

排放管道中重金屬檢測方法

中華民國115年9月30日環部授研字第1155111820號公告

自中華民國115年11月15日生效

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、鉭、釩及鋅。

分析砷、鎘、鈷、鉛、銻、硒及鉭等金屬時，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、鉭、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、鉭、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（依美國環保署 Method 6020B, 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 H_2O ，而在 1 in 至 10 in 傾斜的範圍最小刻度至 0.1 in H_2O 。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) H_2O 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 $120^\circ C \pm 14^\circ C$ ，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 $120^\circ C \pm 14^\circ C$ ，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 $120^\circ C \pm 14^\circ C$ 。

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。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：使用低汞硫酸，本試液之汞含量應低於 2 ng/mL 或汞分析偵測極限。
- 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 之濃硝酸(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 之濃鹽酸至含有 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 或其分析偵測極限。
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 或其分析偵測極限。
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：使用低汞硫酸，本試液之汞含量應低於 2 ng/mL 或汞分析偵測極限。
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：包括銀、鋁、砷、鉍、鉍、鎘、鈷、鉻、銅、鐵、汞、錳、鎳、磷、鉛、銻、硒、鉈、釩及鋅之標準品(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) 另外製備品質管制樣品。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)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、鎘、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，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. EPA, 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（聚丙烯製成）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，其順序建議先用微波加熱 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。

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

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）。

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

(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）

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

(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_{bhb} = 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_{fhb} = 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 。

$K_4 = 10^{-3} \text{ mg}/\mu g$ 。

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_{bhb} = 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_{fhb} = 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）。

$Q_{bh3(A,B,C)}$ = 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。

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

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

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

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

$V_{soln,3(A,B,C)}$ = 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。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）

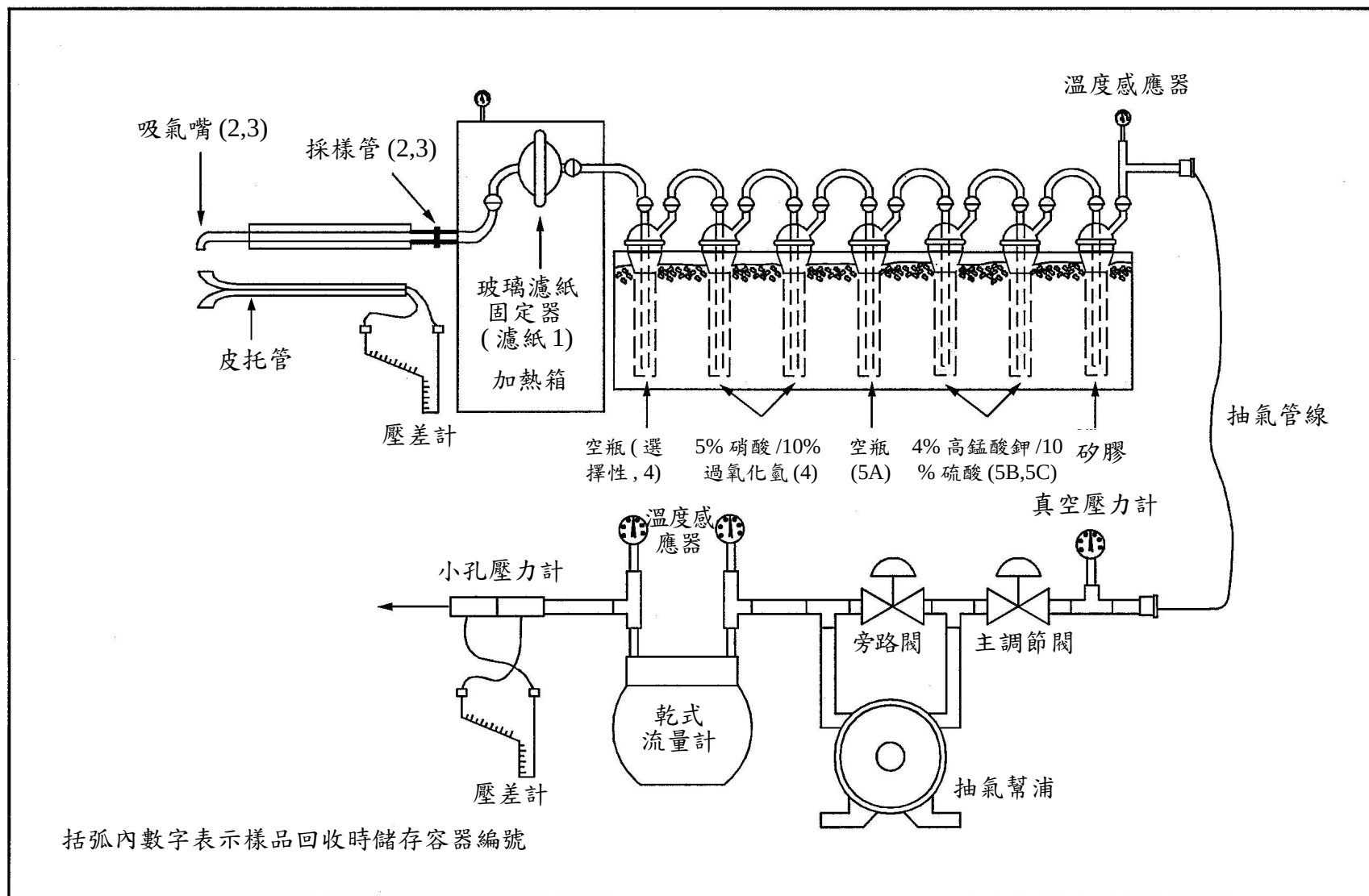
多原子離子	質量	干擾元素
Bromide		
$^{81}\text{BrH}^+$	82	Se
$^{79}\text{BrO}^+$	95	Mo
$^{81}\text{BrO}^+$	97	Mo
$^{81}\text{BrOH}^+$	98	Mo
$^{81}\text{ArBr}^+$	121	Sb
Chloride		
$^{35}\text{ClO}^+$	51	V
$^{35}\text{ClOH}^+$	52	Cr
$^{37}\text{ClO}^+$	53	Cr
$^{37}\text{ClOH}^+$	54	Cr
$\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$	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

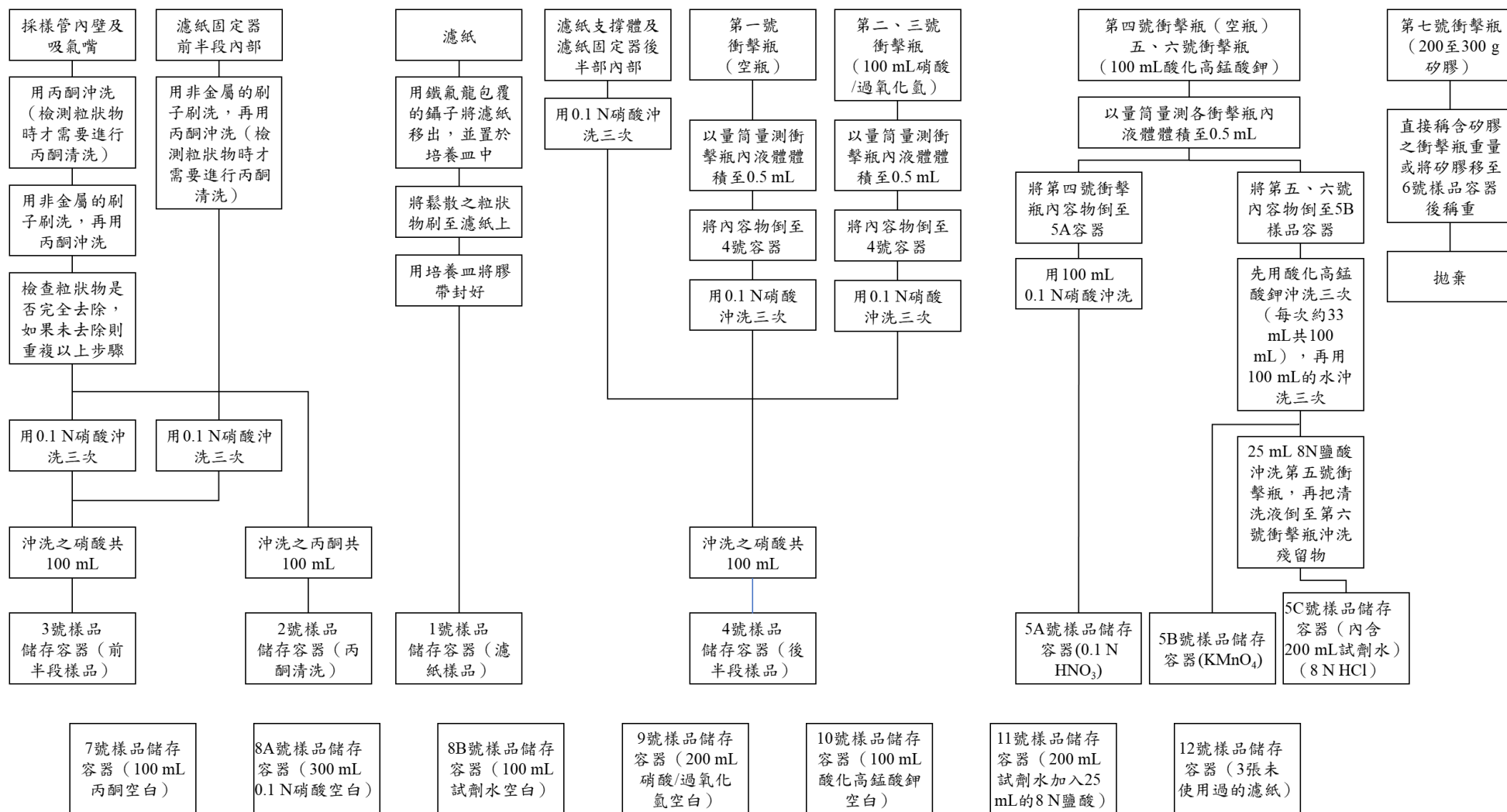
試 液	元 素
I	砷，鉍，鎘，錳，鉛，硒，鋅
II	鉍，鈷，銅，鐵，鈮
III	鋁，鉻，鎳
IV	銀，磷，銻，鉭

表七 ICP-AES 元素分析建議波長

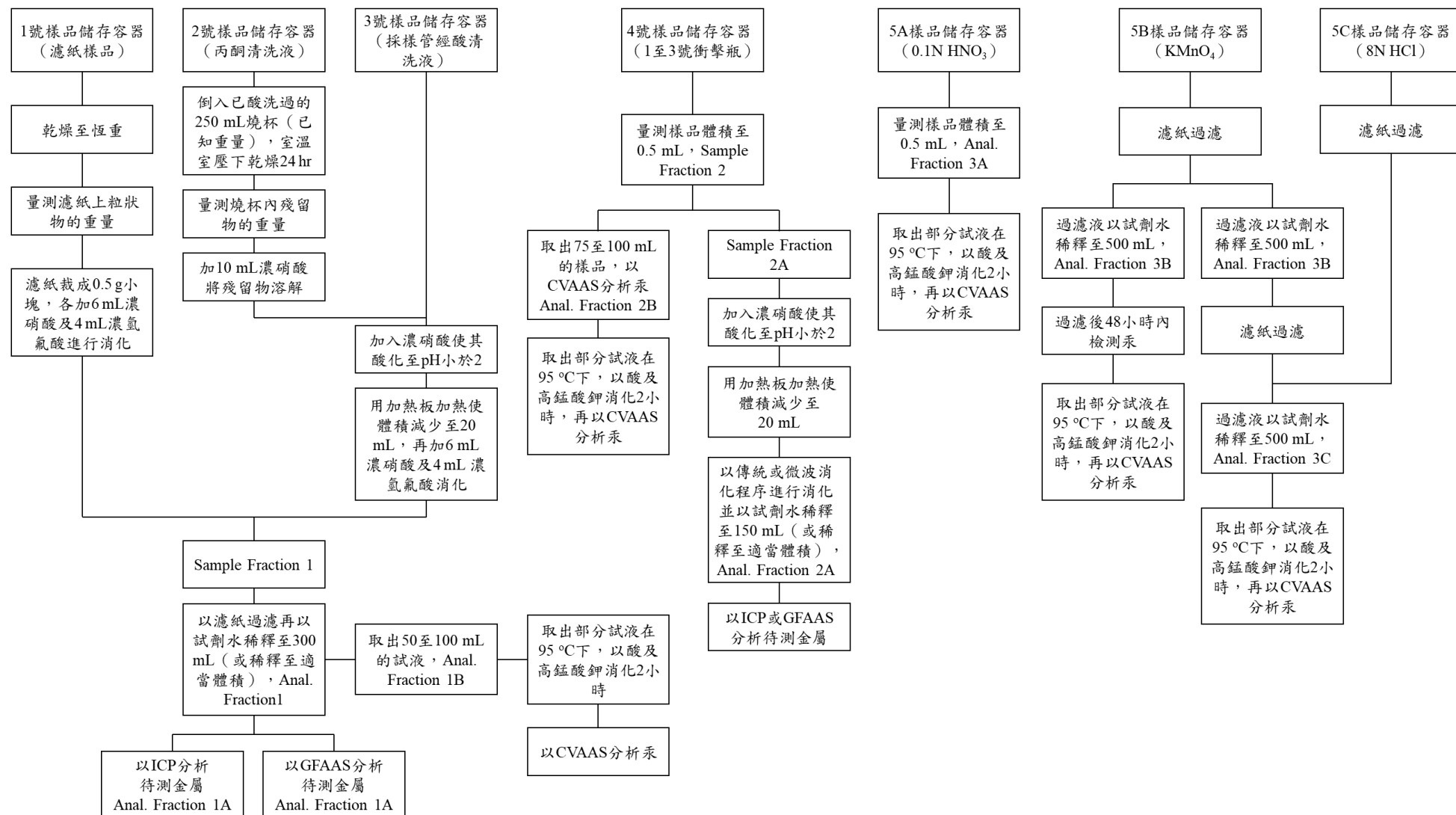
金屬元素	波長(nm)	金屬元素	波長(nm)
鋁	308.215	銅	328.754
銻	206.833	鐵	259.940
砷	193.696	鉛	220.353
鉍	455.403	錳	257.610
鉍	313.042	鎳	231.604
鎘	226.502	磷	214.914
鉻	267.716	硒	196.026
鈷	228.616	銀	328.068
鋅	213.856	鉭	190.864
鈮	292.402		



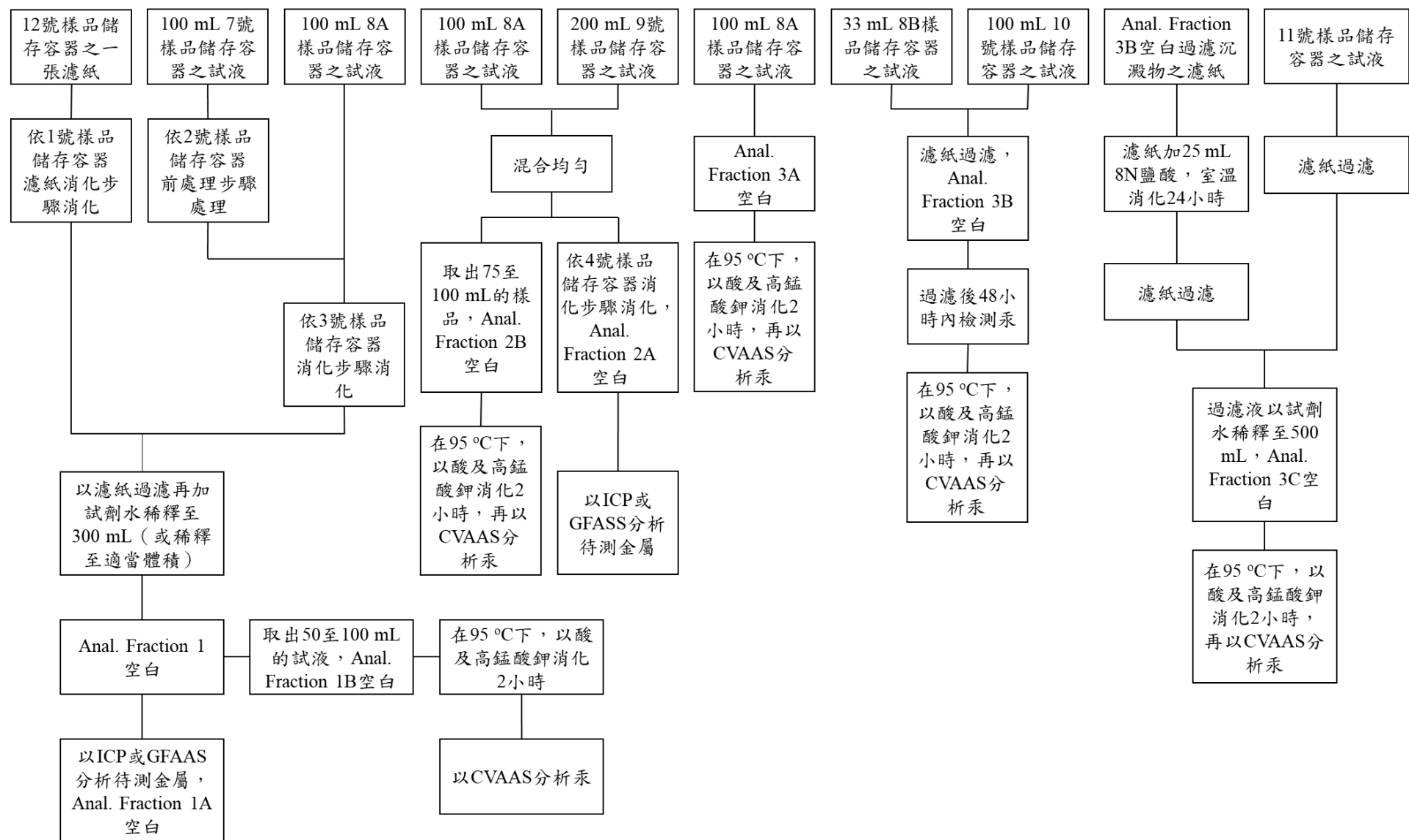
圖一 採樣組裝圖



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