

行政院環境保護署公告

中華民國 108 年 5 月 7 日

環署授檢字第 1080002653 號

主 旨：預告訂定「硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法（NIEA M402.01C）」草案。

依 據：行政程序法第 154 條第 1 項。

公告事項：

一、訂定機關：行政院環境保護署。

二、訂定依據：廢棄物清理法第 75 條。

三、草案如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（<https://www.epa.gov.tw/niea/C79C6CF22A0FE69D>）「草案預告」網頁及公共政策網路參與平台之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。

四、對於本草案內容有任何意見或修正建議者，請於本預告刊登公報之次日起 60 日內陳述意見或洽詢：

(一) 承辦單位：行政院環境保護署環境檢驗所

(二) 地址：桃園市中壢區民族路 3 段 260 號

(三) 電話：(03)4915818 分機 2117

(四) 傳真號碼：(03)4910419

(五) 電子郵件：tjlin@epa.gov.tw

署 長 張子敬

硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法（NIEA M402.01C）草案總說明

為執行廢棄物樣品檢測，參考美國材料與試驗協會方法(ASTM D3177-02)內容，爰依廢棄物清理法第七十五條，整併現行檢測相關規定，擬具「硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法（NIEA M402.01C）草案（以下簡稱本草案），其要點如下：

一、本方法適用於廢棄物樣品中硫、氯等元素含量檢測。

二、度量衡單位區間依「法定度量衡單位」表示。

硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法（NIEA M402.01C）草案

公告	說明
主旨：公告「硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法（NIEA M402.01C）」，並自中華民國一百零九年一月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：廢棄物清理法第七十五條。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

硫、氯元素含量檢測方法－燃燒管法草案

NIEA M402.01C

一、方法概要

樣品通入足夠之氧氣，使其在 800°C 至 850°C 密閉燃燒管中加熱燃燒，樣品中的硫 (S)、氯 (Cl) 氧化成酸性氣體被 3% 過氧化氫 (H₂O₂) 溶液吸收。吸收液定量後經滴定法或離子層析法分析即得硫酸根 (SO₄²⁻) 與氯離子 (Cl⁻) 產生量，再予以換算求出樣品中之硫、氯等元素含量。

二、適用範圍

本方法適用於廢棄物樣品中硫、氯等元素含量檢測。

三、干擾

- (一) 管狀燃燒爐不須加裝銀網，以免造成負偏差。
- (二) 以酒精燈加熱爐外之管壁，可防止水氣凝結，以減少造成負偏差。

四、設備與材料

- (一) 烘箱：附排氣設備，且能控溫在 105°C±5°C。
- (二) 乾燥器。
- (三) 分析天平：能精稱至 0.001 g。
- (四) 燃燒管：石英管，內徑約 48 mm，長度約 120 cm。
- (五) 管狀燃燒爐：長約 84 cm，由電力加熱，操作溫度範圍由 400°C 至 1000°C，並可維持 800°C 至 850°C 之間。
- (六) 吸收瓶：250 mL。
- (七) 純化氧氣吸收瓶。
- (八) 玻璃接頭。
- (九) 防熱橡膠導管。

- (十) 瓷舟：80 mm × 15 mm × 10 mm 或具相同功能之設備。
- (十一) 氣體流量計。
- (十二) 標準篩：0.250 mm (60 mesh)。
- (十三) 研磨器：以瑪瑙、氧化鋯或其他不干擾分析的材質製成。可將乾燥樣品研磨至粒徑小於 0.250 mm 且容易清理者。
- (十四) 定量設備
 - 1. 滴定裝置：參照水中氯鹽檢測方法－硝酸銀滴定法 (NIEA W407)或排放管道中總硫氧化物檢測方法－沈澱滴定法 (NIEA A405)。
 - 2. 離子層析儀：參照水中陰離子檢測方法－離子層析法 (NIEA W415)。

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) 過氧化氫 (H_2O_2) 溶液，3%：使用前配製。
- (三) 無水氯化鈣 (CaCl_2)。
- (四) 無水過氯酸鎂 ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$)。
- (五) 蘇打石綿 (NaOH on support)：粒徑為 0.8 mm 至 1.6 mm。
- (六) 氧氣：純度 99.99% 以上。

六、採樣與保存

- (一) 樣品採集應依據「一般廢棄物（垃圾）採樣方法 (NIEA R124)」或「事業廢棄物採樣方法 (NIEA R118)」，採集之樣品重量應足以進行初步評估或品質管制所需的重複樣品分析。

- (二) 為避免大氣濕度之干擾，樣品需妥善以乾燥器保存，實驗步驟與過程應儘量避免樣品與大氣接觸。

七、步驟

- (一) 將設備及材料依圖一方式組裝。
- (二) 將已研磨粒徑小於 0.250 mm 且均勻化固態樣品，於 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱中乾燥 2 小時，再取出並移入乾燥器中冷卻，取約 0.5 g 至 1.0 g 樣品，以分析天平精稱其重量至 0.001 g (W)；液態樣品直接量取並精稱其重量至 0.001 g (W)，將已稱重之樣品置於瓷舟中（為防止爆管產生危險，稱取高熱值樣品時最好不要超過 0.15 g）。
- (三) 將管狀燃燒爐電源開關打開，使其溫度達 800°C 至 850°C 之間。
- (四) 為了純化氧氣，分別以無水氯化鈣或無水過氯酸鎂、蘇打石綿吸收瓶串聯接於氧氣瓶及氣體流量計之間，以去除氧氣中含碳和氫的化合物，失效時再予更換。
- (五) 在管狀燃燒爐出口處接上玻璃接頭，並於玻璃接頭下方放置酒精燈點火加熱，防止水蒸氣凝結。
- (六) 將兩支分別裝填 3% 過氧化氫（約八分滿）的吸收瓶 I、II 串連後接上導管。
- (七) 打開氧氣，以氣體流量計控制流量約 1500 mL/min，並以橡膠塞子將氧氣管塞在石英管前頭，並檢查整個燃燒流程是否只有最後一支吸收瓶有氣體排出，若有洩漏氣體，應設法立即排除。
- (八) 將含樣品之瓷舟放入燃燒管緩慢推送至管狀燃燒爐前端 (350°C 至 400°C)，著火後保持 5 分鐘 至 10 分鐘，使揮發性固體物燃燒。若樣品含有高量之揮發性固體物時，為避免爆炸之虞，可考慮採以分批漸進推送方式或降低管狀燃燒爐起始燃燒溫度及緩慢升溫方式。
- (九) 再將含樣品之瓷舟送入管狀燃燒爐中央，樣品應會著火而氣化，再使其燃燒並通氧氣保持約 30 分鐘，以確定燃燒完全。
- (十) 待爐溫降至 300°C 時，再將吸收瓶 I、II 卸下，將吸收液蒐集

並定量至一定體積 (V)。

(十一) 定量分析

1. 滴定法：參照水中氯鹽檢測方法－硝酸銀滴定法 (NIEA W407)，可定量吸收液中氯離子含量；排放管道中總硫氧化物檢測方法－沈澱滴定法 (NIEA A405)，可定量吸收液中硫酸根離子含量。

2. 離子層析法：參照水中陰離子檢測方法－離子層析法 (NIEA W415)，可同時定量吸收液中氯離子及硫酸根離子含量。

八、結果處理

(一) 滴定法：參照水中氯鹽檢測方法－硝酸銀滴定法 (NIEA W407)或排放管道中總硫氧化物檢測方法－沈澱滴定法 (NIEA A405)。

(二) 離子層析法：參照水中陰離子檢測方法－離子層析法 (NIEA W415)。

(三) 元素含量計算：

$$W_{S(g)} = \frac{(SO_4^{2-} \times V)}{1000} \times \left(\frac{32}{96}\right)$$

$$W_{Cl(g)} = \frac{Cl^- \times V}{1000}$$

$$S(\%) = \frac{W_s}{W} \times 100(\%)$$

$$Cl(\%) = \frac{W_{Cl}}{W} \times 100(\%)$$

W_s ：硫元素重量 (g)

W_{Cl} ：氯元素重量 (g)

V ：吸收液體積 (L)

SO_4^{2-} ：由滴定法或離子層析法測得吸收液中硫酸根濃度 (mg/L)

Cl⁻：由滴定法或離子層析法測得吸收液中氯離子濃度 (mg/L)

S：硫元素含量 (%)

Cl：氯元素含量 (%)

W：樣品乾重 (g)

九、品質管制

- (一) 重複樣品分析：每個樣品必須執行重複分析，若 2 次分析的差值在 15% 以下，取其平均；若在 15% 以上，則需再進行第 3 次測定，若第 3 次測定值大於前 2 次平均值的 10% 時，則必須捨去前 3 次的實驗數據，重新混合樣品進行分析，若第 3 次的測定值小於前 2 次平均值的 10% 時，則取 3 次分析數據平均值作為該樣品之檢測結果。
- (二) 定量分析品質管制參照水中氯鹽檢測方法－硝酸銀滴定法 (NIEA W407)、水中陰離子檢測方法－離子層析法 (NIEA W415) 或排放管道中總硫氧化物檢測方法－沈澱滴定法 (NIEA A405)。

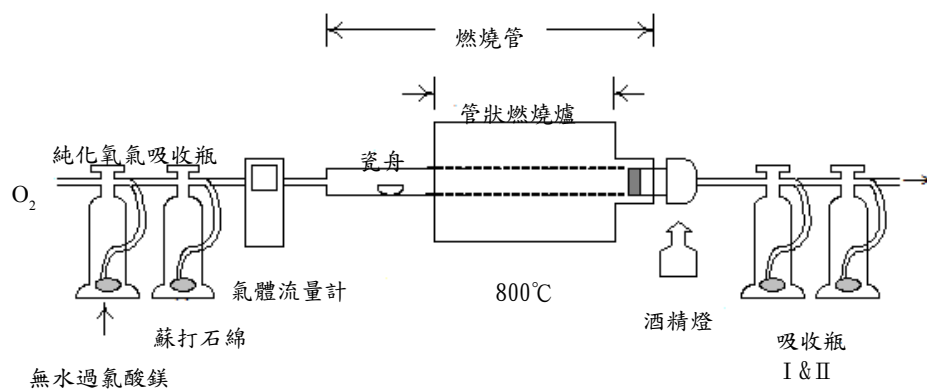
十、精密度與準確度

略。

十一、參考資料

- (一) Standard Test Method for Total Sulfur in the Analysis Sample of Coal and Coke, ASTM D3177-02, 2002.
- (二) 行政院環境保護署，一般廢棄物（垃圾）採樣及檢測分析技術之訂定期末報告，中華民國 91 年。

註1：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環保署最新公告者為準。



圖一 廢棄物中硫、氯元素含量檢測組裝示意圖