000	500
3	4.0	12.0	1,200	2,000
4	5.0	11.5	6,000	250
Balance : N ₂				
備註： 1.各標準氣體真正濃度須在上述設定濃度 $\pm 3\%$ 內。 2.確認標準氣體的真正濃度須在標稱值的 $\pm 2\%$ 內。 3.所有確認氣體的濃度必須以容積計算為單位（ppmv 或%(v/v)）。				



圖一、水平式遙測設備示意圖



圖二、垂直式遙測設備示意圖

附錄

氣體光譜偵測設備之檢查規範

一、確認週期：每年至少 1 次。

二、確認項目：靜態確認及動態檢查，標準氣體濃度設定依設備量測範圍，參據表二以四種不同濃度混合標準氣體進行檢查。

三、靜態檢查方法與程序

- (一) 確認使用混合型標準氣體，氣體成分應含 CO、CO₂、C₃H₈ 及 NO。
- (二) 將標準氣體瓶開關旋轉至全開，並調整次級壓力錶輸出壓力值調整至約 2.1 kg/cm² 至 2.8 kg/cm² 或依原廠規範要求設定。
- (三) 啟動遙測設備作業系統並至測量氣體濃度品質校驗功能頁面，導入標準氣體濃度至氣體光譜儀並記錄讀值，與導入之標準氣體濃度比較，再依序執行另三種不同濃度混合氣體進行檢查。
- (四) 每種混合標準氣體至少須執行 10 次，10 個讀數中有 9 個且至少 3 個連續讀值應符合表一規範。

四、動態檢查方法與程序

- (一) 將標準氣體配置於電動汽車上，並將排氣管路連接至模擬排氣管。
- (二) 將標準氣體瓶開關旋轉至全開，並調整次級壓力錶輸出壓力值調整至約 2.1 kg/cm² 至 2.8 kg/cm² 或依原廠規範要求設定。
- (三) 車速 10 km/h 至 60 km/h 的範圍內，選擇至少 1 個穩定車速駕駛汽車通過遙測量測點，每種混合標準氣體至少須執行 10 次，10 個讀數中有 9 個且至少 3 個連續讀值應符合表一規範。
- (四) 完成動態檢查並符合準確度要求後，始得執行遙測。

土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法 (NIEA S301.62B)草案總說明

「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法(NIEA S301.61B)」於一百零七年十一月八日公告，一百零八年二月十五日生效。因方法參考資料改版，爰依土壤及地下水污染整治法第十條第三項，整併現行方法相關規定，擬具「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法(NIEA S301.62B)」草案，其要點如下：

- 一、本方法適用於土壤中重金屬含量之檢測。
- 二、土壤樣品以鹽酸和硝酸混合，配合微波加熱進行消化前處理，所得消化液稀釋至適當體積後，以火焰式原子吸收光譜儀、石墨爐式原子吸收光譜儀、感應耦合電漿原子發射光譜儀、感應耦合電漿質譜儀或冷蒸氣原子吸收光譜儀進行分析。

土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法 (NIEA S301.62B)草案

公告	說明
主旨：訂定「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法(NIEA S301.62B)」，並自中華民國一百十五年十二月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：土壤及地下水污染整治法第十條第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法草案

NIEA S301.62B

一、方法概要

土壤樣品以鹽酸和硝酸混合，配合微波加熱進行消化前處理，所得消化液稀釋至適當體積後，以火焰式原子吸收光譜儀 (Flame atomic absorption spectrometer, FLAAS)、石墨爐式原子吸收光譜儀 (Graphite furnace atomic absorption spectrometer, GFAAS)、感應耦合電漿原子發射光譜儀 (Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer, ICP-AES)、感應耦合電漿質譜儀 (Inductively coupled plasma-mass spectrometer, ICP-MS) 或冷蒸氣原子吸收光譜儀 (Cold-vapor atomic absorption spectrometer, CVAAS) 進行分析。

二、適用範圍

本方法適用於土壤或類似基質中鋁、銻、鉍、鉍、鉍、鉍、鈣、鉻、鈷、銅、鐵、鉛、鎂、鈷、鉬、鎳、磷、鉀、硒、銀、鈉、鋇、硫、碲、鉍、錫、鈦、碲、鋅、錳、砷及汞含量之檢測，惟需注意所選擇的儀器分析方法，其方法偵測極限須可符合法規管制之需求。

本方法為效能基準 (Performance-based) 導向的分析方法，分析人員可依所使用微波消化裝置廠牌型號的不同，適當修改本方法樣品取樣量及消化條件，惟修改後之方法，其執行檢測之所有步驟及程序，應符合本方法及其後續上機方法所述之品質管制規範。

三、干擾

- (一) 本方法對於以王水無法完全消化之金屬氧化物，僅能得到部分消化萃取溶出的重金屬。
- (二) 樣品中所含之有機碳需少於 20 % (即 200 g/kg，註 1)，若超過須添加額外硝酸處理。
- (三) 若在樣品乾燥過程中會導致金屬的逸失，則改用未經乾燥的樣品進行消化。
- (四) 消化液中含有高濃度的基質，測定時可能會對待測重金屬分析造成干擾，詳細之干擾資料參見各儀器分析方法。

四、設備與材料

(一) 木槌。

(二) 標準篩：2 mm (10 mesh)、0.150 mm (100 mesh)。

(三) 研磨器：以瑪瑙、氧化鋯或其他不干擾分析的材質製成。可將乾燥土壤樣品研磨至粒徑小於 0.150 mm 且容易清理者。

(四) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。

(五) 微波消化裝置

- 1.由於溫度條件在本方法中為樣品消化時之主要控制機制，其準確與否將影響本方法之再現性，故微波消化裝置最好具有溫度回饋控制系統。微波消化系統之溫度感測能力須能正確偵測到 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 的溫度變化，並能在偵測到溫度變化的 2 秒內自動調整微波輸出功率。溫度感測器之準確性必須在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 誤差範圍內（溫度準確範圍需至 $175^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）。若使用功率—時間模式執行溫度控制，微波消化裝置必須具有程式化功率設定功能，其功率設定調整需精確至 $\pm 12\text{ W}$ 範圍內，並定期執行微波功率校正（註2）。
- 2.微波消化裝置內腔必須耐腐蝕且具良好之排氣效果。為顧及操作上之安全，所有電子元件需有防腐蝕保護。
- 3.為確保消化時溫度量測之正確性，在使用本方法時，必須定期進行微波消化裝置溫度感測器校正。溫度感測器可利用矽油 (Silicon oil) 並使用經校正過之溫度計或具追溯性溫度校正器進行校正。使用矽油校正時可利用微波消化裝置將矽油均勻加熱（適度攪拌）至 $175^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，並同時利用微波消化裝置溫度感測器及經校正過之溫度計進行溫度測定，若發現溫度感測器及經校正溫度計所測得溫度差大於 2°C 時，必須委請微波裝置廠商進行維修校正。
- 4.在微波消化過程中必須使用旋轉盤，旋轉盤之轉速至少為 3 rpm，以確保樣品均勻接受微波。其他形式的裝置若能增進微波的均勻性亦可採用。
- 5.微波消化瓶通常分內外兩層，內層材質需具可穿透微波及抗試劑之特性，如氟碳聚合物 (Fluorocarbon polymers，例如 PFA

或 TFMTM) 或石英材質，內層消化瓶體積最好為 50 mL 或 100 mL。外層材質則需具微波穿透、耐高壓、不易變形之特性，如陶瓷、克維拉 (Kevlar)、PEEK (Polyether ether ketone) 等。此外，消化瓶需至少可承受 3×10^6 Pa (435 psi) 的壓力且具有壓力監控或自行調壓裝置，可在管內壓力超過管身限制時自動洩壓，以預防消化過程中因壓力過大而發生消化瓶爆裂。消化瓶材質及內外層組合方式可依微波裝置廠商建議執行之。

注意 1：消化瓶外層不需如內層一樣防蝕。惟為保有本方法要求之特定消化效能及安全需求，消化瓶外層必須為化學惰性材料構成且不能有任何物理性損傷出現。因此實驗過程中，必須經常檢查所用之消化瓶，以確保實驗安全。

注意 2：溫度為控制消化反應之重要參數。在高溫下才能達到所需反應壓力，但在此壓力下，許多消化瓶可能會爆裂或爆炸，因此不建議使用無洩壓裝置之消化瓶，唯有微波裝置廠商所提供之消化瓶才可用來進行樣品消化。

注意 3：微波消化酸液所產生之酸氣可能腐蝕安全防護設備，導致爐門開啟時無法關閉微波磁控管，而讓操作員暴露於微波中，使用具隔離及防腐蝕安全防護設備之實驗室等級微波消化裝置則可避免此危害發生，故為安全起見，在實驗室中應避免使用家用（廚房）型微波爐來進行此消化方法。

注意 4：分析時需依據設備說明、廠商建議、適宜文獻和安全操作方法來進行。

（六）定量瓶：容量 50 mL 或 100 mL。

（七）濾紙：Whatman No. 40 或同級品。

五、試劑

檢測時使用的試劑除非另有說明，否則必須是試藥級。若使用其他等級試劑，在使用前須確認該試劑具足夠高之純度，才不致對檢測結果造成影響。

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之純水。
- (二) 濃鹽酸。
- (三) 濃硝酸。
- (四) 硝酸溶液，0.5 M：加入 35 mL 濃硝酸於 500 mL 試劑水中，以試劑水稀釋至 1 L。
- (五) 消泡劑：正十二烷 (n-dodecane, $\text{C}_{12}\text{H}_{26}$)。
- (六) 王水稀釋溶液：加入 12 mL 濃鹽酸及 4 mL 濃硝酸於 200 mL 試劑水中，以試劑水稀釋至 500 mL (或 1 L) (註3)。
- (七) 標準儲備溶液：可自行以超高純度之金屬或化合物 (純度至少為 99.99 %) 溶解配製而得，或購買具可追溯濃度確認證明文件之市售標準儲備溶液。
- (八) 氯化鑷溶液：溶解 100 g 氯化鑷七水合物 ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 於 700 mL 試劑水中，再以試劑水稀釋至 1 L。
- (九) 濃硫酸：分析級。
- (十) 重鉻酸鉀標準溶液，1 N：以試劑水溶解分析級之重鉻酸鉀 12.26 g (先在 150°C 烘乾 2 小時) 於 250 mL 量瓶中，定容至標線。
- (十一) 磷酸：85%。
- (十二) 菲羅啉 (Ferroin) 指示劑：溶解 1.485 g 之 1,10-二氮雜菲一水合物 (1,10-phenanthroline monohydrate, $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 及 0.695 g 硫酸亞鐵七水合物 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 於試劑水中定容至 100 mL；亦可使用已配妥之市售品。
- (十三) 硫酸亞鐵銨滴定溶液，0.5 N：溶解 196 g 硫酸亞鐵銨六水合物 ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 於試劑水中，加入 20 mL 濃硫酸，冷卻後定容至 1 L，避光保存。使用前標定之，標定方法可參考「水中化學需氧量檢測方法—重鉻酸鉀迴流法(NIEA W515.5)」。

六、採樣與保存

- (一) 樣品採集依據「土壤採樣方法(NIEA S102.6)」(註4)規定執行，所採集樣品必須具有代表性。
- (二) 土壤樣品預處理方式除依照「土壤採樣方法(NIEA S102.6)」外，亦可參考「土壤檢測方法總則(NIEA S103.6)」，使樣品全部通過 2 mm (10 mesh) 標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶中。
- (三) 樣品瓶可使用塑膠或玻璃材質者。汞除外之重金屬分析，樣品可於室溫下保存，最長保存期限 180 天，若為分析汞時，樣品則須在大於 0 °C 至 6 °C 以下冷藏保存，汞元素最長保存期限為 28 天。

七、步驟

- (一) 為使樣品均勻化、增加表面積及提高反應效率，應將樣品再研磨使通過 0.150 mm 篩網。
- (二) 稱取適量已均勻化樣品，依照「土壤及底泥水分含量測定方法—重量法(NIEA S280.6)」測定水分含量。
- (三) 另取已均勻化樣品 0.5 g 至 1.0 g (精稱至 1 mg)，置於消化瓶中。
- (四) 以少許試劑水潤濕樣品，依序加入 6 mL ± 0.1 mL 濃鹽酸及 2 mL ± 0.1 mL 濃硝酸並混合均勻(註5)，若產生劇烈反應，應先將消化瓶置於排煙櫃中待劇烈反應平緩後再予加蓋，若有過量泡沫產生，則加 1 滴消泡劑。
- (五) 將消化瓶加蓋密封，依儀器製造商所提供之規範，將消化瓶置入微波消化裝置中，確認微波消化裝置溫度或壓力監控功能是否正常。
- (六) 消化程式設定在使樣品以約 10 °C/min 至 15 °C/min 之速率加熱到達 175 °C ± 5°C (註6)，並在該溫度下持續加熱 10 分鐘 ± 1 分鐘。
- (七) 消化瓶冷卻至接近室溫時，檢查消化瓶是否仍維持在密封狀態，因消化瓶之設計不同，可依不同方式加以檢查。對於採個別密封之消化瓶，可於消化前後加以稱重，以評估消化瓶之密封性，若樣品之重量損失超過樣品加消化液(試劑)後重量之

1 % 以上，則認定該消化瓶有洩漏；對於具有安全洩壓膜片(Burst disk)之消化瓶，除稱重方式外，亦可以目視檢查安全洩壓膜片是否破損來判斷樣品是否洩漏；對於具有再密封洩壓裝置(Resealing pressure relief mechanism)之消化瓶，則可透過洩壓聲響感測或觀察洩壓閥外觀是否有水氣殘留等方式，判斷消化過程中是否洩漏，若樣品有洩漏現象，必須捨棄該樣品，並重新進行消化。

- (八) 若經檢查未發現消化瓶有洩漏現象，即可依照儀器製造商指示之操作程序小心地在通風良好之排煙櫃中轉鬆洩壓閥，使消化瓶中之氣體洩出。
- (九) 將消化瓶中溶液倒入定量瓶中，以 0.5 M 硝酸溶液沖洗消化瓶，並收集於此量瓶中，再以試劑水定量至標線，加蓋並搖勻，利用重力沈降、過濾或離心等方式，取澄清消化液進行儀器分析，樣品消化流程如圖所示。
- (十) 檢量線製備

每次樣品分析前應重新製作檢量線，其線性相關係數（r 值）應大於或等於 0.995。使用 CVAAS 分析時，以王水稀釋溶液配製一個空白和至少五種不同濃度的檢量線標準溶液，其含量範圍如 0.0 μg 至 1.0 μg ，或其他適當濃度範圍（註 7）。手動式汞冷蒸氣系統以汞含量(μg)對吸收度，連續式汞冷蒸氣系統以汞濃度 ($\mu\text{g/L}$) 對吸收度建立檢量線，利用未知樣品的吸收度代入檢量線以求取汞之含量或濃度其相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 以內，使用其他儀器分析時，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。檢量線製作完成應即以第 2 來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認。

(十一) 消化液分析

1. 使用火焰式原子吸收光譜儀分析，參見「火焰式原子吸收光譜法(NIEA M111.0)」，測定鉻及錳時，若使用空氣/乙炔為燃料，測定前需在每 50 mL 樣品溶液、空白試液及各濃度標準溶液中加入 5 mL 氯化鋇溶液，或依儀器供應商所建議之最佳操作條件添加適宜之基質修飾劑（如氯化銨溶液），再行上機分析。
2. 使用石墨爐式原子吸收光譜儀分析，參見「石墨爐式原子吸收光譜法(NIEA M113.0)」。

- 3.使用感應耦合電漿原子發射光譜儀分析，參見「感應耦合電漿原子發射光譜法(NIEA M104.0)」。
- 4.使用感應耦合電漿質譜儀分析，參見「感應耦合電漿質譜法(NIEA M105.0)」，適合使用之內標準元素有鍺 (^{74}Ge)、鉍 (^{103}Rh)、銦 (^{115}In)、鑥 (^{175}Lu) 及銻 (^{187}Re)。
- 5.使用冷蒸氣原子吸收光譜儀檢測汞，儀器設備及所需試劑參見「土壤、底泥及廢棄物中總汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法(NIEA M317.0)」，消化液以試劑水稀釋 5 倍後作為上機溶液。

手動式汞冷蒸氣系統：靜置樣品，調整流速為 1 L/min 之循環幫浦持續通氣，吸收值在 30 秒內可達最大，記錄其最大值後，打開旁路並持續曝氣使吸收度降至最低。再關掉旁路，從反應瓶移開玻璃曝氣管，繼續通氣。

連續式汞冷蒸氣系統：上機時使用之還原劑依儀器製造廠商建議配製使用，當吸收度穩定時即可讀取。

八、結果處理

$$T(\text{mg/kg}) = \frac{A \times V \times f \times 1000}{W \times 100 / (100 + W_{\text{H}_2\text{O}})}$$

T：土壤中金屬濃度 (mg/kg)

A：檢量線求得之濃度 (mg/L)

V：消化液定量體積 (L)，V = 0.1 L

f：上機測試時之稀釋倍數

W：樣品取樣量 (g)

$W_{\text{H}_2\text{O}}$ ：樣品之水分含量 (%，水分含量依土壤及底泥水分含量測定方法—重量法 NIEA S280.6 以乾基為基準)

九、品質管制

- (一) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，使用 CVAAS 分析時，其相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 以內，使用其他儀器分析時，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。
- (二) 空白樣品分析：每 20 個樣品應至少執行 1 個空白樣品分析，若每批次樣品數少於 20 個，則每批次仍應執行 1 個空白樣品分析，空白分析值應小於 2 倍方法偵測極限。
- (三) 重複樣品分析：每 20 個樣品應至少執行 1 個重複樣品分析，若每批次樣品數少於 20 個，則每批次仍應執行 1 個重複樣品分析，其相對差異百分比應在 20% 以內。
- (四) 查核樣品分析：每 40 個樣品應至少執行 1 個參考標準樣品（至少為 CRM 等級）分析，若每批次樣品數少於 40 個，則每批次仍應執行 1 個參考標準樣品分析，使用 CVAAS 分析時，其回收率應在 80% 至 120% 範圍內，使用其他儀器分析時，其回收率依各儀器檢測方法規定。
- (五) 添加樣品分析：每 20 個樣品應執行 1 個添加樣品分析，若每批次樣品數少於 20 個，則每批次仍應執行 1 個添加樣品分析，使用 CVAAS 分析時，其回收率應在 75% 至 125% 範圍內，使用其他儀器分析時，其回收率依各儀器檢測方法規定（註 8）。

十、精密度與準確度

- (一) 國內某單一實驗室執行參考標準樣品 LGC 6141 及 IRMM CRM BCR-143R 測試，表一及表二所示分別為以 ICP-MS 與 CVAAS 上機檢測所得結果。
- (二) 國內單一實驗室河川底泥樣品以 ICP-MS 及 CVAAS 上機及其添加樣品分析、添加樣品重複分析結果如表三所示。

十一、參考資料

- (一) ISO. Soil, Treated Biowaste, Sludge and Waste — Digestion of Aqua Regia Soluble Fractions of Elements. ISO 54321, 2020.
- (二) 行政院環境保護署，水中元素萃取消化法—微波輔助酸消化法 NIEA W312.51C，中華民國 103 年。

- (三) ISO. Soil Quality — Determination of Cadmium, Chromium, Cobalt, Copper, Lead, Manganese, Nickel and Zinc in Aqua Regia Extracts of Soil — Flame and Electrothermal Atomic Absorption Spectrometric Methods. ISO 11047, 1998.
- (四) ISO. Soil Quality — Determination of Mercury in Aqua Regia Soil Extracts with Cold Vapour Atomic Spectrometry or Cold Vapour Atomic Fluorescence Spectrometry. ISO 16772, 2004.
- (五) ISO. Environmental Solid Matrices — Determination of Elements Using Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS). ISO 16965, 2025.
- (六) 陳仁炫、鄒裕民，土壤與肥料分析手冊（一）土壤化學性質分析，中華土壤肥料學會，中華民國 97 年。

註 1：以目視土壤外觀為黑色時（含有機質土或遭受油污染之土壤），應檢測其有機碳含量，並據以增加硝酸使用量。有機碳測定方法可使用燃燒法、元素分析法或氧化法，以下提供土壤常用測定方法（Walkley – Black 濕式氧化法 (Nelson and Sommers, 1982)）供參考：

稱取約 0.25 g 之樣品，置於 500 mL 錐形瓶中。以吸管吸取 10 mL 1 N 重鉻酸鉀 ($K_2Cr_2O_7$)（或視土壤狀況增加 1 N 重鉻酸鉀量至 15 mL 或 20 mL）加入其中，搖晃均勻。迅速加入 20 mL 濃硫酸，搖晃均勻後靜置 30 分鐘。另做空白試驗，使用同上錐形瓶但不加樣品，依上述相同步驟執行測試。

上述步驟完成後，續加入約 200 mL 試劑水（必要時過濾之）及 10 mL 之 85 % 磷酸，冷卻之。滴入 3 滴 至 4 滴菲羅啉 (Ferroin) 指示劑後，以 0.5 N 之硫酸亞鐵銨溶液 (Fe^{2+}) 滴定之，當溶液由深綠色變為紅棕色時即為終點。

$$C(g/kg) = V \left[1 - \frac{V_s}{V_b} \right] \times \frac{12}{4000} \times 1.3 \times \frac{1000}{W}$$

C：有機碳含量 (g/kg)

V：1 N 重鉻酸鉀 ($K_2Cr_2O_7$) 10 mL (15 mL 或 20 mL)

V_s ：土壤滴定 0.5 N Fe^{2+} 之體積 (mL)

V_b ：空白試驗 0.5 N Fe^{2+} 之體積 (mL)

12：碳之原子量

4：碳原子之價數改變，即換算為當量

1.3：方法之校正係數

W：風乾土壤重 (g)

1000：mg 與 g 之換算值，及毫當量數與當量數之換算

註 2：若所使用之微波消化裝置具有溫度回饋控制系統，原則上可不需進行微波功率校正。惟功率校正能提供該微波消化裝置長期使用後功率之變化情況，可作為微波功率穩定性之監測之用，故建議仍宜定期進行此項校正。

微波功率校正方式：微波消化裝置絕對功率可經由測定 1 kg 之水，在固定微波場中加熱一段時間後之上升溫度來推估。經由此測定，可求得樣品在消化過程中實際吸收功率和微波設定功率間之關係。所需校正模式（線性或非線性）取決於製造廠商所提供之電子系統而定，若微波消化裝置使用線性電路系統，則校正曲線可用三點校正之方式來進行，否則，就必須使用多點校正。微波功率校正可依微波裝置廠商建議執行或依下列校正步驟執行。

校正步驟：

1. 以玻璃燒杯裝取 500 mL 至 1000 mL 之水，將其置入微波消化裝置中，以全功率加熱 5 分鐘，使微波消化裝置達到暖機之效果。
2. 取大量試劑水並使其與室溫達到平衡 ($25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$)。稱取 $1000\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 試劑水置入一個不吸收微波之容器（如：Teflon 或 PE 材質）中，並精密量測其溫度至 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。加蓋密封，並放入微波消化裝置中平常樣品所放置之路徑上（轉盤外側）。
3. 設定微波消化裝置功率，並連續加熱 120 秒（排煙風扇調至最

大)。取出微波消化裝置外，立即放入一攪拌子劇烈攪拌，並在 30 秒內精確記錄最高溫度至 0.1℃。

4.重複步驟 2 至 3 兩次。

5.以下列關係式計算吸收功率：

$$P = \frac{K \times C_p \times m \times \Delta T}{t}$$

P：水樣實際吸收功率 (W)

K：將 Calories / 秒轉換為 W 之轉換係數 (K = 4.184)

C_p：水之熱容量 (Cal/g °C)

m：水樣質量 (g)

△T：末溫-初溫 (°C)

t：加熱時間 (秒)

在 120 秒加熱時間和使用 1 kg 試劑水 (25 °C 之熱容量為 0.9997 Cal/g °C) 之實驗條件下，校正程式可簡化為：

$$P = \Delta T \times 34.86$$

三點校正包含測量不同三個功率設定的吸收功率，如校正步驟測量 100 % 及 50% 的功率，並計算於 100 % 至 50 % 中任二點功率設定所應符合的瓦特數，測量此二點功率設定的吸收功率。若量得的吸收功率不在計算值的 ± 10 W 內，則使用多點校正。

多點校正包括被吸收功率及大範圍功率設定的測量，一般以 100 %、99 %、98 %、97 %、95 %、90 %、80 %、70 %、60 %、50 % 及 40 % 的功率設定如校正步驟測量之。上述百分比功率為一般常用的功率設定，並常用於非線性的功率校正。若電子系統是為非線性關係，則必須測量校正所使用的功率範圍。定期檢查功率設定以評估校正的完整性。若發現有明顯的改變 (± 10 W)，則須重新校正一次。

註 3：若七、(九) 步驟中消化液定量體積為 50 mL，稀釋至 500 mL，

若消化液定量至 100 mL，則稀釋至 1 L。

註 4：本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。

註 5：本步驟中所加入硝酸的量只能消化樣品中約含 0.1 g 的有機碳。若有機碳含量超出此限制，則需進行下述步驟：於樣品中加入王水，待反應緩和後，以每 0.05 g 有機碳需 0.5 mL 硝酸的量，額外加入樣品中超出 0.1 g 有機碳所需的硝酸，但額外加入的硝酸量不得超過 4 mL，每加入硝酸後需待反應完成，再接後續步驟。

註 6：升溫速率太快，可能導致放熱反應，待測物由自動洩壓閥逸散漏失。

註 7：若高稀釋倍數的汞檢量線標準溶液發現有不穩定現象，則需進行穩定化。方法是在每瓶標準溶液中添加 5 g/L 重鉻酸鉀 ($K_2Cr_2O_7$)，使其每 100 mL 標準溶液中含 1 mL 之 5 g/L 重鉻酸鉀溶液。

註 8：若樣品濃度太高（大於 0.1 %），無法添加適量待測物標準品時，改取經消化萃取上機前之消化液或其稀釋液執行添加，其回收率應在 75 % 至 125 % 範圍內。

註 9：本檢測方法產生之廢液，依一般重金屬廢液處理原則處理。

表一 參考標準樣品 LGC 6141 檢測結果 (n=3)

分析儀器	ICP-MS							CVAAS
分析元素	鉻	鎳	銅	鋅	砷	汞	鉛	汞
確認值 ^(註1) (mg/kg)	130	49	51.1	169	13.2	1.2 ^(註2)	75.8	1.2 ^(註2)
平均值 (mg/kg)	156	53.2	53.9	171	13.6	1.14	78.1	1.09
標準偏差 (mg/kg)	6	1.0	2.2	5	2.2	0.03	3.0	0.04
平均回收率 (%)	120	109	105	101	103	95	103	91

註1：確認值為 ISO 11466 消化方法所得溶出量。

註2：為參考值。

表二 參考標準樣品 IRMM BCR-143R 檢測結果 (n=3)

分析儀器	ICP-MS							CVAAS
分析元素	鉻	鎳	銅	鋅	鎘	汞	鉛	汞
確認值 ^(註1) (mg/kg)	426	296	128 ^(註2)	1063	72	1.1 ^(註2)	174	1.1 ^(註2)
平均值 (mg/kg)	437	289	122	1013	70.3	1.04	167	0.998
標準偏差 (mg/kg)	18	10	5	33	6	0.03	6	0.04
平均回收率 (%)	103	98	95	95	98	95	96	91

註1：確認值為王水溶出量。

註2：為參考值。

表三 河川底泥樣品分析及其添加樣品分析、添加樣品重複分析結果

分析儀器		ICP-MS								CVAAS
分析元素		鉻	鎳	銅	鋅	砷	鎘	汞	鉛	汞
樣品一	樣品測值 (mg/kg)	80.2	32.4	22.8	98	13.4	0.25	0.233	24.2	0.242
	添加樣品分析回收率 (%)	96	92	94	103	101	92	98	97	96
	添加樣品重複分析相對差異百分比 (%)	3.2	1.6	2.3	3.0	2.1	4.1	7.3	1.2	2.2
樣品二	樣品測值 (mg/kg)	45.4	32.6	31.5	172	336	1.95	0.238	29.0	0.259
	添加樣品分析回收率 (%)	101	96	95	102	96	93	95	91	93
	添加樣品重複分析相對差異百分比 (%)	2.3	1.2	4.3	2.5	0.9	2.8	1.0	2.8	5.6
樣品三	樣品測值 (mg/kg)	27.3	28.7	25.1	61.6	9.54	1.28	0.331	13.6	0.342
	添加樣品分析回收率 (%)	102	98	106	94	95	94	105	94	106
	添加樣品重複分析相對差異百分比 (%)	3.3	2.4	3.6	2.8	1.1	0.8	0.9	1.4	2.5

註：標準品添加濃度：鋅為 2 mg/L；鉻、鎳、銅、砷、鉛為 1 mg/L；鎘為 0.04 mg/L；汞為 0.02 mg/L。

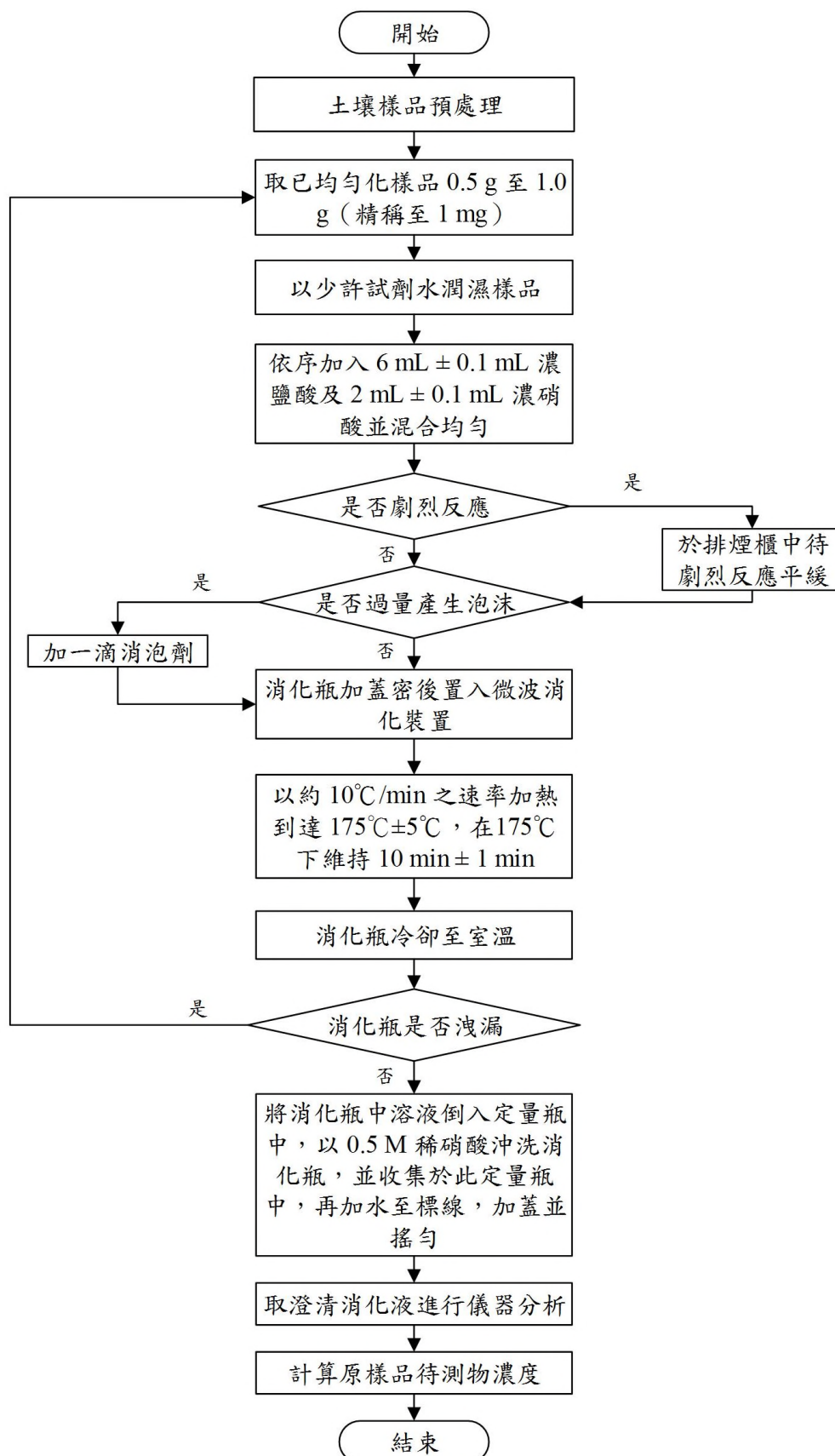


圖 樣品消化流程

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（草案）

編碼：S301.62B

修正後內容	原公告內容	說明
土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法草案 中華民國 年 月 日環部授研 字第 號函公告 一、方法概要 以火焰式原子吸收光譜儀 (Flame atomic absorption spectrometer, FLAAS)、石墨爐式原子吸收光譜儀 (Graphite furnace atomic absorption spectrometer, GFAAS)、感應耦合電漿原子發射光譜儀 (Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer, ICP-AES)、感應耦合電漿質譜儀 (Inductively coupled plasma-mass spectrometer, ICP-MS) 或冷蒸氣原子吸收光譜儀 (Cold-vapor atomic absorption spectrometer, CVAAS) 進行分析	土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法 中華民國 107 年 11 月 8 日環署授檢字第 1070007006 號公告 一、方法概要 以火焰式原子吸收光譜儀 (FLAA)、石墨爐式原子吸收光譜儀 (GFAA)、感應耦合電漿原子發射光譜儀 (ICP-AES)、感應耦合電漿質譜儀 (ICP-MS) 或冷蒸氣原子吸收光譜儀 (CVAA) 進行分析	文字修訂 文字修訂 文字修訂
二、適用範圍 本方法適用於土壤或類似基質中 <u>鋁、鎘、鋇、鈹、硼、鎘、鈣、鉻、鈷、銅、鐵、鉛、鎂、鈷、鉬、鎳、磷、鉀、硒、銀、鈉、鋇、硫、碲、鈦、錫、鈦、碲、鋅、錳、砷及汞</u> 含量之檢測，惟需注意所選擇的儀器分析方法，其方法偵測極限須符合法規管制之需求。	二、適用範圍 本方法適用於土壤或類似基質中 <u>鎘、鉻、銅、鉛、鎳、鋅、砷及汞</u> 含量之檢測，惟需注意所選擇的儀器分析方法，其方法偵測極限須符合法規管制之需求。	依參考文獻 ISO54321 增加適用元素
五、試劑 (八)氯化鑷溶液：溶解 100 g 氯化鑷七水合物 ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (十二)菲羅啉 (Feroin) 指示劑：溶解 1.485 g 之 1,10-二氮雜菲一水合物 ($1,10\text{-phenanthroline monohydrate, C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	五、試劑 (八)氯化鑷溶液：溶解 100 g 氯化鑷 ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (十二)菲羅啉 (Feroin) 指示劑：溶解 1.485 g 之 1,10-二氮雜菲 ($1,10\text{-phenanthroline monohydrate, C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 及 0.695 g 硫酸亞鐵	文字修訂，結晶水以水合物表示

修正後內容	原公告內容	說明
及 0.695 g 硫酸亞鐵<u>七水合物</u> ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (十三)硫酸亞鐵銨滴定溶液，0.5 N：溶解 196 g 硫酸亞鐵銨<u>六水合物</u> ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 於試劑水中	($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (十三)硫酸亞鐵銨滴定溶液，0.5 N：溶解 196 g 硫酸亞鐵銨 ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 於試劑水中	
六、採樣與保存 (一)樣品採集依據「土壤採樣方法 (NIEA S102.6)」(註 4) 規定執行，所採集樣品必須具有代表性 (三)樣品則須在<u>大於 0 °C 至 6 °C 以下</u>冷藏保存	六、採樣及保存 (一)樣品採集依據「土壤採樣方法 (NIEA S102)」規定執行，所採集樣品必須具有代表性。 (三)樣品則須在 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 條件下冷藏...。	依方法格式增加註 4 修改樣品保存溫度表示方式
七、步驟 (四) ...依序加入 $6 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 濃鹽酸及 $2 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 濃硝酸並混合均勻(註 5)... (六) 消化程式設定在使樣品以約 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 之速率加熱到達 $175^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ (註 6)，並在該溫度下持續加熱 <u>10 分鐘</u> ± 1 分鐘。 (七) 對於具有再密封洩壓裝置 (Resealing pressure relief mechanism) 之消化瓶 (九) 樣品消化流程如圖所示 (十) 檢量線製備 每次樣品分析前應重新製作檢量線，其線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995。使用 CVAAS 分析時，以王水稀釋溶液配製一個空白和至少五種不同濃度的檢量線標準溶液，其含量範圍如 0.0 μg 至 1.0 μg，或其他適當濃度範圍 (註 7)。手動式汞冷蒸氣系統以汞含量(μg) 對吸收度，連續式汞冷蒸氣系統以汞濃度 ($\mu\text{g}/\text{L}$) 對吸收度建立檢量線，利用未知樣品的吸收度代入檢量線以求取汞之含量或濃度其相對誤差	七、步驟 (四) 依序加入 $6 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 濃鹽酸及 $2 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 濃硝酸並混合均勻(註 4)... (六) 消化程式設定在使樣品以約 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 之速率加熱到達 $175^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ (註 5)，並在該溫度下持續加熱 10 分鐘 ± 1 分鐘。 (七) 對於具有再密封洩壓裝置 (Resealing pressure relief mechanism) 之消化瓶 (九) 樣品消化流程如圖一所示 (十) 消化液分析	原註 4 序號遞延為註 5。 原註 5 改為註 6。 文字修正 文字修正 將九、品質管制檢量線內容移到步驟(十)檢量線製備，原序號遞延為(十一)

修正後內容	原公告內容	說明
值應在 $\pm 20\%$ 以內，使用其他儀器分析時，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。檢量線製作完成應即以第 2 來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認。		
八、結果處理 T：土壤中金屬濃度 (mg/kg) 樣品之水分含量(%)(水分含量依土壤及底泥水分含量測定方法—重量法 NIEA S280.62C 以乾基為基準)	八、結果處理 WH_2O:樣品之水分含量(%)(水分含量以乾基為基準)	圖片公式改為公式方式表示
九、品質管制 (一) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行檢量線查核 (四) 查核樣品分析 (五) 添加樣品分析:... (註 8)	九、品質管制 (一) 檢量線：每次樣品分析前應重新製作檢量線，其線性相關係數 (r 值) 應大於或等於 0.995。檢量線製作完成應即以第 2 來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，使用 CVAA 分析時，其相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 以內，使用其他儀器分析時，其相對誤差值應在 $\pm 10\%$ 以內。 (二) 檢量線查核：檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行 1 次檢量線查核， (五) 查核樣品分析 (註 7) (六) 添加樣品分析:... (註 8) ...	檢量線製備移到七、步驟(十) 文字修正 註 7 內容與查核樣品分析重複，刪除註 7
十一、參考資料 (一)ISO. Soil, Treated Biowaste, <u>Sludge and Waste — Digestion of Aqua Regia Soluble Fractions of Elements. ISO 54321, 2020.</u> (五)ISO. Environmental Solid <u>Matrices—Determination of Elements Using Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS).ISO 16965, 2025.</u>	十一、參考資料 (一) ISO. Soil quality — Microwave-assisted extraction of the aqua regia soluble fraction for the determination of elements. ISO 12914, 2012. (五) ISO. Soil quality — Determination of trace elements using inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). ISO 16965, 2013.	參考資料改版

排放管道中重金屬檢測方法(NIEA A302.74C)草案 總說明

為執行固定污染源空氣污染物排放標準及水泥業空氣污染物排放標準，援引美國環保署聯邦參考方法(U.S. EPA., 40 CFR Part 60, Appendix A, Method 29)，爰依空氣污染防制法第四十九條第三項規定，整併現行檢測相關規定，擬具「排放管道中重金屬檢測方法(NIEA A302.74C)」草案，其要點如下：

- 一、本方法適用排放管道排放之銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、銻、釩及鋅等金屬元素檢測。
- 二、本方法係以等速吸引方式收集排放管道排放之粒狀物於採樣管內及濾紙上，而排放之氣態物，以酸化過氧化氫溶液及酸化高錳酸鉀溶液吸收，收集之樣品經消化，以冷蒸氣原子吸收光譜儀、感應耦合電漿原子發射光譜儀及火焰式原子吸收光譜儀等儀器檢測。

排放管道中重金屬檢測方法(NIEA A302.74C)草案

公告	說明
主旨：訂定「排放管道中重金屬檢測方法(NIEA A302.74C)」，並自中華民國一百十五年十二月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：空氣污染防制法第四十九條第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

排放管道中重金屬檢測方法草案

NIEA A302.74C

一、方法概要

排放管道排放之粒狀物以等速吸引方式被收集在採樣管內及濾紙上，而排放之氣態部分以酸化過氧化氫溶液（分析包含汞在內之待測金屬）及酸化高錳酸鉀（只分析汞）溶液收集。收集之樣品經消化並取適當量以冷蒸氣原子吸收光譜儀(Cold vapor atomic absorption spectrometer, CVAAS)測定汞；以感應耦合電漿原子發射光譜儀(Inductively coupled plasma/Atomic emission spectrometer, ICP-AES)或火焰式原子吸收光譜儀(Flame atomic absorption spectrometer, FAAS)測定銀、砷、鉍、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍、釩及鋅。

分析砷、鎘、鈷、鉛、銻、硒及鉍等金屬時，若需要比 ICP-AES 更高之分析靈敏度，可使用石墨爐式原子吸收光譜儀(Graphite furnace atomic absorption spectrometer, GFAAS)。若排放管道中排氣之偵測極限足可符合檢測需求目標時，則可使用 FAAS 分析所有列舉的金屬元素，亦可使用感應耦合電漿質譜儀(Inductively coupled plasma/Mass spectrometer, ICP-MS)分析銀、砷、鉍、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍、釩及鋅等金屬。

二、適用範圍

本方法適用於排放管道排放之銀、砷、鉍、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍、釩及鋅等金屬元素檢測。待測元素之濃度適用範圍介於 ng/mL 至 $\mu\text{g/mL}$ 之間。當砷、鉻或鉛的濃度約大於 $50 \mu\text{g/mL}$ 時，待測物濃度應稀釋至上述濃度範圍或者更低。若鎘濃度約大於 $20 \mu\text{g/mL}$ 時，分析濃度應稀釋至上述濃度範圍。

（一）分析偵測極限

1. 樣品溶液以 ICP-AES 分析的偵測極限（依據參考資料（四））如表一所示。而 ICP-MS 的偵測極限（根據 Method 6020 於美國環保署出版之 SW-846）大致上較 ICP-AES 低 10 倍或更多。而鉍則低 3 倍左右。真實樣品之分析偵測極限依樣品的種類而定，且受樣品基質的影響。
2. 以火焰式原子吸收光譜儀分析的偵測極限（根據 SW-846，Method 7000 系列）如表二所示。

3. 以冷蒸氣原子吸收光譜儀分析汞的偵測極限（取出部分消化後樣品之體積進行汞的分析）大致介於 0.02 ng/mL 至 0.2 ng/mL，視使用的儀器機型而定。
4. 石墨爐式原子吸收光譜儀較火焰式原子吸收光譜儀能改善其偵測極限，如表三所示。

（二）排放管道中排氣樣品的偵測極限

1. 排放管道中排氣樣品的偵測極限可藉由下列資訊建立之：(1) 利用此方法所描述的程序；(2) 依據二、（一）所述之溶液偵測極限；(3) 將採樣所收集的樣品分為前半段 300 mL (Analytical Fraction 1) 及後半段 150 mL (Analytical Fraction 2A) 及(4) 排放管道中排氣樣品體積 1.25 m³。依據上述情形的描述，有關於排放管道中排氣樣品的偵測極限列於表四。可由下述之計算式計算得出。

$$A \times \frac{B}{C} = D$$

其中 A = 分析的偵測極限，μg/mL。

B = 在分析前之消化樣品體積，mL。

C = 所採集的排放管道中排氣樣品體積，dscm。

D = 排放管道中排氣樣品的偵測極限，μg/dscm。

2. 為了確保分析過程中有最理想的精密/解析度，待測金屬濃度應是其偵測極限的 10 倍以上。若在一些特定情況下及在非常小心的分析程序中，待測金屬的濃度大致可放寬至偵測極限的 3 倍左右，而不至於影響分析的精密度。
3. 實際排放管道中排氣樣品的偵測極限是依據現場採樣參數及分析結果決定之。如有需要，可針對特定的檢測，改善表四所列的偵測極限。改善之方式包括增加排放管道中排氣樣品的採樣體積、減少消化後樣品的總體積及改善分析的偵測極限或者上述任何 3 種的組合。針對濃度非常低的汞而言，可在分析時的取樣體積作選擇，例如取 10 mL 較取 1 mL 的分析樣品，排放管道中排氣樣品的偵測極限能改善 10 倍。
 - (1) 一般而言，1 小時的採樣時間可收集的排放管道中排氣體積大約為 1.25 m³，如果採樣時間增加至 4 小時則採樣體積為 5 m³。排放管道中排氣樣品的偵測極限可改善 4 倍（相較於表四所示而言）。
 - (2) 假設所有的樣品均被消化，則 Analytical Fraction 1 的最終體

積為 300 mL，而 Analytical Fraction 2A 的最終體積為 150 mL。如果 Analytical Fraction 1 的體積由 300 mL 改為 30 mL，則排放管道中排氣樣品的偵測極限可降低 10 倍；若 Analytical Fraction 2A 的體積由 150 mL 改為 25 mL，則排放管道中排氣樣品的偵測極限可降低 6 倍。當進行樣品分析時（尤其是當樣品濃縮至低於原樣品體積時），有必要檢查基質效應。當 Analytical Fraction 1 及 2A 的體積分別低於 30 mL 及 25 mL 時，溶解物可能沉澱而增加干擾，使至無法忍受的程度。

- (3) 若同時針對(1)及(2)所描述的方式對樣品進行修正，則降低的效果是相乘的。例如，增加 4 倍的排放管道中排氣採樣體積且 Analytical Fraction 1 與 Analytical Fraction 2A 樣品體積減少 6 倍時，則排放管道中排氣樣品的偵測極限可降低 24 倍。

三、干擾

(一) ICP-AES

以 ICP-AES 分析砷、鎘及鉻時，鐵可能會造成光譜干擾；而以 ICP-AES 分析砷，鉛時，鋁會造成光譜干擾。這些干擾一般都可經由稀釋分析樣品來降低，但是樣品之稀釋可能會提升排放管道中排氣樣品的偵測極限。利用背景及重複干擾的校正方法，可以降低光譜干擾。

(二) AAS

有關 AAS 之干擾問題可參照 NIEA W303.5（註 1）、NIEA W306.5、NIEA W330.5 及 NIEA W434.5 之說明。

(三) ICP-MS

以 ICP-MS 分析有同重多原子離子干擾(Isobaric polyatomic ion interference)，如分析釩時可能有氯基質於電漿中結合形成 $^{35}\text{ClO}^+$ 或硫基質形成 $^{34}\text{SOH}^+$ 等同重多原子離子干擾，有關 ICP-MS 之干擾問題可參照 NIEA A305.1 及 NIEA W313.5 之說明。影響 ICP-MS 檢測之同重多原子離子干擾如表五所示。

四、設備與材料

(一) 採樣組裝

本方法採用之採樣組裝如圖一所示，也可採用商業化組合

式設備，各組件說明如下：

1. 吸氣嘴：硼矽或石英玻璃材質，亦可使用可避免污染及不干擾樣品的材質。使用鐵氟龍套環連接採樣管，並建議使用不鏽鋼螺帽作為連接。吸氣嘴尖端變細長部位之角度應 $\leq 30^\circ$ ，且角度改變應在管之外壁，以保持吸氣嘴內徑不變。吸氣嘴之設計應為鈎鉤型或胳膊型。而吸氣嘴口徑之選用與氣流速度及採樣體積有關，應備妥一系列不同口徑之吸氣嘴，以適合採樣時等速吸引之要求。典型吸氣嘴內徑範圍從 0.3 cm 至 1.2 cm。當使用較大體積之採樣組裝時，可使用較大口徑之吸氣嘴。每個吸氣嘴必須經過校正。
2. 皮托管：S 型皮托管材質應為如不鏽鋼之金屬，建議外徑介於 0.48 cm 至 0.95 cm 之間，且必須確認其原廠皮托管係數，皮托管應編號碼並刻在管壁上。皮托管構造特性如 NIEA A450.7 四、（一）3。
3. 壓差計：斜臂式壓力計或同級設備。大多數採樣組裝配備有 10 in 水柱傾斜直立式壓差計，在 0 in 至 1 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.01 in H₂O，而在 1 in 至 10 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.1 in H₂O。前述型式之壓差計（或其他相同靈敏度的壓差表）符合量測 Δp 低至 1.27 mm(0.05 in) H₂O 之需求。必須有二個壓差計，一個壓差計用於量測皮托管速度壓差(Δp)，而另一個用於量測小孔壓力計壓差(ΔH)。
4. 採樣管：採樣管內管需為石英、硼矽玻璃材質，且有加熱系統能維持採樣時管內氣體在 $120^\circ\text{C} \pm 14^\circ\text{C}$ ，同時並有熱電偶監測溫度。採樣管內的金屬套環最好換成塑膠配件如鐵氟龍及聚丙烯等材質以避免污染，亦可使用由整組式的玻璃組件製成的採樣內管。採樣管外套則為不鏽鋼或同級材質以包覆採樣管及加熱系統。
5. 濾紙固定器：硼矽玻璃、石英或鐵氟龍材質製成之濾紙固定器，並有正壓式密封以防止漏氣。需使用鐵氟龍材質之濾紙支撐物或其他非金屬。
6. 濾紙加熱系統(Filter heating system)：加熱系統在採樣時可維持濾紙固定器周圍的溫度在 $120^\circ\text{C} \pm 14^\circ\text{C}$ ，應有熱電偶能在採樣時監測濾紙附近之溫度並記錄之。
7. 樣品傳輸管(Sample transfer lines)：樣品傳輸管內管材質應為鐵氟龍，內管外徑為 1/2 英吋，並含溫度監控顯示設備。自採樣管至濾紙或濾紙至衝擊瓶若需使用樣品傳輸管，則自採樣管至濾紙之傳輸管需加熱以維持出口管道排氣溫度在 $120^\circ\text{C} \pm 14^\circ\text{C}$ 。

而自濾紙至衝擊瓶之傳輸管需熱絕緣，且濾紙端傳輸管應高於衝擊瓶入口，以使冷凝水流入衝擊瓶，本組件為選擇性。

8. 衝擊瓶組(Impinger train)：用以收集氣態之金屬，並量測排放管道中排氣之水分含量。冷凝系統主要是由氣密之光滑玻璃或無污染的管件串聯四至七個衝擊瓶所組成。第一個衝擊瓶當作水分捕捉器。第二個衝擊瓶為 Greenburg-Smith 修正型衝擊瓶（其吸收管末端修改為內徑 1.3 cm 距衝擊瓶底部 1.3 cm 之玻璃管，作為第一個硝酸/過氧化氫衝擊瓶）；第三個衝擊瓶為具有標準噴口的 Greenburg-Smith 衝擊瓶（作為第二個硝酸/過氧化氫衝擊瓶）；第四衝擊瓶（空瓶）及第五及第六個衝擊瓶（二個都是酸化高錳酸鉀）則為 Greenburg-Smith 修正型衝擊瓶。最後一個衝擊瓶需裝入已知重量之矽膠或適合之乾燥劑。必須在最後一個衝擊瓶的出口端放置溫度感應器（0 °C 至 25 °C 間和真值量測誤差在 ± 1 °C 以內）。如果不作汞之檢測，可免除第四、第五及第六個衝擊瓶。
9. 計量系統：包括真空表、無漏泵、在 0 °C 至 90 °C 間和真值量測誤差能在 ± 3 °C 之溫度感應器、體積測量誤差在 ± 2 % 以內之乾式氣體流量計，相關設備如圖一所示，其他計量系統可維持等速採樣誤差在 ± 10 % 內，且採樣體積測量誤差在 ± 2 % 以內者也可使用，建議經過管理者許可。需使用溫度感應器來監測下列的採樣組裝部位：
 - (1) 排放管道排氣
 - (2) 採樣管內襯
 - (3) 樣品傳輸管（如有使用）
 - (4) 濾紙固定器
 - (5) 矽膠衝擊瓶出口
 - (6) 乾式氣體流量計入口
 - (7) 乾式氣體流量計出口
10. 氣壓計：水銀或其他非水銀可量測大氣壓至 2.5 mm Hg(0.1 in Hg) 刻度之氣壓計。一般情況下，氣壓讀數可取自附近的中央氣象站，氣象站的數據（絕對大氣壓）應經過修正，以考慮氣象站與採樣點海拔高度之差異。當海拔高度每增加 30 m(100 ft) 大氣壓降低 2.5 mm Hg，反之若海拔降低則氣壓增加。

11. 氣體密度測試設備(Gas density determination equipment)：用來決定排放管道中排氣流量、分子量、含水率等裝備，包括用來測定排放管道中排氣流速與靜壓、排氣溫度、排氣 CO₂、O₂ 及 N₂（由差值得出）濃度、量測氣體體積及溫度與壓力、衝擊瓶收集之冷凝水重量，排放管道中氣體組成裝置可參考 NIEA A003.7 四之規定。

12. 鐵氟龍膠帶：必要時，用於採樣組裝以覆蓋開口及密封聯接處。

（二）樣品回收。必須能符合 USA EPA ,Method 5, Section 6.2.1 至 6.2.8 中所述（包括採樣管內管及採樣管的吸氣嘴刷、清洗瓶、樣品儲存槽、培養皿、量筒、橡膠製的刮勺及玻璃漏斗），如同下列的敘述。

1. 非金屬製成的回收毛刷：用於清洗採樣管內管及樣品傳輸管內管之毛刷，需有尼龍、鐵氟龍或類似材質（毛刷材質亦同）之延長柄，柄之長度至少要等於採樣管及樣品傳輸管。而刷子之大小，應適於清洗採樣管壁及吸氣嘴。

2. 洗瓶：建議使用二個聚乙烯洗瓶，也可使用玻璃洗瓶，建議丙酮儲存在聚乙烯瓶時不要超過一個月。

3. 樣品儲存容器：KMnO₄ 的樣品及樣品空白，應使用具有鐵氟龍膠帶封口（以避免和瓶內的易氧化溶液反應）以及體積為 500 mL 至 1000 mL 的玻璃瓶儲存。而其他種類的樣品則用由玻璃或聚丙烯製成的瓶體儲存。

4. 量筒：玻璃、聚乙烯或相當之材質，用於樣品回收。

5. 漏斗：玻璃、聚乙烯或相當之材質。

6. 標籤：標示樣品用。

7. 聚丙烯製成（或鐵氟龍塗覆）的鑷子及塑膠手套：以便從採樣組裝的濾紙固定器上將濾紙取下。

（三）樣品製備

1. 量瓶：100 mL，250 mL，1000 mL 用以製備標準液及稀釋樣品。

2. 量筒：用以準備試劑。

3. 高壓分解釜(Pressure bomb)或微波消化裝置用以樣品之消化。

4. 燒杯及錶玻璃。具有錶玻璃覆蓋之燒杯(250 mL)，用於樣品之消化。

5. 燒杯架及夾子：用於固定設備如過濾裝置。

- 6.過濾漏斗。用以支撐濾紙。
- 7.可丟棄式的滴定管及吸球。
- 8.定量吸管。
- 9.分析天平。可精稱至 0.1 mg。
10. 微波消化裝置或傳統烘箱，可設定在特定功率或溫度下加熱樣品。
11. 加熱板。

(四) 樣品分析

1.原子吸收光譜儀

- (1) 石墨爐式之附屬設備：參照 NIEA W303.5 四、設備與材料之說明。
- (2) 冷蒸氣汞分析之附屬設備：參照 NIEA W330.5 四、設備與材料之說明。

2.感應耦合電漿原子發射光譜儀：參照 NIEA W311.5 四、設備與材料之說明。

3.感應耦合電漿質譜分析儀：參照 NIEA W313.5 四、設備與材料之說明。

五、試劑

(一) 除非有其他的說明，所有的試劑必須符合美國化學學會 (American Chemical Society) 分析級試劑之規格。

(二) 採樣用試劑

- 1.濾紙：不含有機黏合劑(Organic binder)之玻璃或石英纖維濾紙，可至少捕集 99.95 % 之 0.3 μm 苯二甲酸二辛酯(DOP)微粒測試 (Diethyl phthalate smoke particles) ($< 0.05\%$ 之穿透) 其對於每一種待測金屬之含量應低於 0.20 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ (1.3 $\mu\text{g}/\text{in}^2$)。由濾紙製造商提供分析結果，確定濾紙金屬含量是否可以接受，如製造商未提供濾紙的金屬含量，在進行採樣前須對每一個待測金屬作濾紙空白分析。
- 2.試劑水：待測金屬含量應低於 1 ng/mL 或待測金屬分析偵測極限。必要時，可在採樣前對其待測金屬含量作分析。
- 3.濃硝酸：Baker Instra 分析級或同等級。
- 4.濃鹽酸：Baker Instra 分析級或同等級。

- 5.過氧化氫：30 % (V/V)。
- 6.高錳酸鉀。
- 7.濃硫酸。
- 8.矽膠：6 mesh 至 16 mesh 可變色之矽膠，使用過者置於 175 °C(約 350 °F)烘乾 2 小時，新購者可直接使用，其他具有相同效果之乾燥劑亦可。
- 9.碎冰塊。

(三) 預先準備之採樣用試劑

- 1.硝酸/過氧化氫吸收液（5 % 硝酸及 10 % 過氧化氫）：小心地邊攪拌並加入 50 mL 的濃硝酸至含有 500 mL 試劑水的 1000 mL 量瓶中，然後邊攪拌並加入 333 mL 的 30 %過氧化氫，並再加入試劑水稀釋至 1000 mL。本試液對每種待測金屬之含量應低於 2 ng/mL。
- 2.酸化高錳酸鉀吸收液 [4 % (W/V)高錳酸鉀，10 % (V/V)硫酸]：（每批次採樣前準備，惟需隨時檢查有無變色）。小心地邊攪拌並加入 100 mL 之濃硫酸至約裝有 800 mL 試劑水之 1 L 量瓶中，再加試劑水稀釋至 1 L，製備為 10 % (V/V)的硫酸試液。將 40.0 g 的高錳酸鉀溶入上述之 10 % (V/V)的硫酸試液中，再小心加入 10 %之硫酸至 1000 mL。將上述試液儲存於玻璃儲存瓶中以避免分解（註 2）。本試液之汞含量應低於 2 ng/mL 或汞分析偵測極限。
- 3.硝酸(0.1 N)：小心地邊攪拌並加入 6.3 mL 之硝酸(70 %)至含有 900 mL 試劑水的 1000 mL 量瓶中，再加試劑水稀釋至 1000 mL 並混合均勻。本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。
- 4.鹽酸(8 N)：小心地邊攪拌並加入 690 mL 之鹽酸至含有 250 mL 試劑水的 1000 mL 量瓶中，再以試劑水稀釋至 1000 mL 並混合均勻。本試液之汞含量應低於 2 ng/mL 或汞分析偵測極限。

(四) 玻璃製品清潔試劑

- 1.濃硝酸：Fisher ACS 等級或同等級。
- 2.試劑水：同五、（二）、2.規定。
- 3.硝酸[10 % (V/V)]：一邊攪拌並加入 100 mL 的濃硝酸至約含 800 mL 試劑水的燒瓶中，以試劑水稀釋至 1000 mL，並混合均勻。本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL 或其分析偵測極限。

(五) 樣品消化及分析用試劑

1. 濃鹽酸。
2. 濃氫氟酸。
3. 濃硝酸：Baker Instra 分析級或同等級。
4. 硝酸 [50 % (V/V)]：一邊攪拌並加入 125 mL 的濃硝酸至含 100 mL 試劑水的量瓶中，以試劑水稀釋至 250 mL。並混合均勻。
本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。
5. 硝酸 [5 % (V/V)]：一邊攪拌並加入 50 mL 的濃硝酸至含 800 mL 試劑水的量瓶中，以試劑水稀釋至 1000 mL，並混合均勻。
本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。
6. 試劑水：同五、(二) 2. 規定。
7. 氯化鈉—氯化氫脲胺溶液：溶解 30 g 氯化鈉與 25 g 氯化氫脲胺於試劑水中，並稀釋至 250 mL，保存期限 6 個月。
8. 氯化亞錫溶液：溶解 10 g 氯化亞錫於含 20 mL 濃鹽酸之試劑水中，並稀釋至 100 mL，本溶液應於分析前配製。
9. 高錳酸鉀 [5 % (W/V)]：溶解 25 g 的高錳酸鉀於試劑水中，並稀釋至 500 mL。
10. 濃硫酸。
11. 過硫酸鉀溶液：溶解 50 g 過硫酸鉀於試劑水中，並稀釋至 1 L，保存期限一年。
12. 金屬儲備溶液：包括汞、鉛、砷、鎘、鉻、鎘、鋇、鈹、鈷、銅、錳、鎳、磷、硒、銀、鉍、鋅及釩之標準品(AAS Grade)或更高等級，視使用儀器而定，其濃度均為 1,000 µg/mL。可使用經確認之市售標準溶液。
13. 汞的標準品及品質管制樣品：
 - (1) 每週準備 10 µg/mL 之汞中間標準品，其方法如下：將 5 mL 1,000 µg/mL 的汞溶液注入 500 mL 的量瓶中，並加入 20 mL 的硝酸(15 %)，再以試劑水稀釋至 500 mL 並混合均勻即完成。
 - (2) 每天準備 200 ng/mL 之汞工作標準品，其方法如下：加入 5 mL 的 10 µg/mL 汞中間標準品至 250 mL 的量瓶中，並加入 5 mL 的 4 % 高錳酸鉀及 5 mL 的硝酸(15 %)再加試劑水稀釋至 250 mL 並混合均勻即完成。

- (3) 準備五種不同濃度之汞工作標準品(200 ng/mL)和空白試劑以利製成檢量線。上述樣品可分別為 0、1.0、2.0、3.0、4.0 及 5.0 mL 的工作標準溶液，其分別又含 0、200、400、600、800 及 1000 ng 的汞。另外配置 10 µg/mL 的汞中間標準品以製備檢量線查核樣品，並將其稀釋至檢量線範圍內。

14. ICP-AES 標準品及品質管制樣品

- (1) ICP-AES 分析時檢量線可取適量體積的上述標準儲備溶液，於定量瓶中予以混合，以 5 % 硝酸稀釋成不同濃度之標準品，以製備出各種多元素混合的校正標準溶液（如表六所示）。
- (2) 另外製備品管樣品。其方法是添加已知量的待測金屬（在檢量線中間值範圍）於 5 % 硝酸溶液中。建議將鉻及鉛的配置液濃度定為 25 µg/mL，其他元素則為 10 µg/mL。金屬含量低於 1 µg/mL 的標準品需每日準備。而金屬含量高於 1 µg/mL 的標準品至少可維持 1 至 2 週。

15. ICP-MS 標準品：將標準儲備溶液以 1 % (v/v) 硝酸稀釋至儀器之線性範圍內，每一標準儲備溶液必須個別測定，以確認是否可能造成質譜性干擾或含有過量不純物。配製時須注意各元素間之相容性及穩定性。

16. GFAAS 標準品。對砷、鎘、鈷、鉛、銻、硒及鉍。加入 1 mL 之 1,000 µg/mL 標準品至 100 mL 的量瓶中並加 10 % 的硝酸稀釋至 100 mL，製備成 10 µg/mL 之標準品。對 GFAAS 之分析而言，需注意標準溶液與樣品溶液基質的匹配性。以製備 100 ng/mL 的標準溶液為例，將 1 mL 之 10 µg/mL 標準品加至 100 mL 的量瓶中，加入適當之基質成分，最後再稀釋至 100 mL。使用至少六個標準品製作檢量線，建議濃度為 0、10、25、50、75 及 100 ng/mL。將 10 µg/mL 標準品稀釋至樣品的允許範圍內，作為單獨的品質管制樣品。任一金屬含量低於 1 µg/mL 的標準品需每日準備。而金屬含量高於 1 µg/mL 的標準品可維持 1 至 2 週。

17. 基質修飾劑

- (1) 硝酸鎳 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [1 % (V/V)]：將 4.956 g 的硝酸鎳或其他合適的鎳化合物溶解至含有 50 mL 試劑水的 100mL 量瓶中，並加試劑水稀釋至 100 mL。
- (2) 硝酸鎳 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [0.1 % (V/V)]：將 10 mL 的 1 % 硝酸

鎳用試劑水稀釋至 100 mL。以 GFAAS 分析砷時，注入等量的樣品及修飾劑溶液進行測定。

- (3) 鐳(La)：小心地將 0.5864 g 的氧化鐳(La_2O_3)溶入 10 mL 的濃硝酸中，並加入 50 mL 的試劑水，再用試劑水稀釋至 100 mL 並混合均勻。以 GFAAS 分析鉛時，注入等量的樣品及修飾劑溶液進行測定。

18. Whatman 40 及 541 型號的濾紙或同等級：用以過濾已消化之樣品。

六、採樣與保存

(一) 採樣步驟

由於本方法相當複雜，所以採樣及分析人員必須對本方法所述之各測試程序（如污染源採樣）、試劑的製備、樣品的處理、儀器的使用及操作、計算及分析、報告等都需要有良好的訓練及充足的經驗，才能夠獲致可靠的結果。

1. 採樣前準備

- (1) 清潔玻璃器皿：用熱水清洗所有採樣組裝中的玻璃器皿再用熱肥皂水刷洗，然後用自來水清洗玻璃器皿 3 次，再以試劑水清洗 3 次，接下來將玻璃器皿浸泡在含有 10 % (V/V) 的硝酸溶液中至少四小時，再以試劑水清洗 3 次，最後再用丙酮清洗後風乾之並將所有玻璃開口覆蓋以避免污染。
- (2) 矽膠：準備數個氣密性容器，於每個容器裝入 200 g 至 300 g 矽膠。對每個含矽膠之容器稱重至 0.5 g，並記錄重量。也可選擇不需先將矽膠稱重，在組合採樣裝置前將矽膠裝入衝擊瓶並直接稱重。
- (3) 濾紙：面向光目視檢查濾紙是否有不規則、裂紋或有小孔。

2. 採樣前決定事項：參照 NIEA A450.7 六、（一）2. 規定。

3. 準備組裝採樣裝置

- (1) 將 100 mL 的硝酸/過氧化氫吸收液（本法之五、（三）1.）注入第二及第三個衝擊瓶（圖一），並將 100 mL 的酸化高錳酸鉀吸收液（本法之五、（三）2.）注入第五及第六個衝擊瓶（圖一）。將已預先稱重約 200 g 至 300 g 的矽膠充填至最後一個衝擊瓶。將放矽膠之容器放置於乾淨地方作為稍候樣品回收時使用。也可先將矽膠裝入衝擊瓶後，稱含矽膠之衝擊瓶重量至 0.5 g 並記錄。

- (2) 使用鑷子或乾淨之可丟棄式手套，將濾紙置於濾紙固定器。確定濾紙正確地位於中心且墊圈在正確的位置以防止樣品氣流繞過濾紙。組合完成後檢查濾紙是否有破損或摺痕。
 - (3) 當溫度小於 260 °C 時使用 Viton 環狀墊圈或當溫度較高時使用耐熱墊圈，俾安裝選定之吸氣嘴。其他連結系統如 316 不鏽鋼或鐵氟龍套圈者也可使用。以耐熱膠帶於採樣管標示採樣點位置。
 - (4) 依圖一組裝採樣裝置，在衝擊瓶四周放置冰塊及適當體積水。
 - (5) 視污染源的狀況，如果衝擊瓶內收集到的水汽體積低於 100 mL 可將第一個空的衝擊瓶移除。
 - (6) 如果不作汞的分析可免除圖一之第四、第五及第六個衝擊瓶。
 - (7) 確定採樣組裝無漏氣及避免可能之樣品污染問題（註 3），使用鐵氟龍膠帶或其他不會造成污染的材料代替矽氧潤滑油 (Silicone grease)。
4. 採樣組裝測漏程序：參照 NIEA A450.7 六、（一）4.(1)（採樣前測漏）、六、（一）4.(2)（採樣時測漏）及六、（一）4.(3)（採樣後測漏）。
5. 操作採樣裝置
- (1) 在採樣時，須維持等速採樣速率（除非經管理者指定用別的方法，應和真實等速誤差在 10 % 以內）。並維持採樣管、濾紙溫度及樣品傳輸管（如有使用）在 $120^{\circ}\text{C} \pm 14^{\circ}\text{C}$ 。
 - (2) 完成採樣前測漏後，參照 NIEA A450.7 六、（一）4.(1)之規定檢查採樣裝置。
 - (3) 參照 NIEA A450.7 六、（一）5.(1)至(8)及(10)至(11)操作採樣裝置。
 - (4) 當進行汞的採樣時，若有必要維持最後一個內裝高錳酸鉀衝擊瓶所要求的顏色時，可以參考 U.S. EPA₂ Method 101A Section 7.1.1, 40 CFR part 61 Appendix B 的程序。
6. 參照 NIEA A450.7 六、（一）5.(12) 計算等速百分比。

（二）樣品回收步驟

1. 採樣結束，採樣管應先冷卻再進行樣品的回收，清除所有採樣管吸氣嘴前端的粒狀物質，再將蓋子蓋上以避免粒狀物的散失

及外界雜質的混入。採樣組裝冷卻後不要將採樣管的前端蓋的太緊，以避免造成負壓使得衝擊瓶的液體引流至濾紙上。

2. 在拆卸採樣組裝時可從最後一個衝擊瓶上將連接管鬆開並將衝擊瓶蓋上，再將濾紙固定器的出口及衝擊瓶的入口蓋上。可使用未污染的瓶蓋如毛玻璃栓、塑膠蓋或鐵氟龍膠帶來蓋緊開口。
3. 將採樣管和衝擊瓶、濾紙固定器等移至乾淨並可避免風吹的位置以防受污染或造成樣品的漏失。檢查採樣組裝是否有不正常的情況，特別小心確認所有要回收的項目不會污染樣品。樣品的回收及處置可參考圖二。
4. 1 號樣品儲存容器（濾紙樣品）：小心地用酸洗過的鑷子（聚丙稀製成）或用鐵氟龍塗覆的鑷子及手套（用水洗過並風乾），將濾紙從固定器中移開，小心不要將濾紙內的濾餅漏出。然後用乾的尼龍刷（酸洗過的）將濾紙上任何微粒物質以及附著在濾紙固定器夾的濾紙纖維移至已貼上標籤的培養皿中，在回收樣品時不可使用金屬製品。最後再將貼上標籤的培養皿容器以封條封好。
5. 2 號樣品儲存容器（丙酮清洗）：只有在進行粒狀物檢測時才需進行此項程序。以總量 100 mL 的丙酮清洗吸氣嘴及採樣管套環、採樣管內管以及濾紙固定器前半部，以回收採樣管內之粒狀物及吸氣嘴上的冷凝物，此時不要讓採樣管外側附著之灰塵污染到樣品。上述 100 mL 丙酮必須準確的使用以配合隨後空白實驗的修正程序。當實驗室的主管允許時亦可用蒸餾水替代丙酮清洗，並保留試劑水樣空白。清洗步驟如下：
 - (1) 小心地將採樣管的吸氣嘴移開並用洗瓶（裝有丙酮）及非金屬的刷子清洗內部的表面。一直用刷子刷到看不見粒狀物為止，最後再用丙酮清洗一次。
 - (2) 同樣地用丙酮沖洗並刷洗接觸到樣品的採樣管墊片之內緣直到看不見粒狀物為止。當丙酮從採樣管頂端注入沖洗時，可將採樣管傾斜或轉動，使採樣管內管的所有表面被丙酮沾濕。最後再讓丙酮從尾端排出至樣品容器中，亦可使用漏斗來輔助上述程序。清洗採樣管時將採樣管置於傾斜的位置，接著以丙酮沖洗並使用非金屬採樣管刷清洗，當採樣管刷旋轉推進刷入管內時，用丙酮從採樣管的頂端沖洗，使刷子刷過整個採樣管三次。將樣品容器連接至採樣管尾端，收集從採樣管刷出之丙酮及粒狀物至目視沒有粒狀物被丙酮沖出或目視觀察採樣管內管沒有殘留粒狀物。用丙酮清洗之前所用的刷子，然後定量收集這些樣品容器中的清洗液。最後再用

丙酮清洗採樣管一次。

- (3) 清洗採樣管時最好有兩人操作以減少樣品的漏失。在採樣進行時要保持刷子的乾淨以避免污染。用丙酮及非金屬的刷子刷洗濾紙固定器前半部內部的表面。清洗每一個表面至少三次以上，而且必須將所有可見的粒狀物去除。最後再用刷子清洗濾紙固定器一次。然後將所有的丙酮清洗物及粒狀物質收集在樣品容器中，並將樣品容器之蓋子蓋緊以避免丙酮漏出，並將其液體的高度標示以便查知在輸送時是否有洩漏的情形發生。容器貼上標籤清楚標示內容物。
6. 3 號樣品儲存容器（採樣管清洗）：清洗採樣管時要保持採樣管的清潔並避免污染，小心不要將採樣管外部或其他外部表面之灰塵進入樣品。用 100 mL 的 0.1 N 硝酸依下列步驟沖洗吸氣嘴、採樣管套環、採樣管內管、樣品傳輸管（如果有使用）及濾紙固定器前半部定量回收樣品物質及冷凝物，並將清洗液置於樣品儲存容器中。清洗步驟如下：
 - (1) 小心移開吸氣嘴並由洗瓶用 0.1 N 硝酸沖洗內部表面，並使用尼龍刷刷洗。刷洗至吸氣嘴內壁沒有看到粒狀物，接著用 0.1 N 硝酸對內部表面做最後的沖洗。
 - (2) 用 0.1 N 硝酸以同樣的方法刷洗及沖洗採樣管套環內部至沒有看到粒狀物殘留。
 - (3) 用 0.1 N 硝酸沖洗採樣管。傾斜採樣管並從上端（吸氣嘴端朝上）噴入 0.1 N 硝酸，同時旋轉採樣管以便所有內部表面可以用 0.1 N 硝酸沖洗。可使用玻璃漏斗以幫助將清洗液移入儲存容器。接著用毛刷刷洗採樣管內壁。維持採樣管在傾斜位置，從採樣管上端噴入 0.1 N 硝酸同時將採樣管刷旋轉推進刷入管內，固定樣品容器在採樣管底端下面，並收集 0.1 N 硝酸及從採樣管刷出之樣品物質。使刷子刷過整個採樣管三次或更多次至目視沒有樣品物質被 0.1 N 硝酸沖出或目視觀察採樣管內管沒有殘留樣品物質。最後以 0.1 N 硝酸沖洗刷子，並定量收集清洗液至樣品容器。最後再以 0.1 N 硝酸清洗採樣管一次。
 - (4) 確定清除所有連接處之矽氧潤滑油後以 0.1 N 硝酸沖洗濾紙固定器前半部之內部。刷洗及沖洗各個表面三次或更多次，如有需要時，移除可見的樣品物質。最後沖洗刷子及濾紙固定器。在所有 0.1 N 硝酸清洗液及樣品物質收集至樣品容器後，將樣品容器之蓋子旋緊以便運送至實驗室時液體不會洩漏。將液體的高度標示以便查知在輸送時是否有洩漏的情形

發生。容器貼上標籤清楚標示內容物。

7. 4 號樣品儲存容器（一至三號衝擊瓶，水分衝擊瓶，硝酸/過氧化氫衝擊瓶內液體及清洗液）：由於可能涉及大量的液體，可將衝擊瓶一號至三號的溶液置入一個以上的容器中。以量筒精確量測一至三號衝擊瓶的液體體積至 0.5 mL，記錄體積以計算管道氣體樣品的水分含量。用 100 mL 的 0.1 N 硝酸依下列步驟清洗一至三號衝擊瓶、濾紙支撐體、濾紙固定器的後半部以及聯結的所有玻璃器皿。

- (1) 清除衝擊瓶球狀連接處之矽氧潤滑油，並在聯結處加蓋。
- (2) 轉動並搖晃每個衝擊瓶，以便衝擊瓶內液體可作為沖洗溶液。
- (3) 將衝擊瓶內液體移至 500 mL 量筒。移開球狀連接出口之蓋子，將液體由開口處流出。當將液體移入量筒時不要分開衝擊瓶（內部及外部管）。量測液體體積至 0.5 mL。也可測定液體重量至 0.5 mg。記錄現有液體體積或重量，根據衝擊瓶收集物註記觀察到之任何顏色或薄膜。液體體積或重量必須依據矽膠之數據，計算管道氣體水分含量。
- (4) 將液體移至 4 號樣品儲存容器。
- (5) 倒約 30 mL 的 0.1 N 硝酸至前三個衝擊瓶並劇烈搖動衝擊瓶。經由衝擊瓶出口將 0.1 N 硝酸倒至 4 號樣品儲存容器。重複此操作二次，觀察衝擊瓶尋找任何異常情形。
- (6) 清除聯結衝擊瓶的玻璃器皿球狀連接處之矽氧潤滑油，並以 0.1 N 硝酸沖洗每個玻璃器皿二次，將沖洗液移至 4 號樣品儲存容器。標示液位高度以查知樣品容器在運送過程中是否有洩漏的情形發生（註 4）。

8. 5A 號樣品儲存容器（四號衝擊瓶），5B 號和 5C 號（五號及六號衝擊瓶）

- (1) 當進行汞之檢測時，將四號衝擊瓶（位於兩個高錳酸衝擊瓶之前者）內之液體移至量筒中，精確量測其體積至 0.5 mL，以計算管道氣體樣品的水分含量。將試液移入 5A 號樣品儲存容器中，然後用 100 mL 的 0.1 N 硝酸清洗衝擊瓶並將清洗液移入 5A 號樣品儲存容器。
- (2) 將兩個高錳酸衝擊瓶內之液體移入量筒中，精確量測其體積至 0.5 mL，以計算管道氣體樣品的水分含量。將酸化高錳酸鉀溶液移入 5B 號樣品儲存容器中，然後用 100 mL 之酸化高錳酸鉀溶液清洗兩個高錳酸衝擊瓶以及聯結的玻璃器皿

最少 3 次（每次約 33 mL）。然後將所有的清洗液及沉澱物移入 5B 號樣品儲存容器中。

- (3) 同樣的用 100 mL 的試劑水清洗兩個高錳酸衝擊瓶以及聯結的玻璃器皿至少 3 次以上。然後將清洗液移入 5B 號樣品儲存容器中（註 5），再將其液體的高度及內容物成分清楚標示。
- (4) 如試劑水沖洗後未見沉澱物殘留，不需要進一步的沖洗。若仍有沉澱物殘留在衝擊瓶的表面，則使用 25 mL 的 8 N 鹽酸沖洗，並將其清洗液置於標示 5C 號樣品儲存容器（含 200 mL 的試劑水）之個別的樣品儲存容器中。其步驟為：先將 200 mL 的試劑水置於儲存容器中，然後用 8 N 的鹽酸沖洗衝擊瓶壁，將衝擊瓶轉至側邊並轉動使整個衝擊瓶內部的表面接觸到鹽酸。使用 25 mL 的 8 N 鹽酸沖洗兩個高錳酸衝擊瓶，先清洗第一個衝擊瓶，再把清洗第一個衝擊瓶的清洗液移入第二個衝擊瓶內，清洗後置於容器之中。再將容器的液位作標示以便查知在輸送時是否有外漏發生。
9. 6 號樣品儲存容器（矽膠）：注意矽膠的顏色是否改變，以檢查其是否完全失效，並註記其狀況。再將矽膠從衝擊瓶移入儲存容器中並將其蓋子封好。並以天平稱其重量至 0.5 g 或直接稱含矽膠之衝擊瓶重量。
- 10.7 號樣品儲存容器（丙酮空白）：如果要量測粒狀物的排放，在檢測時至少要作一次下列測試。將 100 mL 用以回收樣品的丙酮置於 7 號樣品儲存容器中，並將其封好。
- 11.8A 號樣品儲存容器（0.1 N 硝酸空白）：在檢測時至少要作一次下列測試。將 300 mL 用以回收樣品的 0.1 N 硝酸置於 8A 號樣品儲存容器中，並將其封好。
- 12.8B 號樣品儲存容器（試劑水空白）：在檢測時至少要作一次下列測試。將 100 mL 用以回收樣品的試劑水置於 8B 號樣品儲存容器中，並將其封好。
- 13.9 號樣品儲存容器（5 % 的硝酸及 10 % 的過氧化氫空白）：在檢測時至少要作一次下列測試。將 200 mL 用於衝擊瓶試劑的 5 % 硝酸及 10 % 過氧化氫置於 9 號樣品儲存容器中，並將其封好。
- 14.10 號樣品儲存容器（酸化高錳酸鉀空白）：在檢測時至少要作一次下列測試。將 100 mL 用於回收樣品之酸化高錳酸鉀試劑置於 10 號樣品儲存容器中。

- 15.11 號樣品儲存容器（8 N 鹽酸空白）：在檢測時至少要作一次下列測試。將 200 mL 的試劑水置於 11 號樣品儲存容器中，然後小心地將 25 mL 的 8 N 鹽酸加入並攪拌均勻，並將其封好。
- 16.12 號樣品儲存容器（濾紙樣品空白）在檢測時至少要作一次下列測試。將 3 張和採樣相同批次且未使用過的濾紙置入培養皿中標明 12 號樣品儲存容器中，並將其封好。
- 17.樣品運送前，檢查所有樣品儲存容器之蓋子密封程度，再使用鐵氟龍膠帶或防水膠帶封緊接口處，樣品運送時，必須確認容器開口朝上，濾紙盒開口處亦須朝上。

七、步驟

（一）樣品前處理

1. 將所有的液位及成份標示以便查知在輸送過程中是否發生洩漏。如有洩漏，將其視為無效樣品或經主管人員核可後對其數據作必要之修正。採樣組裝各個組件之樣品準備及分析程序可參考圖三。
2. 1 號樣品儲存容器（濾紙樣品）：將濾紙裁成每個重量約 0.5 g 的小塊，並將其置於各別的微波消化裝置或高壓消化釜中。在每一個消化瓶加入 6 mL 濃硝酸及 4 mL 濃氫氟酸。以微波加熱時，微波樣品總加熱時間約 12 分鐘至 15 分鐘，其順序為先用微波加熱 2 分鐘至 3 分鐘，再關掉電源並靜置 2 分鐘至 3 分鐘，再以微波加熱 2 分鐘至 3 分鐘，重複以上步驟至總加熱時間達 12 分鐘至 15 分鐘為止（這個程序在消化功率 600 瓦時大約維持 24 分鐘至 30 分鐘），此外加熱的時間大致是取決於欲消化樣品的數目，當吸收液回流至器皿(vessel)表示已充分加熱。以高壓分解釜加熱時，其溫度多設定在 140 °C，時間為 6 小時。待樣品冷卻至室溫後，再將其試液和七、（一）4.中的酸性已消化採樣管之清洗液合併。
3. 2 號樣品儲存容器（丙酮清洗液）：將液位及成分標示以便查知在輸送時是否有洩漏。如有洩漏，將其視為無效樣品或經主管人員核可後對其數據作必要之修正。精確量測體積至 1 mL 或精稱至 0.5 g。在移出的過程中將其內含物倒入已以酸清洗過的 250 mL 燒杯內，同時在室壓室溫下使其蒸發乾燥。如果要檢測粒狀物的排放，要使其乾燥 24 小時以上（不能直接加熱），並精稱至 0.1 mg。以 10 mL 的濃硝酸重新溶解殘餘物，於依七、（一）4.進行樣品消化前，將此樣品中所有的溶液及粒狀物併入 3 號樣品儲存容器。

4. 3 號樣品儲存容器（採樣管清洗液）：確認樣品的 pH 值為 2 或更低。如果其 pH 值不在此範圍之內，小心地加入濃硝酸將其酸化並使 pH 值達到 2。用試劑水將樣品沖入燒杯中並用錶玻璃將燒杯口覆蓋。以加熱板加熱（其溫度要低於其沸點），使得樣品的體積減少至 20 mL。再將樣品分別置於微波壓力消化器或高壓消化釜中，小心的加入 6 mL 濃硝酸及 4 mL 濃氫氟酸，依步驟七、（一）2.進行消化，將試液和七、（一）2.酸消化液合併。本樣品稱為 Sample Fraction 1，並將其合併之樣品以 Whatman 541 的濾紙過濾，再以試劑水稀釋至 300 mL（或稀釋至適當之體積）。此稀釋樣品稱為 Analytical Fraction 1，精確量測及記錄 Analytical Fraction 1 體積至 0.1 mL。再將其樣品分出大約 50 mL 稱為 Analytical Fraction 1B，剩下的 250 mL 樣品則稱為 Analytical Fraction 1A。並用 ICP-AES 或 AAS 對 Analytical Fraction 1A 檢測除了汞之外的待測金屬。Analytical Fraction 1B 則用以檢測前半段汞的含量。
5. 4 號樣品儲存容器（一至三號衝擊瓶）：精確量測及記錄其樣品體積至 0.5 mL，並將其樣品稱為 Sample Fraction 2。再將其樣品分出 75 mL 至 100 mL 用以檢測汞，本樣品稱為 Analytical Fraction 2B。而 4 號樣品儲存容器所剩下的樣品則稱為 Sample Fraction 2A。Sample Fraction 2A 消化後可產生 Analytical Fraction 2A，其體積大約為 150 mL。對 Analytical Fraction 2A 檢測除了汞之外的金屬。首先確認 Sample Fraction 2A 的 pH 值為 2 或更低。如果其 pH 值不在此範圍之內，小心地加入濃硝酸將其酸化，使 Sample Fraction 2A 的 pH 值達到 2。再用試劑水將 Sample Fraction 2A 移入燒杯中並以錶玻璃將燒杯口覆蓋。用加熱板加熱（溫度要低於其沸點），直至 Sample Fraction 2A 的體積減少至剩下 20 mL。然後以下列程序進行消化。
 - (1) 傳統的消化程序：加入 30 mL 的 50 % 硝酸至 Sample Fraction 2A 中，再用加熱板加熱（溫度要低於其沸點）30 分鐘。加入 10 mL 的 3 % 過氧化氫再加熱 10 分鐘。加入 50 mL 的熱水並將其樣品加熱 20 分鐘，待樣品冷卻後將其過濾，再用試劑水稀釋至 150 mL（或適當之體積）。此稀釋樣品稱為 Analytical Fraction 2A。精確量測及記錄樣品體積至 0.1 mL。
 - (2) 微波消化程序：加入 10 mL 的 50 % 硝酸，並以 600 watts 的功率加熱 1 分鐘至 2 分鐘。再將其電源關掉靜置 1 分鐘至 2 分鐘，重複其步驟直到總時間達 6 分鐘（取決於欲消化樣品的數目），如同七、（一）2.所描述的程序一樣。當樣品冷

卻後加入 10 mL 的 3 % 過氧化氫再加熱 2 分鐘。加入 50 mL 的熱水並將其樣品加熱 5 分鐘，待樣品冷卻後再將其過濾，並以試劑水稀釋至 150 mL（或適當之體積）。此稀釋樣品稱為 Analytical Fraction 2A。精確量測及記錄樣品體積至 0.1 mL。

6. 5A 號樣品儲存容器（四號衝擊瓶）、5B 及 5C 號樣品儲存容器（五號及六號衝擊瓶）

- (1) 將樣品分別保存於 5A、5B 及 5C 號樣品儲存容器中。量測及記錄 5A 的體積使其精確至 0.5 mL，並將 5A 號樣品儲存容器的成分標示為 Analytical Fraction 3A。
- (2) 將 5B 號樣品儲存容器成分中所有的棕色二氧化錳沉澱移出並利用 Whatman 40 濾紙將其過濾至 500 mL 的量瓶中。再用試劑水將其稀釋至 500 mL。保留含棕色二氧化錳沉澱物之濾紙以便進行消化，並將剛從樣品 5B 號儲存容器過濾出的 500 mL 過濾液標示為 Analytical Fraction 3B。在過濾後 48 小時內對 Analytical Fraction 3B 檢測汞。
- (3) 將含棕色二氧化錳沉澱物的濾紙置於適當大小的開口容器中，其容器可以讓濾紙消化時，所產生出來任何型態含氯氣體釋放出來；在可將消化二氧化錳時所產生的氣體全部移除的抽氣櫃中加入 25 mL 的 8 N 鹽酸至濾紙中，使其在室溫下消化至少 24 小時。利用 Whatman 40 濾紙將 5C 樣品儲存容器內容物過濾，並將其過濾液移入 500 mL 的量瓶中。然後用 Whatman 40 濾紙將來自 5B 樣品儲存容器之消化過的棕色二氧化錳過濾，並將其過濾液移入先前的 500 mL 的量瓶中，再用試劑水稀釋至 500 mL。將 Whatman 40 濾紙棄置。此合併的鹽酸稀釋液稱為 Analytical Fraction 3C。

7. 6 號樣品儲存容器（矽膠）：使用天平將其使用過的矽膠（衝擊瓶內的矽膠）精稱至 0.5 g。

（二）樣品分析

1. 每採一個樣品，會產生 7 個各別的分析樣品。其中 2 個樣品是針對汞除外之金屬，其他 5 個樣品則是針對汞，分析架構列於圖三中。

- (1) Analytical Fractions 1A 及 1B：最初兩個分析的樣品，標示為 Analytical Fractions 1A 及 1B，此消化樣品是由採樣組裝之前半段所收集；Analytical Fractions 1A 可藉由 ICP-AES、ICP-MS 或 AAS 進行分析，其分析方法分別描述於

七、(二) 2.及七、(二) 3.；Analytical Fractions 1B 是針對採樣組裝之前半段樣品中汞的分析，其分析方法描述於七、(二) 4.。

- (2) Analytical Fractions 2A 及 2B：而採樣組裝的後半段則為第 3 至第 7 個分析樣品，第 3 個及第 4 個分析樣品，標示為 Analytical Fractions 2A 及 2B，這些樣品係由第一衝擊瓶（去除水分）及第二、三衝擊瓶（硝酸/過氧化氫，若有使用）而來；Analytical Fractions 2A 可藉由 ICP-AES、ICP-MS 或 AAS 進行重金屬分析（汞除外）；Analytical Fractions 2B 是針對汞的分析。
- (3) Analytical Fractions 3A、3B 及 3C：第 5 個至第 7 個分析樣品，標示為 Analytical Fractions 3A、3B 及 3C，這些樣品包含第四衝擊瓶（空瓶）及第五、六衝擊瓶（硫酸/高錳酸鉀）的吸收液及沖洗液。這些樣品是用於汞的分析，其分析方法描述於七、(二) 4.。採樣組裝的後半段所捕集到的汞含量，是取決於 Analytical Fractions 2B、3A、3B 及 3C 的總合。而 Analytical Fractions 1A 及 2A 可在分析前先按比例進行混合。

2. ICP-AES 及 ICP-MS 分析（註 6）

取一空白和至少五個濃度（需在適當濃度範圍內）的標準溶液，以製備檢量線（相關係數須大於 0.995）；檢量線製備完成後，隨即以不同於檢量線製作來源的標準品進行確認。以 ICP-AES 或 ICP-MS 分析 Analytical Fractions 1A 及 2A 之待測金屬（汞除外）。關於 ICP-AES 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA M104.0 七、(二) 至 (四) 之步驟；ICP-MS 可參照 NIEA M105.0 七、(二) 至 (四) 之步驟。使用 ICP-AES 時各元素分析建議使用的波長列於表七。

開始分析所有樣品中的待測金屬（汞除外）時，如果樣品中含有鐵及鋁，應稀釋至 50 ppm 以下，以減少其對砷、鎘、鉻及鉛的光譜干擾。

3. AAS 及 GFAAS 分析

取一空白和至少五個濃度（需在適當濃度範圍內）的標準溶液，以製備檢量線；檢量線製備完成後，隨即以不同於檢量線製作來源的標準品進行確認。以 AAS 或 GFAAS 分析對 Analytical Fractions 1A, 2A 中之待測金屬（汞除外）進行分析。關於 AAS 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA W306.5 七、(二) 至 (五) 及 NIEA W434.5 七、(一) 至 (四) 之步

驟；GFAAS 則可參照 NIEA W303.5 七、（二）至（四）之步驟。

4. CVAAS 分析

- (1) 取一空白和至少五個濃度（需在適當濃度範圍內）的標準溶液，以製備檢量線；檢量線製備完成後，隨即以不同於檢量線製作來源的標準品進行確認。以 CVAAS 對 Analytical Fractions 1B、2B、3A、3B 及 3C 中之汞進行分析。關於儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA W330.5 之七、（一）至（四）之步驟。
- (2) 進行汞分析程序時，對於每一個原樣品應慎選及記錄所抽取的量（範圍介於 1 mL 至 10 mL）。如果之前無法預估原樣品中汞的總量時建議可取 5 mL 的部分樣品先稀釋至 100 mL。樣品內汞的總量應低於 1 µg，即汞的總量應落於檢量線範圍內（0 ng 至 1000 ng）。
- (3) 若讀值超過可量測範圍（包括在原樣品中取 1 mL 進行消化的情況下，亦超出檢量線範圍）時，原樣品應以 0.15 % 的硝酸進行稀釋。再取 1 mL 至 10 mL 的部分樣品（原樣品以 0.15 % 硝酸稀釋後的試液）進行消化及分析，則測值應可落於檢量線範圍內。

（三）野外試劑空白消化及分析

關於野外試劑空白之製備（7 號至 12 號樣品儲存容器），描述於六、（二）10.至六、（二）16.。空白樣品之消化及分析參照七、（一）及七、（二）之步驟。汞野外試劑空白，使用 10 mL 溶液來消化及分析。野外試劑空白準備及分析程序可參考圖四。

1. 從 12 號樣品儲存容器取出一張濾紙參照七、（一）、2.進行消化及分析，參照七、（一）3.對 7 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析，以及參照七、（一）4.對 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析。以上步驟可產生 Analytical Fraction 1A 及 1B 的空白。
2. 將 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 及 9 號樣品儲存容器的 200 mL 合併，然後參照七、（一）5.的步驟將前項所合併的體積作消化及分析。此步驟可產生 Analytical Fraction 2A 及 2B 的空白。
3. 將 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 試液作消化及分析。此步驟可產生 Analytical Fraction 3A 的空白。

4. 將 10 號樣品儲存容器的 100 mL 及 8B 號樣品儲存容器的 33 mL 合併產生 Analytical Fraction 3B 的空白。依七、（一）6. 對 5B 號樣品儲存容器所描述的步驟將合併的 133 mL 予以過濾，但不稀釋此 133 mL 空白樣品；並在過濾 48 小時內分析此項空白之汞含量，計算空白量時以 400 mL 當作空白體積而其他分析空白計算則以真實體積。
5. 將已過濾 Analytical Fraction 3B 空白中棕色二氧化錳沉澱物的濾紙，依七、（一）6. 的程序進行消化。消化物及 11 號樣品儲存容器內容物以 Whatman 40 濾紙過濾至 500 mL 的量瓶，再用試劑水將其稀釋至 500 mL。這些步驟可產生 Analytical Fraction 3C 的空白。
6. 參照七、（二）2. 或七、（二）3. 檢測 Analytical Fraction Blanks 1A 及 2A 的空白。根據七、（二）4. 分析 Analytical Fraction Blanks 1B、2B、3A、3B 及 3C 的空白。分析 Analytical Fraction 1A 的空白，可產生前半段待測金屬（汞除外）的空白修正值。分析 Analytical Fraction 1B 的空白，可產生前半段汞的空白修正值。而分析 Analytical Fraction 2A 的空白，可產生後半段待測金屬（汞除外）的空白修正值。而分別分析 Analytical Fraction Blanks 2B、3A、3B 及 3C 的空白，可產生後半段汞的空白修正值。

八、結果處理

（一）基本計算

包括乾式氣體體積、水分含量、吸氣嘴內徑選擇、排氣流速、排氣組成、乾排氣平均流量及等速吸引百分率等，可參照 NIEA A807.7 之八、（二）或其他適當方法。

（二）樣品中的金屬濃度（汞除外）

1. 採樣組裝前半段的金屬分析（汞除外），Analytical Fraction 1A。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，以下列計算式分別計算各金屬的總量。

$$M_{fh} = C_{a1} F_d V_{\text{soln},1}$$

2. 採樣組裝後半段的金屬分析（汞除外），Analytical Fraction 2A。經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由下列計算式分別計算各金屬的總量。

$$M_{bh} = C_{a2} F_a V_a$$

3. 各金屬之總量（汞除外）。由下列計算式分別計算各金屬的總量（註7）。

$$M_t = (M_{fh} - M_{fhh}) + (M_{bh} - M_{bhh})$$

（三）樣品中的汞

1. 採樣組裝前半段的汞分析，Analytical Fraction 1B。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，由下列計算式計算汞的總量。

$$Hg_{fh} = \frac{Q_{fh}}{V_{f1B}} V_{soln,1}$$

2. 採樣組裝後半段的汞分析，Analytical Fraction 2B, 3A, 3B 及 3C。

- (1) 經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由下列計算式分別計算汞的總量。

$$Hg_{bh2} = \frac{Q_{bh2}}{V_{f2B}} V_{soln,2}$$

- (2) 針對 Analytical Fraction 3A, 3B 及 3C。利用下列計算式計算後半段汞的總量。

$$Hg_{bh3(A,B,C)} = \frac{Q_{bh3(A,B,C)}}{V_{f3(A,B,C)}} V_{soln,3(A,B,C)}$$

- (3) 利用下列計算式計算經採樣組裝後半段所收集的樣品中汞的總量。

$$Hg_{bh} = Hg_{bh2} + Hg_{bh3A} + Hg_{bh3B} + Hg_{bh3C}$$

3. 採樣過程中所收集的汞。利用下列計算式計算所有採樣組裝所得樣品中汞的總量（註8）。

$$Hg_t = (Hg_{fh} - Hg_{fhh}) + (Hg_{bh} - Hg_{bhh})$$

- (四) 各個金屬在排放管道氣中的濃度。利用下列計算式計算各金屬在排放管道氣中的濃度（乾基及標準狀態下）

$$C_s = \frac{K_4 M_t}{Vm_{(std)}}$$

(五) 名詞

C_{a1} = 由檢量線讀取在 Analytical Fraction 1A 中金屬濃度， $\mu\text{g/mL}$ 。

C_{a2} = 由檢量線讀取在 Analytical Fraction 2A 中金屬濃度， $\mu\text{g/mL}$ 。

C_s = 各金屬在排放管道排氣中的濃度， mg/dscm 。

F_a = 校正因子，其值為 Sample Fraction 2 體積除以 Sample Fraction 2A 體積。

F_d = 稀釋係數（在實際使用於儀器產生 C_{a1} 讀值之溶液中含有濃樣品比例之倒數。例如，2 mL Analytical Fraction 1A 溶液稀釋至 10 mL 使落於檢量線範圍， $F_d=5$ ）。

Hg_{bh} = 經採樣組裝後半段所收集的樣品中汞的總量， μg 。

Hg_{bh2} = Sample Fraction 2 中汞的總量， μg 。

$Hg_{bh3(A,B,C)}$ = 分別收集於 Analytical Fraction 3A, 3B 及 3C 中的汞總

量， μg 。

Hg_{bbb} = 後半段野外試劑空白測得之汞重量空白修正值， μg 。

Hg_{fh} = 經採樣組裝前半段所收集的樣品中汞的總量 Sample Fraction 1， μg 。

Hg_{fbb} = 前半段野外試劑空白測得之汞重量空白修正值， μg 。

Hg_t = 經採樣組裝所收集的樣品中汞的總量， μg 。

$K_4 = 10^{-3} \text{ mg}/\mu\text{g}$ 。

M_{bh} = 採樣組裝後半段所收集各金屬（汞除外）的總量(Sample Fraction 2)， μg 。

M_{bbb} = 後半段野外試劑空白測得之待測金屬重量空白修正值。

M_{fh} = Sample Fraction 1 中各金屬（汞除外）的總量， μg 。

M_{fbb} = 前半段野外試劑空白測得之待測金屬重量空白修正值。

M_t = 所有採樣組裝所收集的樣品中各金屬的總量， μg 。（進行汞的計算時，由 Hg_t 取代 M_t ）

Q_{bh2} = 汞的含量， μg 。Analytical Fraction 2B 之部分樣品經消化及分析後汞的含量（註 9）。

$Q_{\text{bh3(A,B,C)}}$ = 汞含量， μg 。Analytical Fraction 3A, 3B 及 3C 之部分樣品經消化及分析後汞的含量（參照在八、（四）1.及八、（四）2.之注意事項，描述其 "Q" 及相同的計算方法）。

Q_{fh} = 汞含量， μg 。Analytical Fraction 1B 之部分樣品經消化及分析後汞的含量（註 10）。

V_a = 消化樣品溶液之總體積(Analytical Fraction 2A)，mL。

V_{f1B} = Analytical Fraction 1B 進行分析之樣品體積，mL。例如在 Analytical Fraction 1B 取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的硝酸稀釋至 50 mL（描述於七、（二）3.），然後從 50 mL 中取 1 mL 依七、（二）3.分析。則 V_{f1B} 即應為 0.02 mL。

V_{f2B} = Analytical Fraction 2B 進行分析之樣品體積，mL。例如在 Analytical Fraction 2B 中取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的硝酸稀釋至 10 mL（描述於七、（二）3.），然後從 10 mL 中取 5 mL（稀釋後的溶液）進行分析，則 V_{f2B} 應為 0.5 mL。

$V_{\text{f3(A,B,C)}}$ = Analytical Fraction 3A, 3B 及 3C 之個別進行分析的體積，mL。

$V_{\text{m(std)}}$ = 經過換算（乾基及標準狀態下）後的樣品體積，dscm。

$V_{\text{soln},1}$ = 消化樣品溶液之總體積(Analytical Fraction 1)，mL。

$V_{\text{soln},2}$ = Sample Fraction 2 的總體積，mL。

$V_{\text{soln},3(A,B,C)}$ = Analytical Fraction 3A, 3B 及 3C 之個別的總體積，mL。

九、品質管制

(一) 採樣品質管制

採樣儀器校正：設備校正是維持數據品質最重要方式之一，包括採樣管之吸氣嘴、皮托管、計量系統、採樣管加熱器、溫度計、計量系統的測漏及大氣壓力計等採樣設備，參照 NIEA A807.7 九、(一) 1.之規定。

(二) 樣品品質管制

1. ICP-AES 及 ICP-MS 分析

- (1) 每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，檢量線查核之相對誤差必須在 10 % 以內，否則必須停止分析，待問題修正後，重新製備檢量線。
- (2) 一般進行污染源檢測（一處污染源三個樣品）主要在執行下列品質管制措施：兩項儀器標準檢測、兩項空白校正、一項開始分析時之干擾測試（標準添加法分析未落於 25 % 以內）、一項品質管制樣品用以檢查校正標準的準確度（回收率必須在 25 % 之內）及一次重複分析（相對百分偏差值必須在 $\pm 20\%$ 以內範圍），另外可參照 NIEA M104.0 九、及 NIEA M105.0 九之規定。

2. AAS 分析（包括 GFAAS 及 CVAAS）

- (1) 使用 AAS 或 GFAAS 分析待測金屬時，所有的樣品應重複上機測定，以分析平均值作為最後的分析值。另再分析添加樣品，其回收率必須在 25 % 之內；再分析品質管制樣品以檢查校正標準品的準確度，其結果（回收率）如超過 20 %，重新進行校正程序。另外可參照 NIEA W303.5、NIEA W306.5 及 NIEA W434.5 九之規定。
- (2) CVAAS 分析汞：連續式汞冷蒸氣系統分析所有的樣品應重複上機測定，以分析平均值作為最後的分析值。並進行檢量線查核之分析以確認校正標準品的準確度，其結果如超過 15 %，重新進行校正。對樣品執行基質添加試驗，如果超過 25 %，則使用標準添加法分析所有的樣品。另外可參照

NIEA W330.5 九之規定。

十、精密度與準確度

略。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA, Determination of Metals Emissions from Stationary Sources, 40 CFR, Part 60, Appendix A-8, Method 29, 2016.
- (二) U.S. EPA, Determination of Particulate Emission from Stationary Sources, 40 CFR, Part 60, Appendix A, Method 5, 2001.
- (三) U.S. EPA, Determination of Inorganic Lead Emissions from Stationary Sources, 40 CFR, Part 60, Appendix A, Method 12, 2001.
- (四) Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods. SW-846, Third Edition. with updates I, II, IIA, IIB, 1986.
- (五) Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods. SW-846, Third Edition. with updates I, II, IIA, IIB, III, IIIA, IIIB, IVA and IVB, U.S. EPA Methods 6010D, 6020B, 7000B, 7060A, 7131A, 7421, 7470A, 7740 and 7841, 2000.
- (六) U.S. EPA, Determination of Metals and Trace Elements in Water and Wastes by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Method 200.7, 40 CFR, Part 60, Appendix C, 2001.
- (七) U.S. EPA, Determination of Particulate and Gaseous Mercury Emissions from Sewage Sludge Incinerators, Method 101A, 40 CFR, Part 61, Appendix B, 2001.
- (八) California Environmental Protection Agency, Determination of Multiple Metals Emissions from Stationary Sources, Method 436, 1997.
- (九) U.S. EPA, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy, Method 6010A, Revision 1, 1992.

註1：本方法引用的之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。

註2：為了避免高錳酸鉀試液自我催化分解，需將試液以 Whatman 541 濾紙過濾。由於高錳酸鉀與硫酸有潛在反應，導致蓄積壓力於高錳酸鉀之酸性溶液玻璃儲存瓶中，因此玻璃儲存瓶不能完全注滿而且必須排氣洩壓，以避免爆炸。排氣洩壓過程中應避免污染，可在容器的蓋子上及鐵氟龍內襯鑽 NO. 70-72 之鑽孔。

- 註3：操作時要儘量避免採樣組裝的污染。分析錳的樣品時，要避免酸化高錳酸鉀接觸到裝有樣品以備錳分析的玻璃器皿，並且要避免酸化過氧化氫和酸化高錳酸鉀混合。
- 註4：因為隨後的空白修正程序必須準確使用 100 mL 的 0.1 N 硝酸清洗。混合清洗液及衝擊瓶溶液，量測並記錄最後總體積。標示液位高度，密封樣品容器，並在容器貼上標籤清楚標示內容物。
- 註5：由於高錳酸鉀容易和酸反應，所以可能有壓力積蓄在樣品儲存瓶中。在操作時不要將樣品儲存瓶充填的太滿，並小心地排氣洩壓。可在儲存瓶蓋及鐵氟龍內襯上加鑽 No.70-72 的鑽孔。
- 註6：當分析含氫氟酸基質之樣品時，應使用鋁或抗氫氟酸之 Torch；由於所有的前半段樣品含有氫氟酸，因此應使用鋁或抗氫氟酸之 Torch。
- 註7：如果 M_{fbb} （前半段所測之空白值）介於 $0.0 \mu\text{g}$ 至 " A " μg 之間 [" A " 為 $0.217 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 乘以濾紙的面積]，則使用 M_{fbb} 校正 M_{fb} 值。若 M_{fbb} 超過 " A " μg 時，則在下列之 I 和 II 中取較大的值。
- I：" A " μg
- II：在(a) M_{fbb} 與(b) 5 % 的 M_{fb} 中取較小的值。
- 如果 M_{bbb} （後半段之空白值）介於 $0.0 \mu\text{g}$ 至 $1 \mu\text{g}$ 之間，則使用 M_{bbb} 校正 M_{bh} 值。若 M_{bbb} 超過 $1 \mu\text{g}$ 時，則在下列之 I 和 II 中取較大的值。
- I： $1 \mu\text{g}$
- II：在(a) M_{bbb} 或(b) 5 % 的 M_{bh} 中取較小的值。
- 註8：若總空白修正值 ($Hg_{fbb} + Hg_{bbb}$) 的範圍介於 $0.0 \mu\text{g}$ 至 $0.6 \mu\text{g}$ 。則使用總空白修正值 ($Hg_{fbb} + Hg_{bbb}$) 來校正 $Hg_{fb} + Hg_{bh}$ ，若超過 $0.6 \mu\text{g}$ 時，則在 I 和 II 中取較大的值。
- I： $0.6 \mu\text{g}$
- II：在(a) ($Hg_{fbb} + Hg_{bbb}$)或(b) 5 % 的 $Hg_{fb} + Hg_{bh}$ 中取較小的值。
- 註9：例如在 Analytical Fraction 2B 取 10 mL 進行消化及分析（符合七、（二）4.及注意事項），所得之讀值即為 10 mL 中汞的含量(Q_{bh2})。
- 註10：例如在 Analytical Fraction 1B 中取部分樣品 10 mL 進行消化及分析（符合七、（二）4.），所得之讀值即為 10 mL 中汞的總量(Q_{fb})。

表一 ICP-AES 分析偵測極限

Sb: 32 ng/mL	As: 53 ng/mL	Ba: 2 ng/mL	Be: 0.3 ng/mL
Cd: 4 ng/mL	Cr: 7 ng/mL	Co: 7 ng/mL	Cu: 6 ng/mL
Pb: 42 ng/mL	Mn: 2 ng/mL	Ni: 15 ng/mL	P: 75 ng/mL
Se: 75 ng/mL	Ag: 7 ng/mL	Tl: 40 ng/mL	Zn: 2 ng/mL
V: 8 ng/mL			

表二 火焰式原子吸收光譜儀偵測極限

Sb: 200 ng/mL	As: 2 ng/mL	Ba: 100 ng/mL	Be: 5 ng/mL
Cd: 5 ng/mL	Cr: 50 ng/mL	Co: 50 ng/mL	Cu: 20 ng/mL
Pb: 100 ng/mL	Mn: 10 ng/mL	Ni: 40 ng/mL	Zn: 5 ng/mL
Se: 2 ng/mL	Ag: 10 ng/mL	Tl: 100 ng/mL	

表三 石墨爐式原子吸收光譜儀偵測極限

Sb: 3 ng/mL	As: 1 ng/mL	Be: 0.2 ng/mL	Cd: 0.1 ng/mL
Co: 1 ng/mL	Pb: 1 ng/mL	Se: 2 ng/mL	Tl: 1 ng/mL
Cr: 1 ng/mL			

表四 排放管道樣品前半段、後半段及總採樣組裝使用 ICP-AES、GFAAS 及 CVAAS 分析儀器的方法偵測極限($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

金屬	前半段樣品： 採樣管及濾紙	後半段樣品： 1 至 3 號衝擊瓶	後半段樣品： 4 至 6 號衝擊瓶 ^a	總採樣 組裝
Sb	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3.8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)
As	¹ 12.7	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)
Ba	0.5	0.3		0.8
Be	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)
Cd	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)
Cr	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)
Co	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)
Cu	1.4	0.7		2.1
Pb	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)
Mn	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		¹ 0.7 (0.3)
Hg	² 0.06	² 0.3	² 0.2	² 0.56
Ni	3.6	1.8		5.4
P	18	9		27
Se	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)
Ag	1.7	0.9 (0.7)		2.6
Tl	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)
Zn	0.5	0.3		0.8
V	1.9	0.9		2.8

^a 只針對 Hg 分析。

¹ 針對 ICP-AES 或 GFAAS (顯示於括號內) 分析之偵測極限。參照二、(一) 及七、(二) 3。

² 針對 CVAAS 分析之偵測極限，對於後半段樣品及總採樣樣品的評估。參照二、(一) 及七、(二) 4。

註：真實管道排氣樣品的偵測極限可能不同於表四所列，參照二、
(二) 3。

表五 ICP-MS 檢測中常見多原子離子干擾

多原子離子	質量	干擾元素
NH ⁺	15	
OH ⁺	17	
OH ₂ ⁺	18	
C ₂ ⁺	24	
CN ⁺	26	
CO ⁺	28	
N ₂ ⁺	28	
N ₂ H ⁺	29	
NO ⁺	30	
NOH ⁺	31	
O ₂ ⁺	32	
OH ⁺	33	
³⁶ ArH ⁺	37	
³⁸ ArH ⁺	39	
⁴⁰ ArH ⁺	41	
CO ₂ ⁺	44	
CO ₂ H ⁺	45	Sc
ArC ⁺ , ArO ⁺	52	Cr
ArN ⁺	54	Cr
ArNH ⁺	55	Mn
ArO ⁺	56	
ArOH ⁺	57	
⁴⁰ Ar ³⁶ Ar ⁺	76	Se
⁴⁰ Ar ³⁸ Ar ⁺	78	Se
⁴⁰ Ar ₂ ⁺	80	Se

表五 ICP-MS 檢測中常見多原子離子干擾 (續)

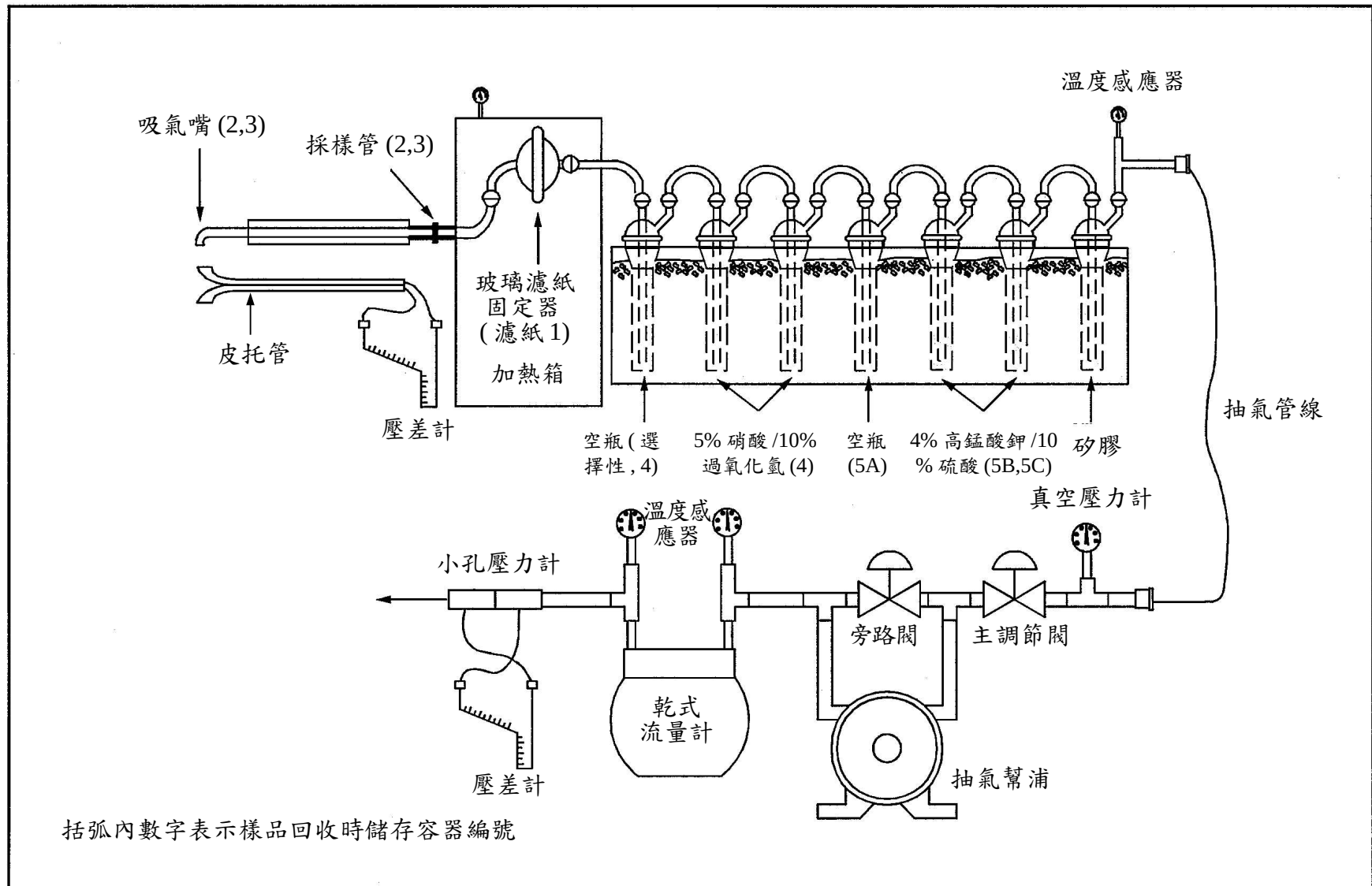
多原子離子	質量	干擾元素
Bromide		
$^{81}\text{BrH}^+$	82	Se
$^{79}\text{BrO}^+$	95	Mo
$^{81}\text{BrO}^+$	97	Mo
$^{81}\text{BrOH}^+$	98	Mo
$^{81}\text{ArBr}^+$	121	Sb
Chloride		
$^{35}\text{ClO}^+$	51	V
$^{35}\text{ClOH}^+$	52	Cr
$^{37}\text{ClO}^+$	53	Cr
$^{37}\text{ClOH}^+$	54	Cr
$\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$	75	As
$\text{Ar}^{37}\text{Cl}^+$	77	Se
Sulphate		
$^{32}\text{SO}^+$	48	
$^{32}\text{SOH}^+$	49	
$^{34}\text{SO}^+$	50	V, Cr
$^{34}\text{SOH}^+$	51	V
$\text{SO}_2^+, \text{S}_2^+$	64	Zn
Ar^{32}S^+	72	
Ar^{34}S^+	74	
Phosphate		
PO^+	47	
POH^+	48	
PO_2^+	63	Cu
ArP^2	71	
Group I, II Metals		
ArNa^+	63	Cu
ArK^+	79	
ArCa^+	80	
Matrix Oxides		
TiO	62-66	Ni, Cu, Zn
ZrO	106-112	Ag, Cd
MoO	108-116	Cd

表六 ICP-AES 分析時混合標準液

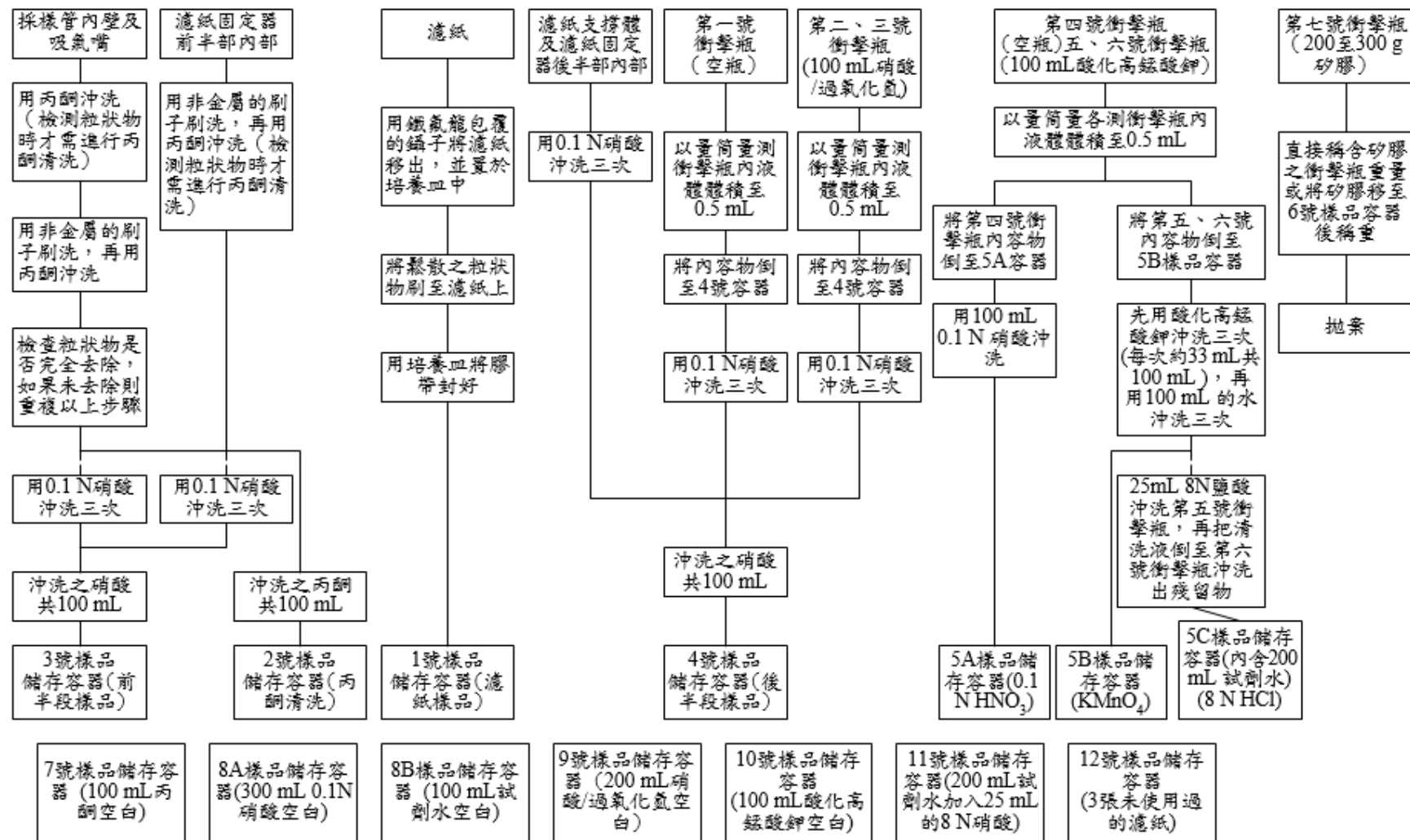
試 液	元 素
I	砷，鉍，鎘，錳，鉛，硒，鋅
II	鉍，鈷，銅，鈳
III	鉻，鎳
IV	銀，磷，銻，鉭

表七 ICP-AES 元素分析建議波長

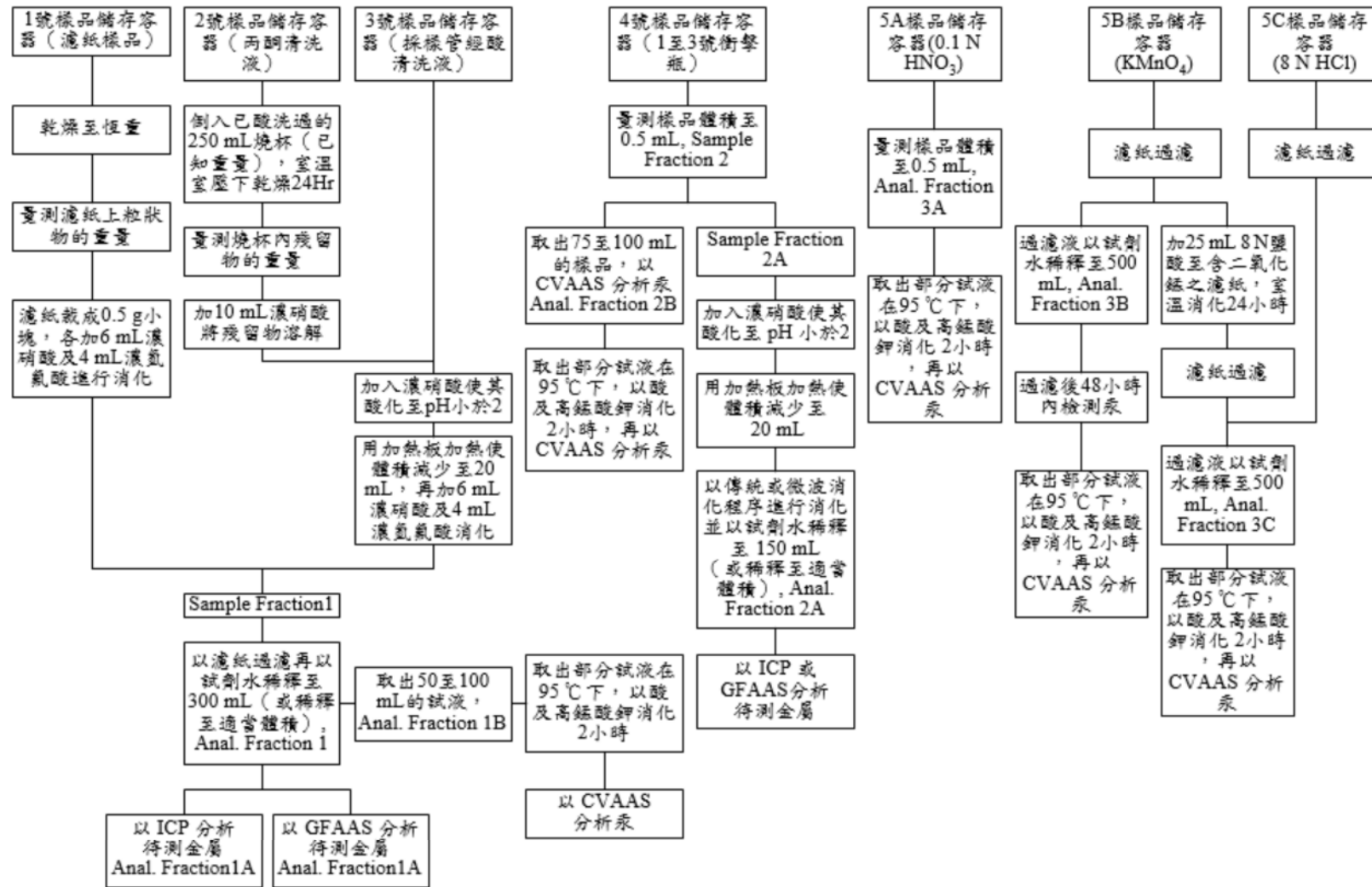
金屬元素	波長(nm)	金屬元素	波長(nm)
銻	206.833	銅	328.754
砷	193.696	鉛	220.353
鉍	455.403	錳	257.610
鉍	313.042	鎳	231.604
鎘	226.502	磷	214.914
鉻	267.716	硒	196.026
鈷	228.616	銀	328.068
鋅	213.856	鉭	190.864
鈳	292.402		



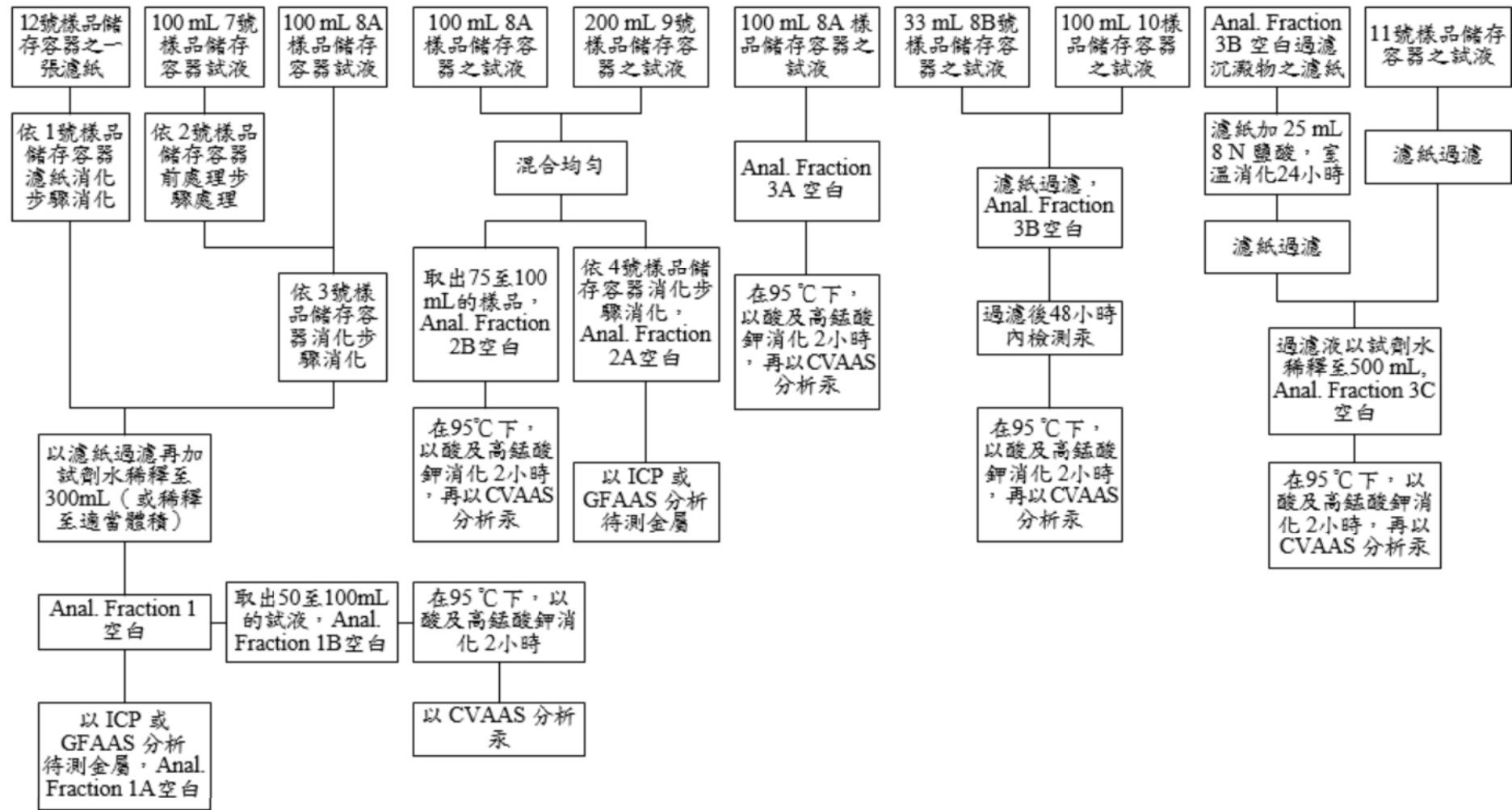
圖一 採樣組裝圖



圖二 樣品回收流程圖



圖三 樣品準備及分析架構圖



圖四 野外試劑空白準備及分析架構圖

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：排放管道中重金屬檢測方法

編碼：NIEA A302.74C

修正內容	現行內容	說明
一、方法概要 排放管道排放之粒狀物以等速吸引方式被收集在採樣管內及濾紙上，而排放之氣態部分以酸化過氧化氫溶液（分析包含汞在內之待測金屬）及酸化高錳酸鉀（只分析汞）溶液收集。收集之樣品經消化並取適當量以冷蒸氣原子吸收光譜儀(<u>Cold vapor atomic absorption spectrometer</u>, CVAAS)測定汞；以感應耦合電漿原子發射光譜儀(<u>Inductively coupled plasma/Atomic emission spectrometer</u>, ICP-AES)或火焰式原子吸收光譜儀(<u>Flame atomic absorption spectrometer</u>, FAAS)測定銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍、<u>釷</u>及鋅。 分析砷、鎘、鈷、鉛、銻、硒及鉍等金屬時，若需要比 ICP-AES 更高之分析靈敏度，可使用石墨爐式原子吸收光譜儀(<u>Graphite furnace atomic absorption spectrometer</u>, GFAAS)。若排放管道中排氣之偵測極限足可符合檢測需求目標時，則	一、方法概要 排放管道排放之粒狀物以等速吸引方式被收集在採樣管內及濾紙上，而排放之氣態部分以酸化過氧化氫溶液（分析包含汞在內之待測金屬）及酸化高錳酸鉀（只分析汞）溶液收集。收集之樣品經消化並取適當量以冷蒸氣原子吸收光譜儀(CVAAS)測定汞；以感應耦合電漿原子發射光譜儀(ICP-AES)或火焰式原子吸收光譜儀(FAAS)測定銀(<u>Ag</u>)、砷(<u>As</u>)、鋇(<u>Ba</u>)、鉍(<u>Be</u>)、鎘(<u>Cd</u>)、鈷(<u>Co</u>)、鉻(<u>Cr</u>)、銅(<u>Cu</u>)、錳(<u>Mn</u>)、鎳(<u>Ni</u>)、磷(<u>P</u>)、鉛(<u>Pb</u>)、銻(<u>Sb</u>)、硒(<u>Se</u>)、鉍(<u>Tl</u>)及鋅(<u>Zn</u>)。 分析砷(<u>As</u>)、鎘(<u>Cd</u>)、鈷(<u>Co</u>)、鉛(<u>Pb</u>)、銻(<u>Sb</u>)、硒(<u>Se</u>)及鉍(<u>Tl</u>)等金屬時，若需要比 ICP-AES 更高之分析靈敏度，可使用石墨爐式原子吸收光譜儀(GFAAS)。若排放管道中排氣之偵測極限足可符合檢測需求目標時，則可使用<u>火焰式原子吸收光譜儀</u>分析所有列舉的金屬元素，	1. 增加儀器英文全名。 2. 依重金屬元素化學符號調整順序。 3. 刪除重金屬元素化學符號。 4. ICP-MS 增加磷、硒及釷。

修正內容	現行內容	說明
可使用火焰式原子吸收光譜儀 <u>FAAS</u> 分析所有列舉的金屬元素，亦可使用感應耦合電漿質譜儀(<u>Inductively coupled plasma/Mass spectrometer</u>, ICP-MS)分析銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、<u>磷</u>、鉛、銻、<u>硒</u>、鉈、<u>釩</u>及鋅等金屬。	亦可使用感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)分析銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、鉛、銻、鉈及鋅等金屬。	
二、適用範圍 本方法適用於排放管道排放之銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、<u>磷</u>、鉛、銻、<u>硒</u>、鉈、<u>釩</u>及鋅等金屬元素檢測。…… (一) 分析偵測極限 1.樣品溶液以 ICP-AES 分析的偵測極限(依據參考資料(四))如表一所示。而 ICP-MS 的偵測極限(根據 Method 6020 於<u>美國環保署</u>出版之 SW-846)大致上較 ICP-AES 低 10 倍或更多。而<u>鉍</u>則低 3 倍左右。真實樣品之分析偵測極限依樣品的種類而定，且受樣品基質的影響。 3.以冷蒸氣原子吸收光譜儀分析<u>汞</u>的偵測極限(取出部分消化後樣品之體積進行<u>汞</u>的分析)大致介於 0.02 <u>ng/mL</u>至 0.2 ng/mL，視使用的儀器機型而定。 (二) 排放管道中排氣樣品的偵測極限 1.排放管道中排氣樣品的偵	二、適用範圍 本方法適用於排放管道排放之銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、<u>磷</u>、鉛、銻、<u>硒</u>、鉈、<u>釩</u>及鋅等金屬元素檢。…… (一) 分析偵測極限 1.樣品溶液以 ICP-AES 分析的偵測極限(依據參考資料(四))如表一所示。而 ICP-MS 的偵測極限(根據 Method 6020 於<u>EPA</u>出版之 SW-846)大致上較 ICP-AES 低 10 倍或更多。而 <u>Be</u>則低 3 倍左右。真實樣品之分析偵測極限依樣品的種類而定，且受樣品基質的影響。 3.以冷蒸氣原子吸收光譜儀分析 <u>Hg</u> 的偵測極限(取出部分消化後樣品之體積進行 <u>Hg</u> 的分析)大致介於 0.02 至 0.2 ng/mL，視使用的儀器機型而定。 (二) 排放管道中排氣樣品的偵測極限 1.排放管道中排氣樣品的	1. 增列釩重金屬元素。 2. 以中文名稱替代重金屬化學符號。 3. 排放管道偵測極限列於表四。 4. 修正文字。

修正內容	現行內容	說明
測極限可藉由下列資訊建立之：.....依據上述情形的描述，有關於排放管道中排氣樣品的偵測極限列於表<u>四</u>。 2.為了確保分析過程中有最理想的精密/解析度，待測金屬濃度應是其偵測極限的 10 倍以上。若在一些特定情況下及在非常小心的分析程序中，待測金屬的濃度大致可放寬至偵測極限的 3 倍左右，而不至於影響分析的精密度。 3.....改善<u>方式</u>包括增加排放管道中排氣樣品的<u>採樣</u>體積、減少消化後樣品的總體積及改善分析的偵測極限或者上述任何 3 種的組合。針對濃度非常低的<u>汞</u>而言.....。 (1).....排放管道中排氣樣品的偵測極限可改善 4 倍（相較於表<u>四</u>所示而言）。 (2).....當 Analytical Fraction 1 及 2A 的體積分別低於 30 mL 及 25 mL 時，<u>溶解物可能沉澱</u>而增加干擾，使至無法忍受的程度。	偵測極限可藉由下列資訊建立之：.....依據上述情形的描述，有關於排放管道中排氣樣品的偵測極限列於表<u>六</u>。 2.為了確保分析過程中有最理想的精密/解析度，待測金屬濃度應是其偵測極限的 10 倍以上。若在一些特定情況下及在非常小心的分析程序中，待測金屬的濃度大致可放寬至偵測極限的 3 倍左右，而不至於影響分析的精密度。<u>針對每一個排放管道之檢測，每一金屬樣品分析應執行重覆複分析、標準添加、連續稀釋或者是基質添加等程序，以確保分析資料的品質。</u> 3.....改善<u>之道</u>包括增加排放管道中排氣樣品的體積、減少消化後樣品的總體積及改善分析的偵測極限或者上述任何 3 種的組合。針對濃度非常低的 <u>Hg</u> 而言.....。 (1).....排放管道中排氣樣品的偵測極限可改善 4 倍（相較於表<u>六</u>所示而言）。 (2).....當 Analytical Fraction 1 及 2A 的體積分別低於 30 mL 及 25 mL 時，<u>殘留物可能再溶解</u>而增加干擾，使至無法忍受的程度。	

修正內容	現行內容	說明
三、干擾 <u>(一) ICP-AES</u> 以 ICP-AES 分析砷、鎘及鉻時，鐵可能會造成光譜干擾；而以 ICP-AES 分析砷，鉛時，鋁會造成光譜干擾。這些干擾一般都可經由稀釋分析樣品來降低，但是樣品之稀釋可能會提升排放管道中排氣樣品的偵測極限。利用背景及重複干擾的校正方法可以降低光譜干擾。 <u>(二) AAS</u> 有關 AAS 之干擾問題可參照 NIEA W303.5 (註 1)、NIEA W306.5、NIEA W330.5 及 NIEA W434.5 之說明。 <u>(三) ICP-MS</u> 以 ICP-MS 分析有同重多原子離子干擾(Isobaric polyatomic ion interference)，如分析釩時可能有氯基質於電漿中結合形成 $^{35}\text{ClO}^+$ 或硫基質形成 $^{34}\text{SOH}^+$ 等同重多原子離子干擾，有關 ICP-MS 之干擾問題可參照 NIEA A305.1 及 NIEA W313.5 之說明。影響 ICP-MS 檢測之同重多原子離子干擾如表五所示。	三、干擾 以 ICP-AES 分析砷、鎘及鉻時，鐵可能會造成光譜干擾；而以 ICP-AES 分析砷，鉛時，鋁會造成光譜干擾。這些干擾一般都可經由稀釋分析樣品來降低，但是樣品之稀釋可能會提升排放管道中排氣樣品的偵測極限。利用背景及重複干擾的校正方法可以降低光譜干擾，有關 AAS 之干擾問題可參照 NIEA W303、NIEA W306、NIEA W330 及 NIEA W434 之說明。	1. 分別列出 ICP-AES 及 AAS 之干擾。 2. 增列 ICP-MS 同重多原子離子干擾說明。
四、<u>設備與</u>材料 (一) 採樣組裝 本方法採用之採樣組裝如圖一所示，也可採用商業化組合式設備，各組件說明如下： 1. 吸氣嘴：……並建議使用不	四、材料 (一) 採樣組裝 本方法採用之採樣組裝如圖一所示，也可採用商業化組合式設備，各組件說明如下：	修正文字。

修正內容	現行內容	說明
<u>鏽</u>鋼螺帽作為連接。吸<u>氣</u>嘴尖端變細長部位之角度應$\leq 30^\circ$，且角度改變應在管之外壁，以保持吸氣嘴內徑不變。吸<u>氣</u>嘴之設計應為鈎鉤型或胳膊型.....典型吸<u>氣</u>嘴內徑範圍從 0.3 <u>cm</u> 至 1.2 cm.....。 2.皮托管：S 型皮托管材質應為如不<u>鏽</u>鋼之金屬，建議外徑介於 0.48 <u>cm</u> 至 0.95 cm 之間，且必須確認其原廠皮托<u>管</u>係數，皮托管應編號碼並刻在管壁上。皮托管構造特性如 NIEA A450.<u>7</u> 四、（一）3。 3.壓差計：.....在 0 <u>in</u> 至 1 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.01 in H₂O，而在 1 <u>in</u> 至 10 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.1 in H₂O..... 4.採樣管：採樣管內管需為石英、硼矽玻璃材質，且有加熱系統能維持採樣時管內氣體在 120 <u>°C</u> ±14 °C.....採樣管外套則為不<u>鏽</u>鋼或同級材質以包覆採樣管及加熱系統。 6.濾紙加熱系統(Filter heating system)：加熱系統在採樣時可維持濾紙固定器周圍的溫度在 120 <u>°C</u> ±14 °C，應有熱電偶能在採樣時監測濾紙附近之溫度<u>並記錄之</u>。 7.樣品傳輸管(Sample transfer lines)：.....則自採樣管至濾紙之傳輸管需加熱以維持出	1.吸氣嘴：.....並建議使用不<u>鏽</u>鋼螺帽作為連接。吸<u>器</u>嘴尖端變細長部位之角度應$\leq 30^\circ$，且角度改變應在管之外壁，以保持吸氣嘴內徑不變。吸<u>器</u>嘴之設計應為鈎鉤型或胳膊型.....典型吸<u>器</u>嘴內徑範圍從 0.3 至 1.2 cm.....。 2.皮托管：S 型皮托管材質應為如不<u>鏽</u>鋼之金屬，建議外徑介於 0.48 至 0.95 cm 之間，且必須確認其原廠皮托係數，皮托管應編號碼並刻在管壁上。皮托管構造特性如 NIEA A450 四、（一）3。 3.壓差計：.....在 0 至 1 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.01 in H₂O，而在 1 至 10 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.1 in H₂O..... 4.採樣管：採樣管內管需為石英、硼矽玻璃材質，且有加熱系統能維持採樣時管內氣體在 120 ±14 °C.....採樣管外套則為不<u>鏽</u>鋼或同級材質以包覆採樣管及加熱系統。 6.濾紙加熱系統(Filter heating system)：加熱系統在採樣時可維持濾紙固定器周圍的溫度在 120 ±14 °C，應有熱電偶能在採樣時監測濾紙附近之溫度。 7.樣品傳輸管(Sample transfer lines)：.....則自採	

修正內容	現行內容	說明
口管道排氣溫度在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 14\text{ }^{\circ}\text{C}$..... 8. 冷凝系統<u>衝擊瓶組</u> (<u>Impinger train</u>)：用以收集氣態之金屬，並量測排放管道中排氣之水分含量。主要是由氣密之光滑玻璃或無污染的管件串聯四至七個衝擊瓶所組成.....；第三個衝擊瓶為具有標準噴口的 Greenburg-Smith 衝擊瓶（作為第二個硝酸/過氧化氫衝擊瓶）；..... 9.計量系統：包括真空表、無漏泵、在 $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 間和真值量測誤差能在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之溫度感應器、體積測量誤差在 $\pm 2\%$ 以內之乾式氣體流量計，相關設備如圖一所示，其他計量系統可維持等速採樣誤差在 $\pm 10\%$ 以內，且採樣體積測量誤差在 $\pm 2\%$ 以內者也可使用..... 11. 氣體密度測試設備(Gas density determination equipment)：.....排放管道中氣體組成裝置可參考 NIEA A003.7 四之規定。 （二）樣品回收。必須能符合 USA EPA Method 5, Section 6.2.1 至 6.2.8 中所述..... 3.樣品儲存容器：KMnO₄ 的樣品及樣品空白，應使用具有鐵氟龍<u>膠帶</u>封口（以避免和瓶內的易氧化溶液反應）以及體積為 500 mL 至 1000	樣管至濾紙之傳輸管需加熱以維持出口管道排氣溫度在 $120 \pm 14\text{ }^{\circ}\text{C}$..... 8. <u>冷凝系統</u>：<u>冷凝系統可</u>用以收集氣態之金屬，並量測排放管道中排氣之水分含量。<u>冷凝系統</u>主要是由氣密之光滑玻璃或無污染的管件串聯四至七個衝擊瓶所組成.....，第三個衝擊瓶為具有標準噴口的 Greenburg-Smith 衝擊瓶（作為第二個硝酸/過氧化氫衝擊瓶），..... 9.計量系統：包括真空表、無漏泵、在 0 至 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 間和真值量測誤差能在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之溫度感應器、體積測量誤差在 $\pm 2\%$ 以內之乾式氣體流量計，相關設備如圖一所示，其他計量系統可維持等速採樣誤差在 $\pm 10\%$ 以內且採樣體積測量誤差在 $\pm 2\%$ 以內者也可使用..... 11. 氣體密度測試設備 (Gas density determination equipment)：.....排放管道中氣體組成裝置可參考 NIEA A003 四之規定。 （二）樣品回收。必須能符合 USA EPA Method 5 Section 6.2.1 至 6.2.8 中所述..... 3.樣品儲存<u>儲存</u>容器：KMnO₄ 的樣品及樣品空白，應使用具有鐵氟龍封	

修正內容	現行內容	說明
mL 的玻璃瓶儲存。..... (四) 樣品分析 1. 原子吸收光譜儀 (1) 石墨爐式之附屬設備：參照 NIEA W303.5 四、設備與材料之說明。 2. 感應耦合電漿原子發射光譜儀：參照 NIEA W311.5 四、設備之說明。 3. 感應耦合電漿質譜分析儀：參照 NIEA W313.5 四、設備與材料之說明。	口（以避免和瓶內的易氧化溶液反應）以及體積為 500-1000 mL 的玻璃瓶儲存。..... (四) 樣品分析 1. 原子吸收光譜儀 (1) 石墨爐式之附屬設備：參照 NIEA W303 四、設備與材料之說明。 2. 感應耦合電漿原子發射光譜儀：參照 NIEA W311 四、設備之說明。 3. 感應耦合電漿質譜分析儀：參照 NIEA W313 四、設備與材料之說明。	
五、試劑 (一) 除非有其他的說明，所有的試劑必須符合<u>美國化學學會</u>(American Chemical Society)分析級試劑之規格。 (二) 採樣用試劑 1. 濾紙：不含有機黏合劑 (<u>Organic binder</u>)之玻璃或<u>石英纖維濾紙</u>，<u>可至少捕集 99.95 % 之 0.3 μm 苯二甲酸二辛酯(DOP)微粒</u>測試 (<u>Diocetyl phthalate smoke particles</u>) (<u>< 0.05 % 之穿透</u>) 其對於每一種待測金屬之含量應低於 0.20 μg/cm²(1.3 μg/in²)。由濾紙製造商提供分析結果，確定濾紙金屬含量是否可以接受，如製造商未提供濾紙的金屬含量，在進行採樣前<u>須</u>對每一個待測金屬作濾紙空白分	五、試劑 (一) 除非有其他的說明，所有的試劑必須符合 (American Chemical Society <u>ACS</u>)分析級試劑之規格。 (二) 採樣用試劑 1. 濾紙：<u>濾紙應</u>不含有機黏合劑，其對於每一種待測金屬之含量應低於 0.20 μg/cm²(1.3 μg/in²)。由濾紙製造商提供分析結果，確定濾紙金屬含量是否可以接受，如製造商未提供濾紙的金屬含量，在進行採樣前<u>需</u>對每一個待測金屬作濾紙空白分析。<u>本方法建議使用符合上述要求之石英纖維濾紙，玻璃纖維濾紙若能符合上述要求亦可使用。濾紙必須對 0.3 μm 微粒具 99.95 %以上之</u>	1. 修正濾紙說明。 2. 酸化高錳酸鉀、鹽酸增列汞含量應低於汞分析偵測極限。 3. 試劑水增列待測金屬含量應低於待測金屬分析偵測極限。 4. 硝酸增列每一待測金屬含量應低於偵測極限。 5. 金屬儲存溶液增加鈮重金屬，刪除鋁、鐵等重金屬。 6. 以中文名稱取代重金屬元素符號。

修正內容	現行內容	說明
析。 2.試劑水：待測金屬含量應低於 1 ng/mL <u>或待測金屬分析偵測極限</u>。必要時，可在採樣前對其待測金屬含量作分析。 5.過氧化氫：30 % (V/V)。 8.矽膠：6 <u>mesh</u> 至 16 mesh 可變色之矽膠，使用過者置於 175 °C (<u>約</u> 350 °F) 烘乾 2 小時，新購者可直接使用，其他具有相同效果，之乾燥劑亦可。 (三) 預先準備之採樣用試劑 2.酸化高錳酸鉀吸收液 [4 % (W/V) 高錳酸鉀，10 % (V/V) 硫酸]：(每批次採樣前準備，惟需隨時檢查有無變色)。小心地邊攪拌並加入 100 mL 之濃硫酸至約裝有 800 mL 試劑水之 1 L 量瓶中，再加試劑水 <u>稀釋至 1 L 至標線，製備為 10 % (V/V) 的硫酸試液</u>。將 40.0 g 的高錳酸鉀溶入上述之 10 % (V/V) 的硫酸試液中再小心加入 10 % 之硫酸至 1000 mL。將上述試液儲存於玻璃 <u>儲存</u> 瓶中以避免分解 <u>(註 2)</u>。本試液之汞含量應低於 2 ng/mL <u>或汞分析偵測極限</u>。 4.鹽酸(8 N)：小心地邊攪拌並加入 690 mL 之鹽酸至含有 250 mL 試劑水的 1000 mL 量瓶中，<u>再</u>以試劑水稀釋至 1000 mL 並混合均勻。本試	<u>收集效率</u>。 2.試劑水：待測金屬含量應低於 1 ng/mL。必要時，可在採樣前對其待測金屬含量作分析。 5.過氧化氫 30 % [(V/V)]。 8.矽膠：6 <u>mesh</u> 至 16 mesh 可變色之矽膠，使用過者置於 175 °C (<u>約</u> 350 °F) 烘乾 2 小時，新購者可直接使用，其他具有相同效果，之乾燥劑亦可。 (三) 預先準備之採樣用試劑 2.酸化高錳酸鉀吸收液 [4 % (W/V) 高錳酸鉀，10 % (V/V) 硫酸]：(每批次採樣前準備，惟需隨時檢查有無變色)。小心地邊攪拌並加入 100 mL 之濃硫酸至約裝有 800 mL 試劑水之 1 L 量瓶中，再加試劑水 <u>至標線，則此試液為 10 % (V/V) 的硫酸</u>。將 40.0 g 的高錳酸鉀溶入上述之 10 % (V/V) 的硫酸試液中，再小心加入 10 % 之硫酸至 1000 mL。將上述試液儲存於玻璃瓶中以避免分解。本試液之汞含量應低於 2 ng/mL。 4.鹽酸(8 N)：小心地邊攪拌並加入 690 mL 之鹽酸至含有 250 mL 試劑水的 1000 mL 量瓶中，以試劑水稀釋至 1000 mL 並混合均勻。本試液之汞含量應低	

修正內容	現行內容	說明
液之汞含量應低於 2 ng/mL <u>或汞分析偵測極限</u>。 (四) 玻璃製品清潔<u>試劑</u> 1. 濃硝酸：Fisher ACS 等級或同等級。 2. 試劑水：<u>同五、(二)、2. 規定。</u> 3. 硝酸 [10 % (V/V)]：一邊攪拌並加入 100 mL 的濃硝酸至約含 800 mL 試劑水的燒瓶中，以試劑水稀釋至 1000 mL，並混合均勻。本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL <u>或其分析偵測極限</u>。 (五) 樣品消化及分析<u>用試劑</u> 1. 濃鹽酸。 2. 濃氫氟酸。 4. 硝酸 [50 % (V/V)]：……本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL <u>或其分析偵測極限</u>。 5. 硝酸 [5 % (V/V)]：……本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL <u>或其分析偵測極限</u>。 6. 試劑水：<u>同五、(二) 2. 規定。</u> 12. 金屬儲備溶液：包括包括銀、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍、<u>釩</u>及鋅之標準品(AAS Grade)<u>或更高等級，視使用儀器而定</u>，其濃度均為 1,000 µg/mL。可使用經確認之市售標準溶液。	於 2 ng/mL。 (四) 玻璃製品清潔<u>液</u> 1. 濃硝酸(<u>HNO₃</u>)：Fisher ACS 等級或同等級。 2. 試劑水：<u>符合 ASTM D1193, Type II，比電阻 ≥ 16 MΩ-cm。</u> 3. 硝酸(<u>HNO₃</u>)[10 % (V/V)]：一邊攪拌並加入 100 mL 的濃硝酸至約含 800 mL 試劑水的燒瓶中，以試劑水稀釋至 1000 mL，並混合均勻。本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。 (五) 樣品消化及分析 1. 濃鹽酸(<u>HCl</u>)。 2. 濃氫氟酸(<u>HF</u>)。 4. 硝酸 [50 % V/V)]：……本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。 5. 硝酸 [5 % V/V)]：……本試液對每一待測金屬含量應低於 2 ng/mL。 6. 試劑水：<u>符合 ≥ ASTM D1193, Type II，比電阻 16 MΩ-cm。每一待測金屬含量應低於 1 ng/mL。</u> 12. 金屬儲備溶液：包括銀、<u>鋁</u>、砷、鋇、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、<u>鐵</u>、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉍及鋅之標準品(AAS Grade)，其濃度均為 1,000 µg/mL。可使用經確認之市售標準溶液。 13. 汞的標準品及品質管	

修正內容	現行內容	說明
13. 汞的標準品及品質管制樣品： (1) 每週準備 10 µg/mL 之汞中間標準品，其方法如下：將 5 mL 1,000 µg/mL 的汞溶液注入 500 mL 的量瓶中，並加入 20 mL 的硝酸(15%).....。 (2) 每天準備 200 ng/mL 之汞工作標準品.....並加入 5 mL 的 4 % 高錳酸鉀及 5 mL 的硝酸(15%).....。 14.ICP-AES 標準品及品質管制樣品 (1) ICP-AES 分析時檢量線可取適量體積的上述標準儲備溶液.....（如表六所示）。 (2) 另外製備品管樣品。其方法是添加已知量的待測金屬（在檢量線中間值範圍）於 5 % 硝酸溶液中。建議將鉻及鉛的配置液濃度定為 25 µg/mL，其他元素則為 10 µg/mL。金屬含量低於 1 µg/mL 的標準品需每日準備。而金屬含量高於 1 µg/mL 的標準品至少可維持 1 至 2 週。 15.ICP-MS 標準品：將標準儲備溶液以 1 % (v/v)硝酸稀釋至儀器之線性範圍內.....	制樣品： (1) 每週準備 10 µg/mL 之汞中間標準品，其方法如下：將 5 mL 1,000 µg/mL 的汞溶液注入 500 mL 的量瓶中，並加入 20 mL 的 15 % 的硝酸.....。 (2) 每天準備 200 ng/mL 之汞工作標準品.....並加入 5 mL 的 4 % 高錳酸鉀及 5 mL 的硝酸 15 %.....。 14.ICP-AES 標準品及品質管制樣品 (1) ICP-AES 分析時檢量線可取適量體積的上述標準儲備溶液.....（如表四所示）。 (2) 另外製備品管樣品。其方法是添加已知量的待測金屬（在檢量線中間值範圍）於 5 % 硝酸溶液中。建議將鋁、鉻及鉛的配置液濃度定為 25 µg/mL，鐵為 15 µg/mL，其他元素則為 10 µg/mL。金屬含量低於 1 µg/mL 的標準品需每日準備。而金屬含量高於 1 µg/mL 的標準品至少可維持 1 至 2 週。 15.ICP-MS 標準品：將標準儲備溶液以 1 % (v/v) <u>HNO₃</u> 硝酸稀釋至儀器之線性範圍內.....	
六、採樣及保存 (一) 採樣步驟 1.採樣前準備	六、採樣與保存 (一) 採樣步驟 1.採樣前準備	修正文字。

修正內容	現行內容	說明
(2) 矽膠：準備數個氣密性容器，於每個容器裝入 200 g 至 300 g 矽膠..... 2.採樣前決定事項：參照 NIEA A450.7 六、(一) 2.<u>規定</u>。 3.準備組裝採樣裝置 (1) 將 100 mL 的硝酸/過氧化氫吸收液（本法之五、(三) 1.) 注入第二及第三個衝擊瓶（圖一），並將 100 mL 的酸化高錳酸鉀吸收液（本法之五、(三) 2.) 注入第五及第六個衝擊瓶（圖一）。將已預先稱重約 200 g 至 300 g 的矽膠充填至最後一個衝擊瓶..... (3)當溫度小於 260 °C 時使用 Viton 環狀墊圈或當溫度較高時使用耐熱墊圈.....其他連結系統如 316 不<u>鏽</u>鋼或鐵氟龍套圈者也可使用..... (7)確定採樣組裝無漏氣及避免可能之樣品污染問題<u>(註 3)</u>..... 4.採樣組裝測漏程序：參照 NIEA A450.7 六、(一) 4.(1)（採樣前測漏）.....。 5.操作採樣裝置 (1)在採樣時，須維持等速採樣速率（除非經管理者指定用別的方法，應和真實等速誤差在 10 % 以內）。並維持採樣管、濾紙溫度及樣品傳輸管（如有使用）在 120 °C ± 14 °C。 (2)完成採樣前測漏後，參照	(2) 矽膠：準備數個氣密性容器，於每個容器裝入 200 至 300 g 矽膠..... 2.採樣前決定事項：參照 NIEA A450 六、(一) 2.。 3.準備組裝採樣裝置 (1) 將 100 mL 的硝酸/過氧化氫吸收液（本法之五、(三) 1.) 注入第二及第三個衝擊瓶（圖一），並將 100 mL 的酸化高錳酸鉀吸收液（本法之五、(三) 2.) 注入第五及第六個衝擊瓶（圖一）。將已預先稱重約 200 至 300 g 的矽膠充填至最後一個衝擊瓶..... (3)當溫度小於 260 °C 時使用 Viton 環狀墊圈或當溫度較高時使用耐熱墊圈.....其他連結系統如 316 不<u>銹</u>鋼或鐵氟龍套圈者也可使用..... (7)確定採樣組裝無漏氣及避免可能之樣品污染問題..... 4.採樣組裝測漏程序：參照 NIEA A450 六、(一) 4.(1)（採樣前測漏）.....。 5.操作採樣裝置 (1)在採樣時，須維持等速採樣速率（除非經管理者指定用別的方法，應和真實等速誤差在 10 % 以內）。並維持採樣管、濾紙溫度及樣品傳輸管（如有使用）在 120 ± 14 °C。	

修正內容	現行內容	說明
NIEA A450.7 六、(一) 4.(1) 之規定檢查採樣裝置。 (3) 參照 NIEA A450.7 六、(一) 5.(1) <u>至</u>(8) 及 (10) <u>至</u>(11) 操作採樣裝置。 (4) 當進行汞的採樣時，若有必要維持最後一個內裝高錳酸鉀衝擊瓶所要求的顏色時，可以參考 <u>U.S. EPA, Method 101A Section 7.1.1, 40 CFR part 61 Appendix B</u> 的程序。 6. 參照 NIEA A450.7 六、(一) 5.(12) 計算等速百分比。 (二) 樣品回收步驟 7. 4 號樣品儲存容器 (一至三號衝擊瓶，水分衝擊瓶，硝酸/過氧化氫衝擊瓶內液體及清洗液) (6) 清除聯結衝擊瓶的玻璃器皿球狀連接處之矽氧潤滑油，並以 0.1 N 硝酸沖洗每個玻璃器皿二次……標示液位高度以查知樣品容器在運送過程中是否有洩漏的情形發生 <u>(註 4)</u>。 8.5A 號樣品儲存容器 (四號衝擊瓶)，5B 號及 5C 號 (五號及六號衝擊瓶) (3) 同樣的用 100 mL 的試劑水清洗兩個高錳酸衝擊瓶以及聯結的玻璃器皿至少 3 次以上。然後將清洗液移入 5B 號樣品儲存容器中 <u>(註 5)</u>... (4) 如試劑水沖洗後未見沉澱物殘留，不需要進一步的沖	(2) 完成採樣前測漏後，參照 NIEA A450 六、(一) 4.(1) 之規定檢查採樣裝置。 (3) 參照 NIEA A450 六、(一) 5.(1) <u>—</u>(8) 及 (10) <u>—</u>(11) 操作採樣裝置。 (4) 當進行汞的採樣時，若有必要維持最後一個內裝高錳酸鉀衝擊瓶所要求的顏色時，可以參考 Method 101A Section 7.1.1 40 CFR part 61 Appendix B 的程序。 6. 參照 NIEA A450 六、(一) 5.(12) 計算等速百分比。 (二) 樣品回收步驟 (6) 清除聯結衝擊瓶的玻璃器皿球狀連接處之矽氧潤滑油，並以 0.1 N 硝酸沖洗每個玻璃器皿二次……標示液位高度以查知樣品容器在運送過程中是否有洩漏的情形發生。 8.5A 號樣品儲存容器 (四號衝擊瓶)，5B 號及 5C 號 (五號及六號衝擊瓶) (3) 同樣的用 100 mL 的試劑水清洗兩個高錳酸衝擊瓶以及聯結的玻璃器皿至少 3 次以上。然後將清洗液移入 5B 號樣品儲存容器中…… (4) 如試劑水沖洗後未見沉澱物殘留，不需要進一步的沖洗。若仍有沉澱物殘留在衝擊瓶的表面，則使用 25 mL 8 N <u>的</u>鹽酸沖	

修正內容	現行內容	說明
洗。若仍有沉澱物殘留在衝擊瓶的表面，則使用 25 mL <u>的</u> 8 N 的鹽酸沖洗.....使用 25 mL <u>的</u> 8 N 的鹽酸沖洗兩個高錳酸衝擊瓶..... 11. 8A 號樣品儲存容器 (0.1 N 硝酸空白): 在檢測時至少要做一次下列測試。將 300 mL 用以回收樣品的 <u>0.1 N</u> 硝酸置於 8A 號樣品儲存容器中，並將其封好。 17. 樣品運送前，檢查所有樣品儲存容器之蓋子密封程度，再使用鐵<u>氟</u>龍<u>膠</u>帶或防水<u>膠</u>帶封緊接口處.....	洗.....使用 25 mL 8 N <u>的</u> 鹽酸沖洗兩個高錳酸衝擊瓶..... 11. 8A 號樣品儲存容器 (0.1 N 硝酸空白): 在檢測時至少要做一次下列測試。將 300 mL <u>0.1 N</u> 用以回收樣品的硝酸置於 8A 號樣品儲存容器中，並將其封好。 17. 樣品運送前，檢查所有樣品儲存容器之蓋子密封程度，再使用鐵<u>弗</u>龍帶或防水帶封緊接口處.....	
七、步驟 (一) 樣品前處理 2.1 號樣品儲存容器 (濾紙樣品):微波樣品總加熱時間約 12 <u>分鐘至</u> 15 分鐘，其順序為先用微波加熱 2 <u>分鐘至</u> 3 分鐘，再關掉電源並靜置 2 <u>分鐘至</u> 3 分鐘，再以微波加熱 2 <u>分鐘至</u> 3 分鐘，重複以上步驟至總加熱時間達 12 <u>分鐘至</u> 15 分鐘為止 (這個程序在消化功率 600 瓦時大約維持 24 <u>分鐘至</u> 30 分鐘)再將其試液和七、(一)4. 中的酸性已消化採樣管之清洗液合併。 3.2 號樣品儲存容器 (丙酮清洗液):於依七、(一)4. 進行樣品消化前，將此樣品中所有的溶液及粒狀物併入 3 號樣品儲存容器。	七、步驟 (一) 樣品前處理 2.1 號樣品儲存容器 (濾紙樣品):微波樣品總加熱時間約 12 <u>—</u> 15 分鐘，其順序為先用微波加熱 2 <u>—</u> 3 分鐘，再關掉電源並靜置 2 <u>—</u> 3 分鐘，再以微波加熱 2 <u>—</u> 3 分鐘，重<u>覆</u>以上步驟至總加熱時間達 12 <u>—</u> 15 分鐘為止 (這個程序在消化功率 600 瓦時大約維持 24 <u>—</u> 30 分鐘)再將其試液和七、(一)<u>—</u>4 中的酸性已消化採樣管之清洗液合併。 3.2 號樣品儲存容器 (丙酮清洗液):於依七、(一)<u>—</u>4 進行樣品消化前，將此樣品中所有的溶液及粒狀物併入 3 號樣品	修正文字。

修正內容	現行內容	說明
4.3 號樣品儲存容器(採樣管清洗液):.....依步驟七、(一)2.進行消化,將試液和七、(一)2.酸消化液合併..... 5.4 號樣品儲存容器(一至三號衝擊瓶):.....再將其樣品分出 75 <u>mL 至</u> 100 mL 用以檢測汞,本樣品稱為 Analytical Fraction 2B..... (1)傳統的消化程序:<u>。</u> (2)微波消化程序:<u>。</u>加入 10 mL 的 50 % 硝酸,並以 600 watts 的功率加熱 1 分鐘至 2 分鐘。再將其電源關掉靜置 <u>1 分鐘至</u> 2 分鐘,重複其步驟直到總時間達 6 分鐘(取決於欲消化樣品的數目),如同七、(一)2.所描述的程序一樣。 6.5A 號樣品儲存容器(四號衝擊瓶)、5B 及 5C 號樣品儲存容器(五號及六號衝擊瓶) (3).....其容器可以讓濾紙消化時,所產生出來任何型態含氯氣體釋放出來;在可將消化二氧化錳時所產生的氣體全部移除的抽氣櫃中加入 25 mL <u>的</u> 8 N 鹽酸至濾紙中..... (二)樣品分析 1.每採一個樣品..... (1) Analytical Fractions 1A 及 1B:<u>.....</u>其分析方法分別描述於七、(二)2.及七、(二)3.; Analytical Fractions 1B 是針對採樣組裝之前半	儲存容器。 4.3 號樣品儲存容器(採樣管清洗液):.....依步驟七、(一)<u>、2</u> 進行消化,將試液和七、(一)<u>、2</u> 酸消化液合併..... 5.4 號樣品儲存容器(一至三號衝擊瓶):.....再將其樣品分出 75 <u>—</u> 100 mL 用以檢測汞,本樣品稱為 Analytical Fraction 2B..... (1)傳統的消化程序<u>。</u> (2)微波消化程序<u>。</u>加入 10 mL 的 50 % 硝酸,並以 600 watts 的功率加熱 <u>1 —</u> 2 分鐘。再將其電源關掉靜置 <u>1 —</u> 2 分鐘,重覆其步驟直到總時間達 6 分鐘(取決於欲消化樣品的數目),如同七、(一)、2 所描述的程序一樣。 (3).....其容器可以讓濾紙消化時所產生出來任何型態含氯氣體釋放出來;在可將消化二氧化錳時所產生的氣體全部移除的抽氣櫃中加入 25 mL 8 N 鹽酸至濾紙中..... (二)樣品分析 1.每採一個樣品,會產生 7 個各別的分析樣品。其中 2 個樣品是針對汞除外之金屬,其他 5 個樣品則是針對汞,分析架構列於圖三中..... 2.ICP-AES 及 ICP-MS 分析	

修正內容	現行內容	說明
段樣品中汞的分析，其分析方法描述於七、(二) 4.。 (2) Analytical Fractions 2A 及 2B <u>：</u> (3) Analytical Fractions 3A、3B 及 3C <u>：</u>.....其分析方法描述於七、(二) 4.。 2.ICP-AES 及 ICP-MS 分析 <u>(註 6)</u> 關於 ICP-AES 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA M104.0 七、(二) 至 (四) 之步驟；ICP-MS 可參照 NIEA M105.0 七、(二) 至 (四) 之步驟。使用 ICP-AES 時各元素分析建議使用的波長列於表 <u>七</u>。 3.AAS 及 GFAAS 分析 以 AAS 或 GFAAS 分析對 Analytical Fractions 1A, 2A 中之待測金屬（汞除外）進行分析。關於 AAS 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA W306.5 七、(二) 至 (五) 及 NIEA W434.5 七、(一) 至 (四) 之步驟；GFAAS 則可參照 NIEA W303.5 七、(二) 至 (四) 之步驟。 4. CVAAS 分析 (1) 取一空白和至少五個濃度.....以 CVAAS 對 Analytical Fractions 1B、2B、3A、3B 及 3C 中之汞進行分析。關於儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參	關於 ICP-AES 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA M104 七、(二) 至 (四) 之步驟；ICP-MS 可參照 NIEA M105 七、(二) 至 (四) 之步驟。使用 ICP-AES 時各元素分析建議使用的波長列於表 <u>五</u>。 3.AAS 及 GFAAS 分析 以 AAS <u>及/</u>或 GFAAS 分析對 Analytical Fractions 1A, 2A 中之待測金屬（汞除外）進行分析。關於 AAS 儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA W306 七、(二) 至 (五) 及 NIEA W434 七、(一) 至 (四) 之步驟；GFAAS 則可參照 NIEA W303 七、(二) 至 (四) 之步驟。 4. CVAAS 分析 (1)取一空白和至少五個濃度.....以 CVAAS 對 Analytical Fractions 1B、2B、3A、3B 及 3C 中之汞進行分析。關於儀器操作程序、檢量線製備及樣品分析，可參照 NIEA W330 之七、(一) 至 (四) 之步驟。 (2)進行汞分析程序時.....即汞的總量應落於檢量線範圍內（0 至 1000 ng）。 (3)若讀值超過可量測範圍.....再取 1 至 10 mL 的	

修正內容	現行內容	說明
照 NIEA W330.5 之七、(一)至(四)之步驟。 (2)進行汞分析程序時.....即汞的總量應落於檢量線範圍內(0 <u>ng 至</u> 1000 ng)。 (3) 若讀值超過可量測範圍.....再取 1 <u>mL</u> 至 10 mL 的部分樣品..... (三) 野外試劑空白消化及分析 關於野外試劑空白之製備(7號至 12 號樣品儲存容器), 描述於六、(二)10.至六、(二)16..... 1.從 12 號樣品儲存容器取出一張濾紙參照七、(一) 2.進行消化及分析, 參照七、(一) 3.對 7 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析, 以及參照七、(一) 4.對 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析..... 2.將 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 及 9 號樣品儲存容器的 200 mL 合併, 然後參照七、(一) 5.的步驟..... 4.將 10 號樣品儲存容器的 100 mL 及 8B 號樣品儲存容器的 33 mL 合併產生 Analytical Fraction 3B 的空白。依七、(一) 6.對 5B 號樣品儲存容器所描述的步驟將合併的 133 mL 予以過濾..... 5.將已過濾 Analytical Fraction 3B 空白中棕色二氧化錳(MnO₂)沉澱物的濾紙,	部分樣品..... (三) 野外試劑空白消化及分析 關於野外試劑空白之製備(7號至 12 號樣品儲存容器), 描述於六、(二)、10.至六、(二)、16..... 1.從 12 號樣品儲存容器取出一張濾紙參照七、(一)、2.進行消化及分析, 參照七、(一) 3.對 7 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析, 以及參照七、(一) 4 對 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 試液進行消化及分析..... 2.將 8A 號樣品儲存容器的 100 mL 及 9 號樣品儲存容器的 200 mL 合併, 然後參照七、(一)、5.的步驟..... 4.將 10 號樣品儲存容器的 100 mL 及 8B 號樣品儲存容器的 33 mL 合併產生 Analytical Fraction 3B 的空白。依七、(一)、6.對 5B 號樣品儲存容器所描述的步驟將合併的 133 mL 予以過濾..... 5.將已過濾 Analytical Fraction 3B 空白中棕色二氧化錳(MnO₂)沉澱物的濾紙, 依七、(一)、6 的程序進行消化..... 6.參照七、(二)、2.和/或七、(二)、3 檢測 Analytical Fraction Blanks 1A 及 2A 的空白。根據七、(二)、4.	

修正內容	現行內容	說明
依七、(一) 6.的程序進行消化..... 6.參照七、(二)→2.和/或七、(二)、3.檢測 Analytical Fraction Blanks 1A 及 2A 的空白。根據七、(二) 4.分析 Analytical Fraction Blanks 1B、2B、3A、3B 及 3C 的空白。.....	分析 Analytical Fraction Blanks 1B、2B、3A、3B 及 3C 的空白。.....	
八、結果處理 (一) 基本計算 包括乾式氣體體積、水分含量、吸氣嘴內徑選擇、排氣流速、排氣組成、乾排氣平均流量及等速吸引百分率等，可參照 NIEA A807.7 之八、(二) 或其他適當方法。 (二) 樣品中的金屬濃度(汞除外) 1.採樣組裝前半段的金屬分析(汞除外)，Analytical Fraction 1A。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，以<u>下列</u>計算式分別計算各金屬的總量。 2.採樣組裝後半段的金屬分析(汞除外)，Analytical Fraction 2A。經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由<u>下列</u>計算式分別計算各金屬的總量。 3.各金屬之總量(汞除外)。由<u>下列</u>計算式分別計算各金屬的總量 <u>(註 7)</u>。	八、結果處理 (一) 基本計算 包括乾式氣體體積、水分含量、吸氣嘴內徑選擇、排氣流速、排氣組成、乾排氣平均流量及等速吸引百分率等，可參照 NIEA A807 之八、(二) 或其他適當方法。 (二) 樣品中的金屬濃度(汞除外) 1.採樣組裝前半段的金屬分析(汞除外)，Analytical Fraction 1A。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，以計算式<u>-1</u>分別計算各金屬的總量。 2.採樣組裝後半段的金屬分析(汞除外)，Analytical Fraction 2A。經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由計算式<u>-2</u>分別計算各金屬的總量。 3.各金屬之總量(汞除外)。由計算式<u>-3</u>分別計算各金屬的總量。	1. 修正文字。 2. 以中文名稱取代化學符號。

修正內容	現行內容	說明
(三) 樣品中的汞 1.採樣組裝前半段的汞分析，Analytical Fraction 1B。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，由<u>下列</u>計算式計算汞的總量。 2.採樣組裝後半段的汞分析，Analytical Fraction 2B, 3A, 3B 及 3C。 (1) 經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由<u>下列</u>計算式分別計算汞的總量。 (2) 針對 Analytical Fraction 3A,3B 及 3C。利用<u>下列</u>計算式計算後半段汞的總量。 (3)利用<u>下列</u>計算式計算經採樣組裝後半段所收集的樣品中汞的總量。 3. 採樣過程中所收集的汞。利用<u>下列</u>計算式計算所有採樣組裝所得樣品中汞的總量<u>(註 8)</u>。 (四) 各個金屬在排放管道氣中的濃度。利用<u>下列</u>計算式計算各金屬在排放管道氣中的濃度(乾基及標準狀態下) (五) 名詞 Q_{bh2} = 汞的含量，μg。 Analytical Fraction 2B 之部分樣品經消化及分析後汞的含量<u>(註 9)</u>。 Q_{fh}=汞含量，μg。Analytical Fraction 1B 之部分樣品經消化及分析後汞的含量<u>(註 10)</u>。	(三) 樣品中的汞 1.採樣組裝前半段的汞分析，Analytical Fraction 1B。經採樣組裝前半段所收集的樣品(Sample Fraction 1)，由計算式<u>-4</u>計算汞的總量。 2.採樣組裝後半段的汞分析，Analytical Fraction 2B, 3A,3B 及 3C。 (1)經採樣組裝後半段所收集的樣品(Sample Fraction 2)，由計算式<u>-5</u>分別計算汞的總量。 (2) 針對 Analytical Fraction 3A,3B 及 3C。利用計算式<u>-6</u>計算後半段汞的總量。 (3) 利用計算式<u>-7</u>計算經採樣組裝後半段所收集的樣品中汞的總量。 3.採樣過程中所收集的汞。利用下列計算式<u>-8</u>計算所有採樣組裝所得樣品中汞的總量，μg。 (四) 各個金屬在排放管道氣中的濃度。利用計算式<u>-9</u>計算各金屬在排放管道氣中的濃度(乾基及標準狀態下) Q_{bh2} = 汞的含量，μg。 Analytical Fraction 2B 之部分樣品經消化及分析後汞的含量。 Q_{fh}= 汞含量，μg。 Analytical Fraction 1B 之部分樣品經消化及分析後	

修正內容	現行內容	說明
V_{f1B} = Analytical Fraction 1B 進行分析之樣品體積，mL。 例如在 Analytical Fraction 1B 取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的<u>硝酸</u>稀釋至 50 mL（描述於七、(二) 3.），然後從 50 mL 中取 1 mL 依七、(二) 3. 分析..... V_{f2B} = Analytical Fraction 2B 進行分析之樣品體積，mL。 例如在 Analytical Fraction 2B 中取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的<u>硝酸</u>稀釋至 10 mL（描述於七、(二) 3.） (2) CVAAS 分析汞：連續式汞冷蒸氣系統分析所有的樣品應重<u>複</u>上機測定.....另外可參照 NIEA W330.5 九之規定。	汞的含量。 V_{f1B} = Analytical Fraction 1B 進行分析之樣品體積，mL。例如在 Analytical Fraction 1B 取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的 <u>HNO₃</u> 稀釋至 50 mL（描述於七、(二) 3.），然後從 50 mL 中取 1 mL 依七、(二) 3. 分析..... V_{f2B} = Analytical Fraction 2B 進行分析之樣品體積，mL。 例如在 Analytical Fraction 2B 中取 1 mL 的部分樣品，利用 0.15 % 的 <u>HNO₃</u> 稀釋至 10 mL（描述於七、(二) 3.） (2) CVAAS 分析汞：連續式汞冷蒸氣系統分析所有的樣品應重<u>覆</u>上機測定.....另外可參照 NIEA W330 九、之規定。	
九、品質管制 (一) 採樣品質管制 採樣儀器校正：.....參照 NIEA A807.7 九、(一) 1. 之規定。 (二) 樣品品質管制 1. ICP-AES 及 ICP-MS 分析 (2) 一般進行污染源檢測（一處污染源三個樣品）.....另外可參照 NIEA M104.0 九及 NIEA M105.0 九之規定。 2. AAS 分析（包括 GFAAS	九、品質管制 (一) 採樣品質管制 採樣儀器校正：.....參照 NIEA A807 九、(一) 1. 之規定。 (二) 樣品品質管制 1. ICP-AES 及 ICP-MS 分析 (2) 一般進行污染源檢測（一處污染源三個樣品）.....另外可參照 NIEA M104 九、及 NIEA M105 九、之規定。 2. AAS 分析(包括 GFAAS	修正文字。

修正內容	現行內容	說明
及 CVAAS) (1) 使用 AAS 或 GFAAS 分析待測金屬時，所有的樣品應重<u>複</u>上機測定.....另外可參照 NIEA W303.<u>5</u>、NIEA W306.<u>5</u> 及 NIEA W434.<u>5</u> 九之規定。 (2) CVAAS 分析汞：連續式汞冷蒸氣系統分析所有的樣品應重覆複上機測定.....另外可參照 NIEA W330.<u>5</u> 九之規定。	及 CVASS) (1) 使用 AAS 或 GFAAS 分析待測金屬時，所有的樣品應重<u>覆</u>上機測定，另外可參照 NIEA W303、NIEA W306 及 NIEA W434 九、之規定。 (2) CVAAS 分析汞：連續式汞冷蒸氣系統分析所有的樣品應重覆上機測定.....另外可參照 NIEA W330 九、之規定。	
十一、參考資料 (一) <u>U.S. EPA, Determination of Metals Emissions from Stationary Sources, 40 CFR, Part 60, Appendix A-8, Method 29, 2016.</u> (五) Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods. SW-846, Third Edition. with updates I, II, II A, II B, III, III A, III B, IVA and IVB, U.S.EPA Methods 6010 <u>D</u>, 6020 <u>B</u>, 7000B, <u>7060A</u>, 7131A, 7421, 7470A, 7740 and 7841, 2000. (八) <u>California Environmental Protection Agency, Determination of Multiple Metals Emissions from Stationary Sources, Method 436, 1997.</u> (九) <u>U.S. EPA, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy, Method 6010A, Revision 1,</u>	十一、參考資料 (一) Code of Federal Regulations, 40 CFR, Part 60, Appendix A, “Determination of Metals Emissions from Stationary Sources”, U.S. EPA Method 29, 2001. (五) Test Methods for Evaluating Solid Waste: Physical/Chemical Methods. SW-846, Third Edition. with updates I, II, II A, II B, III, III A, III B, IVA and IVB, U.S.EPA Methods 6010 <u>C</u>, 6020 <u>A</u>, 7000B, <u>7041</u>, 7131A, 7421, 7470A, 7740 and 7841, 2000. (十) <u>行政院環境保護署，排放管道中鹵化氫及鹵素檢測方法</u> <u>一等速吸引法，NIEA A450.7。</u> (十一) <u>行政院環境保護署，排放管道中汞檢測方</u>	- 修正參考文獻格式。 - 刪除本方法草案參考之原行政院環保署之方法。 - 修正文字。 - 表一 ICP-AES 分析偵測極限增加鈳之偵測極限。 - 原表六修正為表四。 - 增列表五 ICP-MS 檢測中常見多原子離子干擾。 - 原表四修正為表六，並增列鈳元素。 - 原表五修正為表七，刪除鋁及鐵等重

修正內容	現行內容	說明
<u>1992.</u> 註 1：本方法引用的之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。 註 2：為了避免高錳酸鉀試液自我催化分解，需將試液以 Whatman 541 濾紙過濾。由於高錳酸鉀與硫酸有<u>潛在</u>反應，<u>導致蓄積壓力</u>於玻璃儲存瓶中，因此<u>玻璃</u>儲存瓶不能完全注滿而且必須排氣洩壓，以避免爆炸。排氣<u>洩壓</u>過程中應避免污染，可在容器的蓋子上及鐵氟龍內襯鑽 NO. 70-72 之鑽孔。 註 4：因為隨後的空白修正程序必須準確使用 100 mL 的 0.1 N 硝酸清洗。..... 註 5：由於高錳酸鉀容易和酸反應，所以可能會有壓力積蓄在樣品儲存瓶中。在操作時不要將樣品儲存瓶充填的太滿，並小心地排氣洩壓.....。 註 7：如果 M_{fbb}（前半段所測之空白值）介於 0.0 <u>μg 至</u> "A" <u>μg</u> 之間..... 如果 M_{bhb}（後半段之空白值）介於 0.0 <u>μg 至</u> 1 <u>μg</u> 之間， 註 9：例如在 Analytical Fraction 2B 取 10 mL 進行消化及分析（符合七、（二）4.及注意事項）..... 註 10：例如在 Analytical Fraction 1B 中取部分樣品 10 mL 進行消化及分析（符合七、（二）4.）	<u>法，NIEAA303.7。</u> <u>（十二）行政院環境保護署，排放管道中戴奧辛類化合物採樣方法，NIEAA807.7。</u> <u>（十三）行政院環境保護署，水中金屬檢測方法—電熱式原子吸收光譜法，NIEA W303.5。</u> <u>（十四）行政院環境保護署，水中銀、鎘、鉻、銅、鐵、錳、鎳、鉛及鋅檢測方法—火焰式原子吸收光譜法，NIEA W306.5。</u> <u>（十五）行政院環境保護署檢測方法，水中汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法，NIEA W330.5。</u> <u>（十六）行政院環境保護署檢測方法，水中砷檢測方法—自動化連續流動式氫化物原子吸收光譜法，NIEA W434.5。</u> <u>（十七）行政院環境保護署檢測方法，感應耦合電漿原子發射光譜法 NIEA M104.0。</u> <u>（十八）行政院環境保護署檢測方法，感應耦合電漿質譜儀法，NIEA M105.0。</u> 註 1：本方法引用的之所有公告方法<u>名稱及</u>編碼，以環境<u>保護署</u>最新公告者為準。 註 2：為了避免高錳酸鉀試液自我催化分解，需將試	金屬，增列鈇重金屬。

修正內容	現行內容	說明																																																																																																																			
表一 ICP-AES 分析偵測極限 <table><tr><td>Sb : 32 ng/mL</td><td>As : 53 ng/mL</td><td>Ba : 2 ng/mL</td><td>Be : 0.3 ng/mL</td></tr><tr><td>Cd : 4 ng/mL</td><td>Cr : 7 ng/mL</td><td>Co : 7 ng/mL</td><td>Cu : 6 ng/mL</td></tr><tr><td>Pb : 42 ng/mL</td><td>Mn : 2 ng/mL</td><td>Ni : 15 ng/mL</td><td>P : 75 ng/mL</td></tr><tr><td>Se : 75 ng/mL</td><td>Ag : 7 ng/mL</td><td>Tl : 40 ng/mL</td><td>Zn : 2 ng/mL</td></tr><tr><td>V : 8 ng/mL</td><td></td><td></td><td></td></tr></table> 表四 排放管道樣品前半段、後半段及總採樣組裝使用 ICP-AES、GFAAS 及 CVAAS 分析儀器的方法偵測極限(µg/m³)。 <table><tr><th>金屬</th><th>前半段樣品： 採樣管及濾紙</th><th>後半段樣品： 1 至 3 號衝擊瓶</th><th>後半段樣品： 4 至 6 號衝擊瓶*</th><th>總採樣組裝</th></tr><tr><td>Sb</td><td>¹7.7 (0.7)</td><td>¹3.8 (0.4)</td><td></td><td>¹11.5 (1.1)</td></tr><tr><td>As</td><td>¹12.7</td><td>¹6.4 (0.1)</td><td></td><td>¹19.1 (0.4)</td></tr><tr><td>Ba</td><td>0.5</td><td>0.3</td><td></td><td>0.8</td></tr><tr><td>Be</td><td>¹0.07 (0.05)</td><td>¹0.04 (0.03)</td><td></td><td>¹0.11 (0.08)</td></tr><tr><td>Cd</td><td>¹1.0 (0.02)</td><td>¹0.5 (0.01)</td><td></td><td>¹1.5 (0.03)</td></tr><tr><td>Cr</td><td>¹1.7 (0.2)</td><td>¹0.8 (0.1)</td><td></td><td>¹2.5 (0.3)</td></tr><tr><td>Co</td><td>¹1.7 (0.2)</td><td>¹0.8 (0.1)</td><td></td><td>¹2.5 (0.3)</td></tr><tr><td>Cu</td><td>1.4</td><td>0.7</td><td></td><td>2.1</td></tr><tr><td>Pb</td><td>¹10.1 (0.2)</td><td>¹5.0 (0.1)</td><td></td><td>¹15.1 (0.3)</td></tr><tr><td>Mn</td><td>¹0.5 (0.2)</td><td>¹0.2 (0.1)</td><td></td><td>¹0.7 (0.3)</td></tr><tr><td>Hg</td><td>²0.06</td><td>²0.3</td><td>²0.2</td><td>²0.56</td></tr><tr><td>Ni</td><td>3.6</td><td>1.8</td><td></td><td>5.4</td></tr><tr><td>P</td><td>18</td><td>9</td><td></td><td>27</td></tr><tr><td>Se</td><td>¹18 (0.5)</td><td>¹9 (0.3)</td><td></td><td>¹27 (0.8)</td></tr><tr><td>Ag</td><td>1.7</td><td>0.9 (0.7)</td><td></td><td>2.6</td></tr><tr><td>Tl</td><td>¹9.6 (0.2)</td><td>¹4.8 (0.1)</td><td></td><td>¹14.4 (0.3)</td></tr><tr><td>Zn</td><td>0.5</td><td>0.3</td><td></td><td>0.8</td></tr><tr><td>V</td><td><u>1.9</u></td><td><u>0.9</u></td><td></td><td><u>2.8</u></td></tr></table> 註：真實管道排氣樣品的偵測極限可能不同於表四所列，參照二、(二) 3。	Sb : 32 ng/mL	As : 53 ng/mL	Ba : 2 ng/mL	Be : 0.3 ng/mL	Cd : 4 ng/mL	Cr : 7 ng/mL	Co : 7 ng/mL	Cu : 6 ng/mL	Pb : 42 ng/mL	Mn : 2 ng/mL	Ni : 15 ng/mL	P : 75 ng/mL	Se : 75 ng/mL	Ag : 7 ng/mL	Tl : 40 ng/mL	Zn : 2 ng/mL	V : 8 ng/mL				金屬	前半段樣品： 採樣管及濾紙	後半段樣品： 1 至 3 號衝擊瓶	後半段樣品： 4 至 6 號衝擊瓶*	總採樣組裝	Sb	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3.8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)	As	¹ 12.7	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)	Ba	0.5	0.3		0.8	Be	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)	Cd	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)	Cr	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)	Co	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)	Cu	1.4	0.7		2.1	Pb	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)	Mn	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		¹ 0.7 (0.3)	Hg	² 0.06	² 0.3	² 0.2	² 0.56	Ni	3.6	1.8		5.4	P	18	9		27	Se	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)	Ag	1.7	0.9 (0.7)		2.6	Tl	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)	Zn	0.5	0.3		0.8	V	<u>1.9</u>	<u>0.9</u>		<u>2.8</u>	液以 Whatman 541 濾紙過濾。由於高錳酸鉀<u>可能和與硫酸有反應，所以會有壓力積蓄於高錳酸鉀之酸性溶液</u>玻璃儲存瓶中，<u>所以</u>因此儲存瓶不能完全注滿而且必須<u>將過多之壓力洩出</u>，以避免爆炸。<u>儲存瓶必須排氣，但在</u>排氣過程中應避免污染，可在容器的蓋子上及鐵氟龍內襯鑽 NO.70-72 之鑽孔。 註 4：因為隨後的空白修正程序必須準確使用 100 mL 0.1 N 硝酸清洗。..... 註 5：由於高錳酸鉀容易和酸反應，所以可能會有壓力積蓄在樣品儲存瓶中。在操作時不要將樣品儲存瓶充填的太滿，並小心地<u>將過多的壓力釋放</u>。 註 7：如果 M_{fbb}（前半段所測之空白值）介於 0.0 "A" µg 之間..... 如果 M_{bhb}（後半段之空白值）介於 0.0-1 µg 之間， 註 9：例如在 Analytical Fraction 2B 取 10 mL 進行消化及分析（符合七、(二)、4 及注意事項）..... 註 10：註 10：例如在 Analytical Fraction 1B 中取部分樣品 10 ML 進行消化及分析（符合七、(二)、4）	
Sb : 32 ng/mL	As : 53 ng/mL	Ba : 2 ng/mL	Be : 0.3 ng/mL																																																																																																																		
Cd : 4 ng/mL	Cr : 7 ng/mL	Co : 7 ng/mL	Cu : 6 ng/mL																																																																																																																		
Pb : 42 ng/mL	Mn : 2 ng/mL	Ni : 15 ng/mL	P : 75 ng/mL																																																																																																																		
Se : 75 ng/mL	Ag : 7 ng/mL	Tl : 40 ng/mL	Zn : 2 ng/mL																																																																																																																		
V : 8 ng/mL																																																																																																																					
金屬	前半段樣品： 採樣管及濾紙	後半段樣品： 1 至 3 號衝擊瓶	後半段樣品： 4 至 6 號衝擊瓶*	總採樣組裝																																																																																																																	
Sb	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3.8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)																																																																																																																	
As	¹ 12.7	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)																																																																																																																	
Ba	0.5	0.3		0.8																																																																																																																	
Be	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)																																																																																																																	
Cd	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)																																																																																																																	
Cr	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)																																																																																																																	
Co	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)																																																																																																																	
Cu	1.4	0.7		2.1																																																																																																																	
Pb	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)																																																																																																																	
Mn	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		¹ 0.7 (0.3)																																																																																																																	
Hg	² 0.06	² 0.3	² 0.2	² 0.56																																																																																																																	
Ni	3.6	1.8		5.4																																																																																																																	
P	18	9		27																																																																																																																	
Se	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)																																																																																																																	
Ag	1.7	0.9 (0.7)		2.6																																																																																																																	
Tl	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)																																																																																																																	
Zn	0.5	0.3		0.8																																																																																																																	
V	<u>1.9</u>	<u>0.9</u>		<u>2.8</u>																																																																																																																	

修正內容	現行內容	說明																																																																																																																																																																																																			
表五 ICP-MS 檢測中常見的多原子離子干擾 <table><tr><th>多原子離子</th><th>質量</th><th>干擾元素</th></tr><tr><td>NH⁺</td><td>15</td><td></td></tr><tr><td>OH⁺</td><td>17</td><td></td></tr><tr><td>OH₂⁺</td><td>18</td><td></td></tr><tr><td>C₂⁺</td><td>24</td><td></td></tr><tr><td>CN⁺</td><td>26</td><td></td></tr><tr><td>CO⁺</td><td>28</td><td></td></tr><tr><td>N₂⁺</td><td>28</td><td></td></tr><tr><td>N₂H⁺</td><td>29</td><td></td></tr><tr><td>NO⁺</td><td>30</td><td></td></tr><tr><td>NOH⁺</td><td>31</td><td></td></tr><tr><td>O₂⁺</td><td>32</td><td></td></tr><tr><td>OH⁺</td><td>33</td><td></td></tr><tr><td>³⁶ArH⁺</td><td>37</td><td></td></tr><tr><td>³⁸ArH⁺</td><td>39</td><td></td></tr><tr><td>⁴⁰ArH⁺</td><td>41</td><td></td></tr><tr><td>CO₂⁺</td><td>44</td><td></td></tr><tr><td>CO₂H⁺</td><td>45</td><td>Sc</td></tr><tr><td>ArC⁺, ArO⁺</td><td>52</td><td>Cr</td></tr><tr><td>ArN⁺</td><td>54</td><td>Cr</td></tr><tr><td>ArNH⁺</td><td>55</td><td>Mn</td></tr><tr><td>ArO⁺</td><td>56</td><td></td></tr><tr><td>ArOH⁺</td><td>57</td><td></td></tr><tr><td>⁴⁰Ar³⁶Ar⁺</td><td>76</td><td>Se</td></tr><tr><td>⁴⁰Ar³⁸Ar⁺</td><td>78</td><td>Se</td></tr><tr><td>⁴⁰Ar₂⁺</td><td>80</td><td>Se</td></tr></table>	多原子離子	質量	干擾元素	NH ⁺	15		OH ⁺	17		OH ₂ ⁺	18		C ₂ ⁺	24		CN ⁺	26		CO ⁺	28		N ₂ ⁺	28		N ₂ H ⁺	29		NO ⁺	30		NOH ⁺	31		O ₂ ⁺	32		OH ⁺	33		³⁶ ArH ⁺	37		³⁸ ArH ⁺	39		⁴⁰ ArH ⁺	41		CO ₂ ⁺	44		CO ₂ H ⁺	45	Sc	ArC ⁺ , ArO ⁺	52	Cr	ArN ⁺	54	Cr	ArNH ⁺	55	Mn	ArO ⁺	56		ArOH ⁺	57		⁴⁰ Ar ³⁶ Ar ⁺	76	Se	⁴⁰ Ar ³⁸ Ar ⁺	78	Se	⁴⁰ Ar ₂ ⁺	80	Se	表一 ICP-AES 分析偵測極限 <table><tr><td>Sb : 32 ng/mL</td><td>As : 53 ng/mL</td><td>Ba : 2 ng/mL</td><td>Be : 0.3 ng/mL</td></tr><tr><td>Cd : 4 ng/mL</td><td>Cr : 7 ng/mL</td><td>Co : 7 ng/mL</td><td>Cu : 6 ng/mL</td></tr><tr><td>Pb : 42 ng/mL</td><td>Mn : 2 ng/mL</td><td>Ni : 15 ng/mL</td><td>P : 75 ng/mL</td></tr><tr><td>Se : 75 ng/mL</td><td>Ag : 7 ng/mL</td><td>Tl : 40 ng/mL</td><td>Zn : 2 ng/mL</td></tr></table> 表四 ICP-AES 分析時混合標準液 <table><tr><th>試液</th><th>元素</th></tr><tr><td>I</td><td>砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍</td></tr><tr><td>II</td><td>鋇，鈷，銅，鐵</td></tr><tr><td>III</td><td>鉍，鉻，鎳</td></tr><tr><td>IV</td><td>銀，磷，銻，鉈</td></tr></table> 表五 ICP-AES 元素分析建議波長 <table><tr><th>金屬元素</th><th>波長(nm)</th><th>金屬元素</th><th>波長(nm)</th></tr><tr><td>鉍</td><td>308.215</td><td>銅</td><td>328.754</td></tr><tr><td>銻</td><td>206.833</td><td>鐵</td><td>259.940</td></tr><tr><td>砷</td><td>193.696</td><td>鉛</td><td>220.353</td></tr><tr><td>鋇</td><td>455.403</td><td>錳</td><td>257.610</td></tr><tr><td>鉍</td><td>313.042</td><td>鎳</td><td>231.604</td></tr><tr><td>鎢</td><td>226.502</td><td>磷</td><td>214.914</td></tr><tr><td>鉻</td><td>267.716</td><td>碲</td><td>196.026</td></tr><tr><td>鈷</td><td>228.616</td><td>銀</td><td>328.068</td></tr><tr><td>鉍</td><td>213.856</td><td>鉈</td><td>190.864</td></tr></table>	Sb : 32 ng/mL	As : 53 ng/mL	Ba : 2 ng/mL	Be : 0.3 ng/mL	Cd : 4 ng/mL	Cr : 7 ng/mL	Co : 7 ng/mL	Cu : 6 ng/mL	Pb : 42 ng/mL	Mn : 2 ng/mL	Ni : 15 ng/mL	P : 75 ng/mL	Se : 75 ng/mL	Ag : 7 ng/mL	Tl : 40 ng/mL	Zn : 2 ng/mL	試液	元素	I	砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍	II	鋇，鈷，銅， 鐵	III	鉍 ，鉻，鎳	IV	銀，磷，銻，鉈	金屬元素	波長(nm)	金屬元素	波長(nm)	鉍	308.215	銅	328.754	銻	206.833	鐵	259.940	砷	193.696	鉛	220.353	鋇	455.403	錳	257.610	鉍	313.042	鎳	231.604	鎢	226.502	磷	214.914	鉻	267.716	碲	196.026	鈷	228.616	銀	328.068	鉍	213.856	鉈	190.864																																																				
多原子離子	質量	干擾元素																																																																																																																																																																																																			
NH ⁺	15																																																																																																																																																																																																				
OH ⁺	17																																																																																																																																																																																																				
OH ₂ ⁺	18																																																																																																																																																																																																				
C ₂ ⁺	24																																																																																																																																																																																																				
CN ⁺	26																																																																																																																																																																																																				
CO ⁺	28																																																																																																																																																																																																				
N ₂ ⁺	28																																																																																																																																																																																																				
N ₂ H ⁺	29																																																																																																																																																																																																				
NO ⁺	30																																																																																																																																																																																																				
NOH ⁺	31																																																																																																																																																																																																				
O ₂ ⁺	32																																																																																																																																																																																																				
OH ⁺	33																																																																																																																																																																																																				
³⁶ ArH ⁺	37																																																																																																																																																																																																				
³⁸ ArH ⁺	39																																																																																																																																																																																																				
⁴⁰ ArH ⁺	41																																																																																																																																																																																																				
CO ₂ ⁺	44																																																																																																																																																																																																				
CO ₂ H ⁺	45	Sc																																																																																																																																																																																																			
ArC ⁺ , ArO ⁺	52	Cr																																																																																																																																																																																																			
ArN ⁺	54	Cr																																																																																																																																																																																																			
ArNH ⁺	55	Mn																																																																																																																																																																																																			
ArO ⁺	56																																																																																																																																																																																																				
ArOH ⁺	57																																																																																																																																																																																																				
⁴⁰ Ar ³⁶ Ar ⁺	76	Se																																																																																																																																																																																																			
⁴⁰ Ar ³⁸ Ar ⁺	78	Se																																																																																																																																																																																																			
⁴⁰ Ar ₂ ⁺	80	Se																																																																																																																																																																																																			
Sb : 32 ng/mL	As : 53 ng/mL	Ba : 2 ng/mL	Be : 0.3 ng/mL																																																																																																																																																																																																		
Cd : 4 ng/mL	Cr : 7 ng/mL	Co : 7 ng/mL	Cu : 6 ng/mL																																																																																																																																																																																																		
Pb : 42 ng/mL	Mn : 2 ng/mL	Ni : 15 ng/mL	P : 75 ng/mL																																																																																																																																																																																																		
Se : 75 ng/mL	Ag : 7 ng/mL	Tl : 40 ng/mL	Zn : 2 ng/mL																																																																																																																																																																																																		
試液	元素																																																																																																																																																																																																				
I	砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍																																																																																																																																																																																																				
II	鋇，鈷，銅， 鐵																																																																																																																																																																																																				
III	鉍 ，鉻，鎳																																																																																																																																																																																																				
IV	銀，磷，銻，鉈																																																																																																																																																																																																				
金屬元素	波長(nm)	金屬元素	波長(nm)																																																																																																																																																																																																		
鉍	308.215	銅	328.754																																																																																																																																																																																																		
銻	206.833	鐵	259.940																																																																																																																																																																																																		
砷	193.696	鉛	220.353																																																																																																																																																																																																		
鋇	455.403	錳	257.610																																																																																																																																																																																																		
鉍	313.042	鎳	231.604																																																																																																																																																																																																		
鎢	226.502	磷	214.914																																																																																																																																																																																																		
鉻	267.716	碲	196.026																																																																																																																																																																																																		
鈷	228.616	銀	328.068																																																																																																																																																																																																		
鉍	213.856	鉈	190.864																																																																																																																																																																																																		
表五 ICP-MS 檢測中常見的多原子離子干擾（續） <table><tr><th>多原子離子</th><th>質量</th><th>干擾元素</th></tr><tr><td colspan="3">Bromide</td></tr><tr><td>⁸¹BrH⁺</td><td>82</td><td>Se</td></tr><tr><td>⁷⁹BrO⁺</td><td>95</td><td>Mo</td></tr><tr><td>⁸¹BrO⁺</td><td>97</td><td>Mo</td></tr><tr><td>⁸¹BrOH⁺</td><td>98</td><td>Mo</td></tr><tr><td>⁸¹ArBr⁺</td><td>121</td><td>Sb</td></tr><tr><td colspan="3">Chloride</td></tr><tr><td>³⁵ClO⁺</td><td>51</td><td>V</td></tr><tr><td>³⁵ClOH⁺</td><td>52</td><td>Cr</td></tr><tr><td>³⁷ClO⁺</td><td>53</td><td>Cr</td></tr><tr><td>³⁷ClOH⁺</td><td>54</td><td>Cr</td></tr><tr><td>Ar³⁵Cl⁺</td><td>75</td><td>As</td></tr><tr><td>Ar³⁷Cl⁺</td><td>77</td><td>Se</td></tr><tr><td colspan="3">Sulphate</td></tr><tr><td>³²SO⁺</td><td>48</td><td></td></tr><tr><td>³²SOH⁺</td><td>49</td><td></td></tr><tr><td>³⁴SO⁺</td><td>50</td><td>V, Cr</td></tr><tr><td>³⁴SOH⁺</td><td>51</td><td>V</td></tr><tr><td>SO₂⁺, S₂⁺</td><td>64</td><td>Zn</td></tr><tr><td>Ar³²S⁺</td><td>72</td><td></td></tr><tr><td>Ar³⁴S⁺</td><td>74</td><td></td></tr><tr><td colspan="3">Phosphate</td></tr><tr><td>PO⁺</td><td>47</td><td></td></tr><tr><td>POH⁺</td><td>48</td><td></td></tr><tr><td>PO₂⁺</td><td>63</td><td>Cu</td></tr><tr><td>ArP²</td><td>71</td><td></td></tr><tr><td colspan="3">Group I, II Metals</td></tr><tr><td>ArNa⁺</td><td>63</td><td>Cu</td></tr><tr><td>ArK⁺</td><td>79</td><td></td></tr><tr><td>ArCa⁺</td><td>80</td><td></td></tr><tr><td colspan="3">Matrix Oxides</td></tr><tr><td>TiO</td><td>62-66</td><td>Ni, Cu, Zn</td></tr><tr><td>ZrO</td><td>106-112</td><td>Ag, Cd</td></tr><tr><td>MoO</td><td>108-116</td><td>Cd</td></tr></table>	多原子離子	質量	干擾元素	Bromide			⁸¹ BrH ⁺	82	Se	⁷⁹ BrO ⁺	95	Mo	⁸¹ BrO ⁺	97	Mo	⁸¹ BrOH ⁺	98	Mo	⁸¹ ArBr ⁺	121	Sb	Chloride			³⁵ ClO ⁺	51	V	³⁵ ClOH ⁺	52	Cr	³⁷ ClO ⁺	53	Cr	³⁷ ClOH ⁺	54	Cr	Ar ³⁵ Cl ⁺	75	As	Ar ³⁷ Cl ⁺	77	Se	Sulphate			³² SO ⁺	48		³² SOH ⁺	49		³⁴ SO ⁺	50	V, Cr	³⁴ SOH ⁺	51	V	SO ₂ ⁺ , S ₂ ⁺	64	Zn	Ar ³² S ⁺	72		Ar ³⁴ S ⁺	74		Phosphate			PO ⁺	47		POH ⁺	48		PO ₂ ⁺	63	Cu	ArP ²	71		Group I, II Metals			ArNa ⁺	63	Cu	ArK ⁺	79		ArCa ⁺	80		Matrix Oxides			TiO	62-66	Ni, Cu, Zn	ZrO	106-112	Ag, Cd	MoO	108-116	Cd	表六 排放管道樣品前半段、後半段及總採樣組裝使用 ICP-AES、GFAAS 及 CVAAS 分析儀器的方法偵測極限(μg/m³)。 <table><tr><th>金屬</th><th>前半段樣品： 採樣管及濾紙</th><th>後半段樣品： 1 至 3 號衝擊 瓶</th><th>後半段樣品： 4 至 6 號衝擊 瓶</th><th>總採樣組裝</th></tr><tr><td>Sb</td><td>¹7.7 (0.7)</td><td>¹3.8 (0.4)</td><td></td><td>¹11.5 (1.1)</td></tr><tr><td>As</td><td>¹12.7</td><td>¹6.4 (0.1)</td><td></td><td>¹19.1 (0.4)</td></tr><tr><td>Ba</td><td>0.5</td><td>0.3</td><td></td><td>0.8</td></tr><tr><td>Be</td><td>¹0.07 (0.05)</td><td>¹0.04 (0.03)</td><td></td><td>¹0.11 (0.08)</td></tr><tr><td>Cd</td><td>¹1.0 (0.02)</td><td>¹0.5 (0.01)</td><td></td><td>¹1.5 (0.03)</td></tr><tr><td>Cr</td><td>¹1.7 (0.2)</td><td>¹0.8 (0.1)</td><td></td><td>¹2.5 (0.3)</td></tr><tr><td>Co</td><td>¹1.7 (0.2)</td><td>¹0.8 (0.1)</td><td></td><td>¹2.5 (0.3)</td></tr><tr><td>Cu</td><td>1.4</td><td>0.7</td><td></td><td>2.1</td></tr><tr><td>Pb</td><td>¹10.1 (0.2)</td><td>¹5.0 (0.1)</td><td></td><td>¹15.1 (0.3)</td></tr><tr><td>Mn</td><td>¹0.5 (0.2)</td><td>¹0.2 (0.1)</td><td></td><td>¹0.7 (0.3)</td></tr><tr><td>Hg</td><td>²0.06</td><td>²0.3</td><td>²0.2</td><td>²0.56</td></tr><tr><td>Ni</td><td>3.6</td><td>1.8</td><td></td><td>5.4</td></tr><tr><td>P</td><td>18</td><td>9</td><td></td><td>27</td></tr><tr><td>Se</td><td>¹18 (0.5)</td><td>¹9 (0.3)</td><td></td><td>¹27 (0.8)</td></tr><tr><td>Ag</td><td>1.7</td><td>0.9 (0.7)</td><td></td><td>2.6</td></tr><tr><td>Tl</td><td>¹9.6 (0.2)</td><td>¹4.8 (0.1)</td><td></td><td>¹14.4 (0.3)</td></tr><tr><td>Zn</td><td>0.5</td><td>0.3</td><td></td><td>0.8</td></tr></table>	金屬	前半段樣品： 採樣管及濾紙	後半段樣品： 1 至 3 號衝擊 瓶	後半段樣品： 4 至 6 號衝擊 瓶	總採樣組裝	Sb	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3.8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)	As	¹ 12.7	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)	Ba	0.5	0.3		0.8	Be	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)	Cd	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)	Cr	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)	Co	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)	Cu	1.4	0.7		2.1	Pb	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)	Mn	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		¹ 0.7 (0.3)	Hg	² 0.06	² 0.3	² 0.2	² 0.56	Ni	3.6	1.8		5.4	P	18	9		27	Se	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)	Ag	1.7	0.9 (0.7)		2.6	Tl	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)	Zn	0.5	0.3		0.8	
多原子離子	質量	干擾元素																																																																																																																																																																																																			
Bromide																																																																																																																																																																																																					
⁸¹ BrH ⁺	82	Se																																																																																																																																																																																																			
⁷⁹ BrO ⁺	95	Mo																																																																																																																																																																																																			
⁸¹ BrO ⁺	97	Mo																																																																																																																																																																																																			
⁸¹ BrOH ⁺	98	Mo																																																																																																																																																																																																			
⁸¹ ArBr ⁺	121	Sb																																																																																																																																																																																																			
Chloride																																																																																																																																																																																																					
³⁵ ClO ⁺	51	V																																																																																																																																																																																																			
³⁵ ClOH ⁺	52	Cr																																																																																																																																																																																																			
³⁷ ClO ⁺	53	Cr																																																																																																																																																																																																			
³⁷ ClOH ⁺	54	Cr																																																																																																																																																																																																			
Ar ³⁵ Cl ⁺	75	As																																																																																																																																																																																																			
Ar ³⁷ Cl ⁺	77	Se																																																																																																																																																																																																			
Sulphate																																																																																																																																																																																																					
³² SO ⁺	48																																																																																																																																																																																																				
³² SOH ⁺	49																																																																																																																																																																																																				
³⁴ SO ⁺	50	V, Cr																																																																																																																																																																																																			
³⁴ SOH ⁺	51	V																																																																																																																																																																																																			
SO ₂ ⁺ , S ₂ ⁺	64	Zn																																																																																																																																																																																																			
Ar ³² S ⁺	72																																																																																																																																																																																																				
Ar ³⁴ S ⁺	74																																																																																																																																																																																																				
Phosphate																																																																																																																																																																																																					
PO ⁺	47																																																																																																																																																																																																				
POH ⁺	48																																																																																																																																																																																																				
PO ₂ ⁺	63	Cu																																																																																																																																																																																																			
ArP ²	71																																																																																																																																																																																																				
Group I, II Metals																																																																																																																																																																																																					
ArNa ⁺	63	Cu																																																																																																																																																																																																			
ArK ⁺	79																																																																																																																																																																																																				
ArCa ⁺	80																																																																																																																																																																																																				
Matrix Oxides																																																																																																																																																																																																					
TiO	62-66	Ni, Cu, Zn																																																																																																																																																																																																			
ZrO	106-112	Ag, Cd																																																																																																																																																																																																			
MoO	108-116	Cd																																																																																																																																																																																																			
金屬	前半段樣品： 採樣管及濾紙	後半段樣品： 1 至 3 號衝擊 瓶	後半段樣品： 4 至 6 號衝擊 瓶	總採樣組裝																																																																																																																																																																																																	
Sb	¹ 7.7 (0.7)	¹ 3.8 (0.4)		¹ 11.5 (1.1)																																																																																																																																																																																																	
As	¹ 12.7	¹ 6.4 (0.1)		¹ 19.1 (0.4)																																																																																																																																																																																																	
Ba	0.5	0.3		0.8																																																																																																																																																																																																	
Be	¹ 0.07 (0.05)	¹ 0.04 (0.03)		¹ 0.11 (0.08)																																																																																																																																																																																																	
Cd	¹ 1.0 (0.02)	¹ 0.5 (0.01)		¹ 1.5 (0.03)																																																																																																																																																																																																	
Cr	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)																																																																																																																																																																																																	
Co	¹ 1.7 (0.2)	¹ 0.8 (0.1)		¹ 2.5 (0.3)																																																																																																																																																																																																	
Cu	1.4	0.7		2.1																																																																																																																																																																																																	
Pb	¹ 10.1 (0.2)	¹ 5.0 (0.1)		¹ 15.1 (0.3)																																																																																																																																																																																																	
Mn	¹ 0.5 (0.2)	¹ 0.2 (0.1)		¹ 0.7 (0.3)																																																																																																																																																																																																	
Hg	² 0.06	² 0.3	² 0.2	² 0.56																																																																																																																																																																																																	
Ni	3.6	1.8		5.4																																																																																																																																																																																																	
P	18	9		27																																																																																																																																																																																																	
Se	¹ 18 (0.5)	¹ 9 (0.3)		¹ 27 (0.8)																																																																																																																																																																																																	
Ag	1.7	0.9 (0.7)		2.6																																																																																																																																																																																																	
Tl	¹ 9.6 (0.2)	¹ 4.8 (0.1)		¹ 14.4 (0.3)																																																																																																																																																																																																	
Zn	0.5	0.3		0.8																																																																																																																																																																																																	
表六 ICP-AES 分析時混合標準液 <table><tr><th>試液</th><th>元素</th></tr><tr><td>I</td><td>砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍</td></tr><tr><td>II</td><td>鋇，鈷，銅，鉍</td></tr><tr><td>III</td><td>鉻，鎳</td></tr><tr><td>IV</td><td>銀，磷，銻，鉈</td></tr></table>	試液	元素	I	砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍	II	鋇，鈷，銅， 鉍	III	鉻，鎳	IV	銀，磷，銻，鉈																																																																																																																																																																																											
試液	元素																																																																																																																																																																																																				
I	砷，鉍，鎢，錳，鉛，碲，鉍																																																																																																																																																																																																				
II	鋇，鈷，銅， 鉍																																																																																																																																																																																																				
III	鉻，鎳																																																																																																																																																																																																				
IV	銀，磷，銻，鉈																																																																																																																																																																																																				

修正內容				現行內容	說明
表 <u>七</u> ICP-AES 元素分析建議波長					
金屬元素	波長(nm)	金屬元素	波長(nm)		
銻	206.833	銅	328.754		
砷	193.696	鉛	220.353		
鉍	455.403	錳	257.610		
鉍	313.042	鎳	231.604		
鎢	226.502	磷	214.914		
鉻	267.716	硒	196.026		
鈷	228.616	銀	328.068		
鋅	213.856	鉍	190.864		
<u>鉬</u>	<u>292.402</u>				