

行政院環境保護署公告

中華民國 107 年 5 月 23 日

環署授檢字第 1070003192 號

主 旨：預告訂定「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（NIEA S301.61B）」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：土壤及地下水污染整治法第 10 條第 3 項。
- 三、草案如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（[http://www.niea.gov.tw/niea/epa\\_www.asp](http://www.niea.gov.tw/niea/epa_www.asp)）「環境檢測方法草案預告」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 李應元

## 土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（NIEA S301.61B）草案總說明

為執行土壤中重金屬之檢測，另參考「土壤與肥料分析手冊（一）土壤化學性質分析（中華土壤肥料學會出版）」中有機碳之測定方法，爰依土壤及地下水污染整治法第十條第三項，整併現行檢測相關規定，擬具「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（NIEA S301.61B）」草案，其要點如下：

- 一、有機碳測定方法以菲羅啉指示劑作為滴定終點之判定。
- 二、度量衡單位區間依「法定度量衡單位」表示。

## 土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（NIEA S301.61B）草案

公告	說明
主旨：公告「土壤中重金屬檢測方法－微波輔助王水消化法（NIEA S301.61B）」，並自中華民國一百零七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 S301.61B

### 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 (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。

### 二、適用範圍

本方法適用於土壤或類似基質中鎘、鉻、銅、鉛、鎳、鋅、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康油 (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。使用矽康油校正時可利用微波消化裝置將矽康油均勻加熱（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 $2^{\circ}\text{C}$ 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 TFM<sup>TM</sup>) 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 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 32 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）氯化釷溶液：溶解 100 g 氯化釷 ( $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 於 700 mL 試劑水中，再以試劑水稀釋至 1 L。

## 六、採樣與保存

（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。

- (二) 土壤樣品預處理方式除依照「土壤採樣方法 (NIEA S102)」外，亦可參考「土壤檢測方法總則 (NIEA S103)」，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  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  條件下冷藏，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)」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  $6\text{ mL} \pm 0.1\text{ mL}$  濃鹽酸及  $2\text{ mL} \pm 0.1\text{ mL}$  濃硝酸並混合均勻 (註 4)，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  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  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  $\pm 1$  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，樣品消化流程如圖一所示。

(十) 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)」，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)」。
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)」。
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)」，適合使用之內標準元素有鍺 ( $^{74}\text{Ge}$ )、銨 ( $^{103}\text{Rh}$ )、銦 ( $^{115}\text{In}$ )、釷 ( $^{175}\text{Lu}$ ) 及銩 ( $^{187}\text{Re}$ )。
5. 若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)」。

(1) 消化液以試劑水稀釋 5 倍後作為上機溶液。

(2) 檢量線製備：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  $\mu\text{g}$  至 1.0  $\mu\text{g}$ ，或其他適當濃度範圍。手動式汞冷蒸氣系統以汞含量 ( $\mu\text{g}$ ) 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（註 6）。

(3) 樣品分析：依照汞分析儀器之使用手冊操作，若上機溶液超出檢量線濃度範圍，以王水稀釋溶液稀釋。

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

$$\text{土壤中金屬濃度 (mg/kg)} = \frac{A \times V \times f \times 1000}{W \times 100 / (100 W_{\text{H}_2\text{O}})}$$

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 (%) (水分含量以乾基為基準)。

## 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：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行 1 次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，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。
- (三) 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。
- (四) 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。
- (五) 查核樣品分析 (註 7)：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 CVAA 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。
- (六) 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 CVAA 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 CVAA 上機檢測所得結果。
- (二) 國內某單一實驗室河川底泥樣品以 ICP-MS 及 CVAA 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 quality — Microwave-assisted extraction of the aqua regia soluble fraction for the determination of elements. ISO 12914, 2012.
- (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. Soil quality — Determination of trace elements using inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). ISO 16965, 2013.
- (六) 陳仁炫，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

(溶解 1.485 g 之 1,10-二氮雜菲 (1,10-phenanthroline monohydrate,  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ) 及 0.695 g 硫酸亞鐵於試劑水中定容至 100 mL；亦可使用已配妥之市售品。) 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。

$$\text{有機碳含量 (g/kg)} = V \left[ 1 - \frac{V_s}{V_b} \right] \times 12 \times 4000 \times 1.3 \times \frac{1000}{\text{風乾土壤重 (g)}}$$

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。

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 ( $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ )。稱取 1000 g  $\pm$  0.1 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  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。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：

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

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<sub>p</sub>：水之熱容量 (Cal/g℃)。

m：水樣質量 (g)。

△T：末溫－初溫 (℃)。

t：加熱時間 (秒)。

在 120 秒加熱時間和使用 1 kg 試劑水 (25℃ 之熱容量為 0.9997 Cal/g℃) 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 1L。

註 4：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 5：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 6：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 7：執行查核樣品分析時，得以 40 個樣品數為 1 個分析批次，不足 40 個樣品則仍以 1 個批次計。
- 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							CVAA
分析元素	鉻	鎳	銅	鋅	砷	汞	鉛	汞
確認值 <sup>(註1)</sup> (mg/kg)	130	49	51.1	169	13.2	1.2 <sup>(註2)</sup>	75.8	1.2 <sup>(註2)</sup>
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。

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							CVAA
分析元素	鉻	鎳	銅	鋅	砷	汞	鉛	汞
確認值 <sup>(註1)</sup> (mg/kg)	426	296	128 <sup>(註2)</sup>	1063	72	1.1 <sup>(註2)</sup>	174	1.1 <sup>(註2)</sup>
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

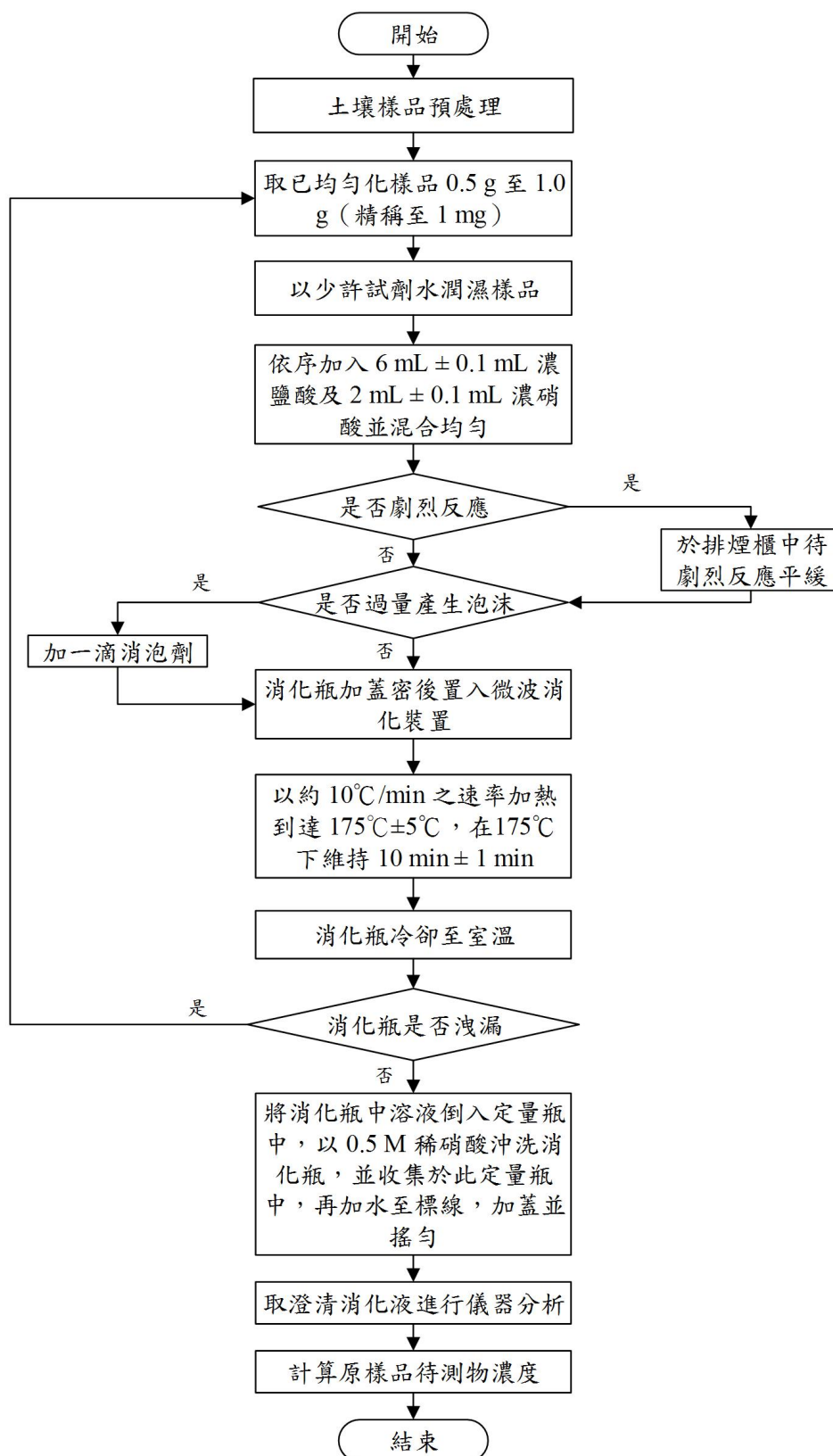
註 1：確認值為王水溶出量。

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								CVAA
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。



圖一 樣品消化流程