



- (七) 溫度測量裝置：至少能精確量測至 125°C (如溫度計、紅外線感應器、熱電偶)。
- (八) 濾紙：Whatman No.40 或同級品。
- (九) 分析天平：能精稱至 0.01g 者。
- (十) 熱源：可調式並能維持在設定溫度 (電熱板、塊狀消化器或微波等)。
- (十一) 漏斗。
- (十二) 量筒或可測量體積之設備。
- (十三) 量瓶：100 mL。

## 五、試劑

檢測時使用的試劑除非另有說明，否則必須是分析試藥級。若須使用其他等級試藥，在使用前必須要確認該試劑的純度足夠高，使檢測結果的準確度不致降低。

- (一) 試劑水：比電阻  $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$  之純水。
- (二) 濃硝酸。
- (三) 硝酸 (1:1)：加入 500 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水中，以試劑水稀釋至 1 L。
- (四) 濃鹽酸。
- (五) 過氧化氫 (30%)。

## 六、採樣與保存

- (一) 樣品採集必須視樣品種類，分別依據「事業廢棄物採樣方法(NIEA R118)」、「底泥採樣方法 (NIEA S104)」或其他相關規定執行，所採集樣品必須具有代表性。
- (二) 所有盛裝樣品的容器必須使用沒有污染的塑膠或玻璃容器。
- (三) 底泥樣品之預處理方式係將樣品放置於乾淨器皿中，以自然風乾 (約需 7 至 10 天)、 $30 \pm 4^\circ\text{C}$  之烘箱烘乾或冷凍乾燥等方式乾燥。乾燥過程視需要偶而將團粒剝散，以免底泥因脫水而緊密膠結。乾燥完成後，以木鎚打碎，使其全部通過 2 mm (10 mesh) 標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶中。

## 七、步驟

- (一) 廢棄物樣品混合使達到均勻，廢棄物樣品一般以總量樣品進行消化，無需計算含水率，如有測定含水率需要，可使用本署公告之「事業廢棄物水分測定方法—間接測定法 (NIEA R203)」；底泥

樣品為使其均勻化、增加表面積及提高反應效率，應再研磨樣品使通過 0.150 mm (100 mesh) 篩網，底泥樣品需使用「土壤及底泥水分含量測定方法—重量法 (NIEA S280)」，測定樣品中水分含量，以備乾基表示濃度之計算。

- (二) 另取 1~2 g 已均勻化樣品，精稱至 0.01 g，將樣品放入消化瓶。對於含有大量液體的廢棄物樣品，只要能消化完全則可用較多量之樣品。
- (三) 加入 10 mL (1:1) 硝酸於樣品中混合均勻，蓋上錶玻璃或蒸氣回收裝置。樣品加熱至  $95 \pm 5^\circ\text{C}$ ，在不沸騰狀況下迴流 10 至 15 分鐘。待冷卻後再加入 5 mL 濃硝酸，蓋上錶玻璃，再迴流 30 分鐘。如果有棕色煙霧產生，顯示樣品被硝酸氧化，重複此步驟 (加入 5 mL 濃硝酸) 直至無棕色煙霧出現。利用有稜紋之錶玻璃或蒸氣回收裝置，在不沸騰狀況下使溶液蒸發至約 5 mL 或保持在  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  樣品不沸騰的狀況下加熱 2 小時。

注意：另一替代方法，以直接能量加熱裝置 (如微波) 消化樣品：加入 10 mL (1:1) 硝酸混合均勻，加熱樣品至  $95 \pm 5^\circ\text{C}$ ，在  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  及樣品不沸騰狀況下迴流 5 分鐘。樣品冷卻 5 分鐘後，加入 5 mL 濃硝酸，樣品加熱至  $95 \pm 5^\circ\text{C}$ ，再迴流 5 分鐘。如果有棕色煙霧產生，顯示樣品被硝酸氧化，重複此步驟 (加入 5 mL 濃硝酸) 直至無棕色煙霧出現。使用蒸氣回收裝置，加熱樣品至  $95 \pm 5^\circ\text{C}$ ，並在  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  樣品不沸騰狀況下迴流 10 分鐘。

- (四) 將上述迴流後之樣品冷卻，加入 2 mL 水及 3 mL 30% 過氧化氫，蓋上錶玻璃或蒸氣回收裝置後，緩慢加熱進行氧化反應。此步驟需小心操作，勿使激烈之冒泡現象發生，以免樣品漏失。加熱直到冒泡平息後，冷卻消化瓶。繼續加入 30% 過氧化氫，每次 1 mL，加熱直至冒泡減至最低程度或樣品的外觀不再改變為止。全部所加入 30% 過氧化氫之總體積勿超過 10 mL。蓋上有稜紋之錶玻璃或蒸氣回收裝置後，繼續加熱內含酸-過氧化氫之樣品消化液，直到體積降至大約 5 mL 止或保持於  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  和樣品不沸騰狀況下加熱 2 小時。

注意：另一替代方法，為以直接能量加熱裝置 (如微波) 消化樣品：樣品冷卻 5 分鐘後，緩慢加入 10 mL 30% 過氧化氫，此步驟需小心操作，勿使激烈之冒泡現象發生，以免樣品漏失。於 6 分鐘內加熱樣品至  $95 \pm 5^\circ\text{C}$ ，在  $95 \pm 5^\circ\text{C}$  樣品不沸騰狀況下加熱 10 分鐘。

- (五) 再加入 10 mL 濃鹽酸於消化液中，蓋上錶玻璃或蒸氣回收裝置

後，將樣品加熱至  $95 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，在  $95 \pm 5^{\circ}\text{C}$  樣品不沸騰狀況下加熱迴流 15 分鐘。

注意：另一替代方法，以直接能量加熱裝置（如微波）消化樣品：加入 5 mL 鹽酸和 10 mL 水於消化液中，加熱至  $95 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，在  $95 \pm 5^{\circ}\text{C}$  樣品不沸騰狀況下加熱迴流 5 分鐘。

(六) 待冷卻後以試劑水稀釋定容至 100 mL，使用 Whatman No.40 濾紙（或同級品）過濾或離心方式，取澄清消化液儀器分析。

(七) 消化液分析

1、使用 FLAA 及 GFAA 分析，參見本署公告之「火焰式原子吸收光譜法（NIEA M111）」及「石墨爐式原子吸收光譜法（NIEA M113）」。

2、ICP-AES 及 ICP-MS 分析，參見本署公告之「感應耦合電漿原子發射光譜法（NIEA M104）」及「感應耦合電漿質譜儀法（NIEA M105）」。

## 八、結果處理

(一) 廢棄物中金屬濃度以原（濕基）樣品計算。

$$\text{廢棄物樣品中金屬濃度 (mg/kg)} = \frac{A \times V}{S}$$

其中：A = 儀器測得處理後之樣品金屬濃度（mg/L），如有稀釋則需乘以稀釋倍數

V = 處理後樣品之最終體積（mL）

S = 樣品重（g）

(二) 底泥中金屬之濃度以乾基樣品計算，應進行水分含量校正。

$$\text{底泥樣品中金屬濃度 (mg/kg)} = \frac{A \times V}{S \left( \frac{100}{100 + W_{H_2O}} \right)}$$

其中：A = 儀器測得處理後之樣品金屬濃度（mg/L），如有稀釋則需乘以稀釋倍數

V = 處理後樣品之最終體積（mL）

S = 樣品重（g）

$W_{H_2O}$  = 底泥樣品之水分含量（%），計算方式詳見 NIEA S280

## 九、品質管制

每批或每 10 個樣品（底泥為 20 個）至少需執行 1 個空白樣品、重複樣品、查核樣品及添加樣品分析。

## 十、精密度與準確度

表一為實驗室分析 NIST 標準參考品的結果。標準品是在大氣壓下微波消化及熱板消化之分析。

## 十一、參考資料

U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Wastes Physical / Chemical Methods, SW-846 3<sup>rd</sup> Ed., Acid Digestion of Sediments, Sludges, and Soils, Method 3050B, 1996.

註 1：本方法消化過程應在排氣櫃中操作處理。

註 2：本檢測方法產生之廢液，依一般重金屬廢液處理原則處理。

註 3：本方法引用之行政院環境保護署公告方法之內容及編碼，以最新公告者為準。

表一 使用本方法分析 NIST 標準參考物質 2704 河川底泥之結果

元素	大氣壓下微波消化 (mg/kg)		熱板消化 (mg/kg)	NIST 全量消 化確認值 (mg/kg)
	溫度控制 (電子球)	溫度控制 (IR 感應)		
Cu	89 ± 1	98 ± 1.4	100 ± 2	98.6 ± 5.0
Pb	145 ± 6	145 ± 14	146 ± 1	161 ± 17
Zn	411 ± 3	405 ± 14	427 ± 5	438 ± 12
Cd	3.5 ± 0.66	3.7 ± 0.9	--	3.45 ± 0.22
Cr	79 ± 2	85 ± 4	89 ± 1	135 ± 5
Ni	36 ± 1	38 ± 4	44 ± 2	44.1 ± 3.0