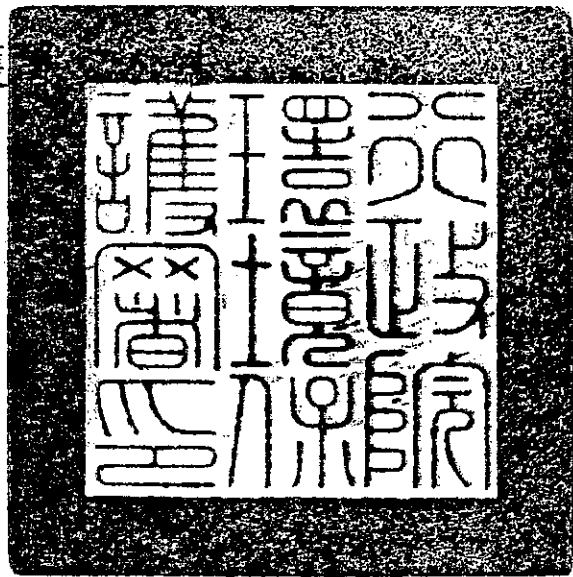


# 行政院環境保護署

發文日期：中華民國104年1月13日  
發文字號：環署檢字第1040003186號



主旨：訂定「廢棄物及底泥中金屬檢測方法－微波輔助酸消化法」，並自中華民國一百零四年四月十五日生效。

依據：廢棄物清理法第七十五條、土壤及地下水污染整治法第十條第三項。

公告事項：方法內容詳如附件。

署長 魏國彥

# 廢棄物及底泥中金屬檢測方法－微波輔助酸消化法

中華民國 104 年 1 月 13 日環署檢字第 1040003186 號公告

自中華民國 104 年 4 月 15 日生效

NIEA M301.00B

## 一、方法概要

取代表性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

本方法適用於廢棄物及底泥中鎘、鉻、銅、鉛、鎳、鋅、砷及汞等金屬檢測，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）高反應性樣品或有機物質，在微波加熱中會產生大量氣體，導致消化瓶內壓力急遽升高。當壓力超過消化瓶所能承受之限制時，會有樣品及待測物逸失之現象。
- （二）大部分樣品在使用適當之消化條件下可被消化分解，但當樣品含氧化矽（ $\text{SiO}_2$ ）、二氧化鈦（ $\text{TiO}_2$ ）、氧化鋁（Alumina）或其他氧化物等難分解物質，將導致部分待測元素可能會被包覆而無法完全溶出。上述無法溶出之被束縛元素（Bound elements），在環境中大都被視為不具移動（Nonmobile）特性，故當探討水相污染物之遷移機制（Transport mechanisms）時，此部分不被列入考慮。
- （三）消化液中含有高濃度的基質，測定時可能會對待測重金屬的分析造成干擾，詳細之干擾資料參見各儀器分析方法。

- (四) 所有消化瓶及定量容器必須小心地經酸洗及以試劑水清洗（註1），尤其是盛裝過高濃度樣品之消化瓶及容器，以避免記憶效應或跨次干擾（Carry-over）問題發生。

#### 四、設備及材料

- (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  $175 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ）。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  $175 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，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>) 或石英的材質，內層消化瓶體積應至少 45 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，以確保實驗的安全。

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）乾燥設備：烘箱（能控溫在  $30 \pm 4^{\circ}\text{C}$  者）或冷凍乾燥器。

（七）定量瓶：容量 50 mL 或 100 mL。

（八）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  $\geq 16 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  之純水。
- (二) 濃鹽酸。
- (三) 濃硝酸。
- (四) 酸稀釋溶液：加入 18 mL 濃硝酸及 6 mL 濃鹽酸於 200 mL 試劑水中，以試劑水稀釋至 500 mL (或 1 L) (註 3)。
- (五) 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。

## 六、採樣及保存

- (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) 所有盛裝樣品之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。
- (四) 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  $4 \pm 2^\circ\text{C}$  條件下冷藏，汞元素最長保存期限為 28 天。

## 七、步驟 (註 4)

- (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，應將樣品再研磨使通過 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) 另取適量已均勻化樣品 (底泥、污泥樣品不大於 0.5 g，油或油污染之樣品不超過 0.25 g)，精稱至 1 mg，置於消化瓶中。(註 5)
- (三) 於排煙櫃中加入  $9 \pm 0.1$  mL 濃硝酸及  $3 \pm 0.1$  mL 濃鹽酸並混合均勻 (註 6)。
- (四) 當樣品中含有大量易氧化之有機物時，分析人員在添加消化液時應注意是否有劇烈反應發生；若樣品於添加消化液時發生劇烈反應，應先將樣品置於排煙櫃中待劇烈反應平緩後，再進行以下消化步驟。
- (五) 將樣品與消化液置入消化瓶後即予加蓋密封，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) 消化程式之設定，須使樣品以約  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  之速率加熱到達  $175 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，並在該溫度下持續加熱  $10 \pm 1$  分鐘。
- (七) 依消化程式完成消化後，消化管可於微波消化裝置中靜置冷卻至少 5 分鐘以上再取出，或利用自行架設之冷卻裝置加速冷卻，當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) 將樣品倒入酸洗過之定量瓶內，以試劑水稀釋至刻度後，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)」。
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)」。
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：以酸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 0.0~1.0  $\mu\text{g}$ ，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 7)。

(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，以酸稀釋溶液稀釋。

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

(一) 廢棄物中金屬濃度以原（濕基）樣品計算。

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

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。

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

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

(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二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 ± 20% 以內，使用其他儀器分析時，其相對誤差值應在 ± 10% 以內。



- (二) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，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 10 個樣品（底泥樣品 20 個）應至少執行 1 個空白樣品分析，若每批次樣品數少於 10 個（底泥樣品 20 個），則每批次仍應執行 1 個空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (四) 重複樣品分析：每 10 個樣品（底泥樣品 20 個）應至少執行 1 個重複樣品分析，若每批次樣品數少於 10 個（底泥樣品 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：每 10 個樣品（底泥樣品 20 個）應至少執行 1 個查核樣品分析，若每批次樣品數少於 10 個（底泥樣品 20 個），則每批次仍應執行 1 個查核樣品分析，使用 CVAA 分析時，其回收率應在  $80\sim 120\%$  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 10 個樣品（底泥樣品 20 個）應執行 1 個添加樣品分析，若每批次樣品數少於 10 個（底泥樣品 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  $75\sim 125\%$  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 NRC STSD-1（河川底泥）及 RTC CRM 055-50G（污水污泥）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。

## 十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils. Method 3051A, 2007.

- (二) 行政院環境保護署，廢棄物及底泥中金屬檢測方法－酸消化法 NIEA M353.01C，中華民國 101 年
- (三) 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。
- (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.

註 1：內層消化瓶建議先以熱的 1：1 鹽酸（溫度超過 80°C，但未沸騰）浸泡或淋洗至少 2 小時，接著以熱的 1：1 硝酸（溫度超過 80°C，但未沸騰）浸泡或淋洗至少 2 小時，最後再以試劑水沖洗，並置於乾淨環境中晾乾。塑膠或玻璃的定量容器及儲液容器則可以較為稀釋的酸（約 10% v/v）進行浸泡及清洗步驟。

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

4.重複步驟 2~3 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°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）步驟中若消化液定量體積為 50 mL，稀釋至 500 mL，若消化液定量至 100 mL，則稀釋至 1L。

- 註 4：由於在消化過程會產生具有毒性之氮氧化物及氯氣，因此微波消化裝置應連接抽氣設備並在通風良好之排煙櫃中加酸及開啟消化瓶。基於安全考量，分析人員在操作過程中，應穿戴保護手套及防護面具。
- 註 5：當進行未知成份樣品之消化時，務必使用溫度感測器監控消化過程中消化瓶內之溫度變化。為避免在消化過程中產生大量氣體，導致消化瓶內壓力過高，在進行未知成份樣品消化時，可採用耐壓較高之消化瓶進行消化。
- 註 6：消化液應個別添加一定量之濃硝酸及濃鹽酸，不可將其預先混合後添加，因為預先混合之濃硝酸及濃鹽酸會產生氯氣及其他氣體，一旦遇熱時會劇烈釋出。
- 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 75~125% 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 NRC STSD-1（河川底泥）檢測結果（n=3）

| 分析儀器                          | ICP-MS |      |      |     |      |      |      |      |
|-------------------------------|--------|------|------|-----|------|------|------|------|
| 分析元素                          | 鉻      | 鎳    | 銅    | 鋅   | 砷    | 鎘    | 汞    | 鉛    |
| 確認值 <sup>(註)</sup><br>(mg/kg) | 28     | 18   | 36   | 165 | 17   | 0.8  | 0.11 | 34   |
| 平均值<br>(mg/kg)                | 32     | 21.1 | 34.2 | 165 | 19.4 | 0.94 | 0.11 | 34.8 |
| 標準偏差<br>(mg/kg)               | 0.6    | 0.4  | 1.1  | 4.2 | 2.1  | 0.02 | 0.02 | 1.7  |
| 平均回收率<br>(%)                  | 114    | 117  | 95   | 100 | 114  | 118  | 100  | 102  |

註：確認值為濃硝酸及濃鹽酸萃取法所得溶出量。

表二 參考標準樣品 RTC CRM 055-50G（污水污泥）檢測結果（n=3）

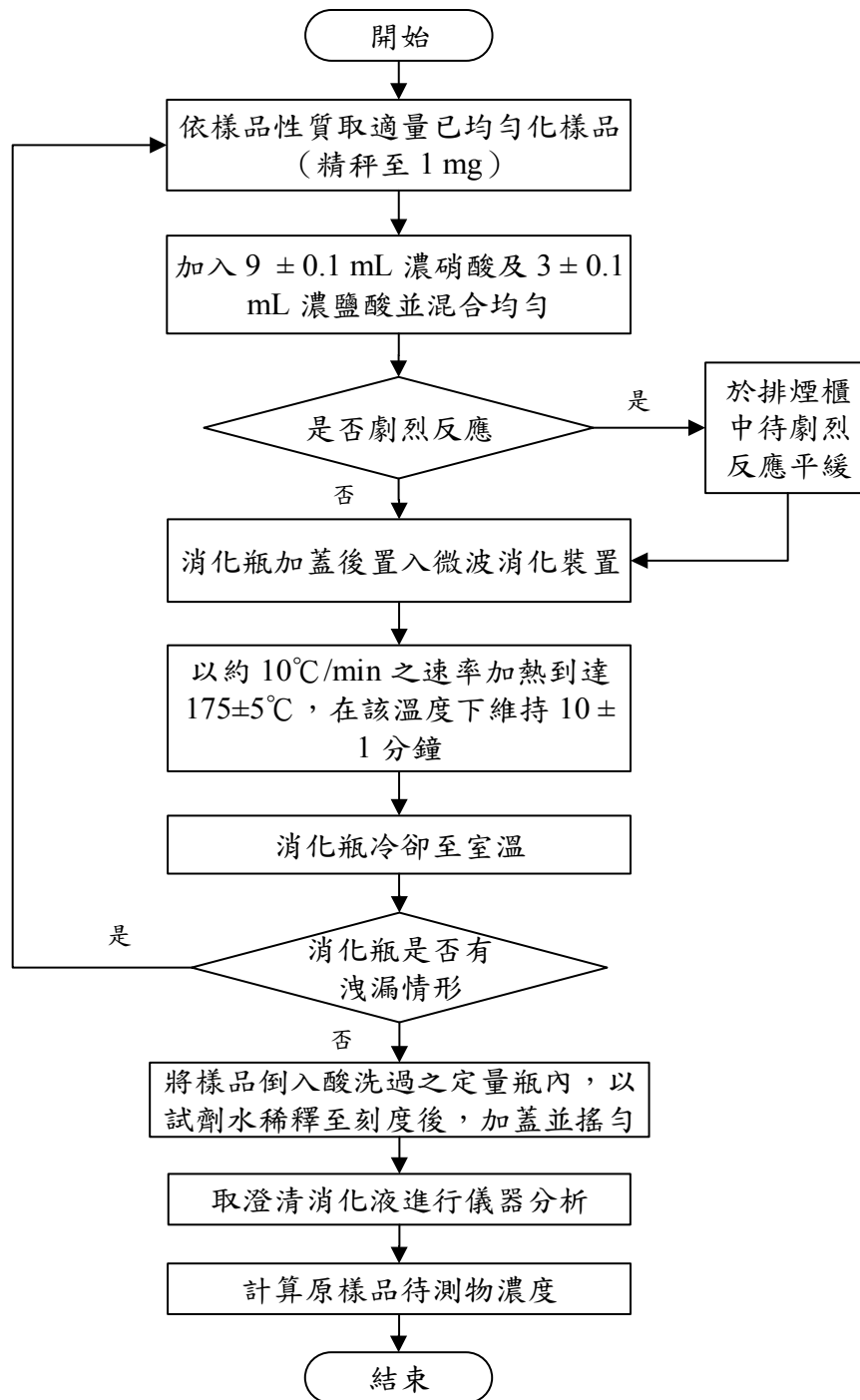
| 分析儀器                          | ICP-MS |     |     |      |     |      |      |     | CVAA |
|-------------------------------|--------|-----|-----|------|-----|------|------|-----|------|
| 分析元素                          | 鉻      | 鎳   | 銅   | 鋅    | 砷   | 鎘    | 汞    | 鉛   | 汞    |
| 確認值 <sup>(註)</sup><br>(mg/kg) | 289    | 163 | 482 | 1240 | 229 | 60.6 | 12.5 | 154 | 12.5 |
| 平均值<br>(mg/kg)                | 307    | 171 | 484 | 1278 | 228 | 58.8 | 12.9 | 162 | 11.8 |
| 標準偏差<br>(mg/kg)               | 5.9    | 5   | 16  | 37   | 8.2 | 1.5  | 0.3  | 4.2 | 0.4  |
| 平均回收率<br>(%)                  | 106    | 105 | 101 | 103  | 99  | 97   | 103  | 105 | 94   |

註：此參考標準樣品適用之消化方法為 US EPA methods 3050B、3051 及王水消化法。

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<br>(mg/kg)        | 43.1   | 35.0 | 44.0 | 193 | 487 | 0.514 | 0.422 | 32.6 | 0.403 |
|      | 添加樣品分析<br>回收率(%)       | 94     | 93   | 101  | 98  | 103 | 98    | 95    | 102  | 97    |
|      | 添加樣品重複分析<br>相對差異百分比(%) | 4.1    | 2.6  | 2.1  | 1.5 | 2.3 | 3.3   | 4.3   | 3.1  | 2.0   |
| 樣品二  | 樣品測值<br>(mg/kg)        | 39.1   | 30.9 | 37.1 | 141 | 837 | 0.300 | 0.202 | 31.5 | 0.217 |
|      | 添加樣品分析<br>回收率(%)       | 95     | 92   | 93   | 98  | 97  | 94    | 94    | 93   | 94    |
|      | 添加樣品重複分析<br>相對差異百分比(%) | 1.6    | 3.2  | 4.1  | 2.5 | 3.4 | 2.4   | 2.9   | 3.8  | 2.3   |
| 樣品三  | 樣品測值<br>(mg/kg)        | 41.8   | 39.7 | 44.7 | 194 | 189 | 0.318 | 0.273 | 54.7 | 0.257 |
|      | 添加樣品分析<br>回收率(%)       | 95     | 97   | 101  | 93  | 93  | 95    | 97    | 91   | 103   |
|      | 添加樣品重複分析<br>相對差異百分比(%) | 4.4    | 2.2  | 2.6  | 3.5 | 2.1 | 1.9   | 1.5   | 3.1  | 2.3   |

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