

## 事業廢棄物毒性特性溶出程序

中華民國 106 年 1 月 24 日環署檢字第 1060005516 號公告  
自中華民國 106 年 5 月 15 日生效  
NIEA R201.15C

### 一、方法概要

- (一) 本溶出程序係為配合「有害事業廢棄物認定標準」附表四之毒性特性溶出程序 (Toxicity characteristic leaching procedure, 以下簡稱 TCLP) 溶出標準所訂程序, 若事業廢棄物經總量分析顯示其中不含待測物或待測物之濃度低於溶出標準 (註1), 則不必操作本溶出程序; 操作步驟中任一部分萃出液中之任一待測物之濃度高於此標準, 或以瓶式萃取所得之任一揮發性成分濃度高於此標準時, 則不須繼續進行其他萃取步驟或萃出液分析。
- (二) 乾固體含量小於 0.5% 之液體廢棄物, 經由 0.6~0.8  $\mu\text{m}$  之玻璃纖維濾紙過濾所得之濾液, 即視為 TCLP 之萃出液, 俟分析後得待測物之濃度。
- (三) 含液相之廢棄物, 其固體含量大於或等於 0.5% 時, 將廢棄物過濾分離後, 濾液部分視為 TCLP 之萃出液, 保存待分析; 固相則視需要將顆粒減小後, 以 20 倍重的萃取液萃取; 萃取液之選擇依廢棄物固相酸鹼性而定, 測試揮發性待測物 (表一) 時, 須使用特殊的萃取容器。萃取後以 0.6~0.8  $\mu\text{m}$  之玻璃纖維濾紙過濾, 濾液視為 TCLP 之萃出液。
- (四) 固相廢棄物經萃取所得之萃出液與液相濾液若無任一待測物濃度超過溶出標準時, 則個別分析後, 將結果以體積權重計算平均濃度, 得待測物之濃度。

### 二、適用範圍

本溶出試驗方法係用於測試固相、液相或多層相之廢棄物中有機、無機待測物之移動性 (Mobility)。

### 三、干擾

略。

### 四、設備與材料

(一) 旋轉裝置：如圖一，此裝置必須能以每分鐘  $30 \pm 2$  次之轉速上下翻轉萃取容器，適合使用之旋轉裝置如表二。

(二) 萃取容器

1. 零空間萃取容器 (Zero-Headspace Extraction Vessel, 以下簡稱 ZHE)：如圖二，欲進行表一中揮發性待測物溶出試驗時，應使用此種萃取容器。在此萃取容器中可使固、液相有效分離並排除剩餘空間，不需打開此裝置即可進行廢棄物的初步固、液相分離、萃取及萃取後之萃出液過濾。此裝置應具有內容積 500~600 mL 及能裝置直徑 90~110 mm 濾紙，裝置中的 O-環須常更換；內含之活塞必須在壓力 15 psi 或以下即可推動，否則需更換 O-環或經修復後再行使用，適合使用之零空間萃取容器如表三。

每次萃取後，須檢查萃取容器之密閉情形。若容器本身裝有壓力錶，則加壓至 50 psi，靜置一小時後檢查壓力；若未裝有壓力錶，則加壓至 50 psi 後放入水中，觀察有無氣泡產生。若發現漏氣現象則檢查萃取容器並更換 O-環，直至測試無漏氣現象，方可使用。

2. 瓶式萃取容器 (Bottle Extraction Vessel)：欲測試廢棄物中非揮發性成分時，需使用足以容納樣品及萃取液之瓶罐。依待測物與廢棄物性質選用萃取瓶材質。玻璃或鐵氟龍 (PTFE) 等之製品皆可用於有機或無機成分之溶出試驗。高密度聚乙烯、聚丙烯或聚氯乙烷之製品僅可用於金屬成分之溶出試驗；若使用玻璃製品，則建議使用硼矽玻璃。

(三) 過濾裝置 (過濾宜在煙櫥中進行)

1. ZHE：欲測試廢棄物中揮發性成分時，使用此種容器過濾，其必須能使用玻璃纖維濾紙，並能承受過濾所需的壓力 (50 psi)。

2. 過濾器：測試非揮發性成分時，不論簡單真空單元或複雜的系統，需使用能支撐玻璃纖維濾紙且能承受過濾所需壓力 (達 50 psi 或以上) 之過濾器。過濾器的型式依待過濾物性質而定。過濾器之內容積至少為 300 mL，最小能放置直徑 47 mm 之濾紙 (使用內容積為 1.5 L 以上者，建議使用直徑 142 mm 之濾

紙)。真空過濾單元只能用於固體含量少於 10% 之顆粒狀廢棄物，否則應使用正壓過濾單元。適合使用之過濾器如表四。

3. 過濾裝置之材質應為惰性且不溶出或吸附待測物。玻璃、鐵氟龍 (PTFE) 或 # 316 不銹鋼等之製品皆可用於有機或無機成分之溶出試驗。高密度聚乙烯、聚丙烯或聚氯乙稀之製品僅可用於金屬成分之溶出試驗；若使用玻璃製品，則以硼矽玻璃較佳。

#### (四) 濾紙

應使用硼矽玻璃纖維製且不含粘合劑之濾紙，其有效孔徑在 0.6 ~ 0.8  $\mu\text{m}$  之間。不可使用前置濾紙 (Prefilter)。當進行金屬成分之溶出試驗時，應先用 1 N 硝酸淋洗，再以試劑水淋洗三次 (每次淋洗至少應使用 1 L 之試劑水)。玻璃纖維濾紙易碎，應小心使用。適合使用之濾紙如表五。

(五) pH 計：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。

(六) ZHE 萃出液收集裝置：使用泰勒 (TEDLAR) 袋或以玻璃、不銹鋼、鐵氟龍製之氣密式注射器 (Syringe)，以收集濾液或萃出液，或用以混和濾液及萃出液。不同情形的使用方式建議如下：

1. 若廢棄物含有水溶液相，或廢棄物之非水溶液液相含量不顯著 (即少於總量之 1%)，則應使用泰勒袋或 600 mL 注射器，收集或混合濾液及萃出液。
2. 若廢棄物含有顯著的非水溶液之液相 (即含量大於總量之 1%)，則可任選泰勒袋或注射器來收集濾液及最終萃出液，但只能二者擇一，不可同時使用。
3. 若廢棄物不含最初的液相 (即 100% 固體) 或固相的量不顯著 (即 100% 液體)，則泰勒袋或注射器皆可使用。但若使用注射器，應棄置最初收集之 5 mL 液體，其餘方可作為分析用。

(七) ZHE 萃取液傳送裝置：任何可以傳送萃取液而不改變其性質之裝置皆可 (如正推量或蠕動泵浦、氣密式注射器、加壓過濾器或其他零空間萃取的裝置)。

- (八) 天平：可精秤至 0.01 g 者。
- (九) 烘箱：能控制溫度在  $100 \pm 20^{\circ}\text{C}$  者。
- (十) 燒杯或錐形瓶：玻璃製，500 mL。
- (十一) 錶玻璃：具適當直徑可蓋住燒杯或錐形瓶。
- (十二) 磁攪拌器。
- (十三) 粉碎機：使用適當之粉碎機，可將樣品減積至本方法之需求者。

## 五、試劑

### (一) 試劑水

1. 一般試劑水：適用於重金屬及一般檢測分析。通常將自來水先經過初濾及去離子樹脂處理，再經全套玻璃蒸餾器處理或逆滲透膜處理，以避免蒸餾器或滲透膜污染；一般試劑水之規格詳如註 2。
2. 不含有機物試劑水：適用於有機物分析檢測用。一般指試劑水中干擾物之濃度低於有機物分析檢測方法中待測物之偵測極限。可將自來水經由活性碳吸附床過濾，或可由純水製造系統製造。
3. 不含揮發性有機物試劑水：適用於揮發性物質分析用之不含有機物試劑水。可將上述之試劑水煮沸 15 分鐘後，將水溫保持在  $90 \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，同時通入惰性氣體於水中 1 小時，趁熱裝入密閉容器內放冷備用。

### (二) 所有測試中所用的藥品純度必須至少為分析級試藥。

1. 硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) 溶液，1 N：將 64 mL 濃硝酸緩慢加入約 800 mL 試劑水中，定容至 1 L。
2. 氫氧化鈉 ( $\text{NaOH}$ ) 溶液，1 N：溶解 40 g 氫氧化鈉於適量試劑水中，再定容至 1 L。
3. 鹽酸 ( $\text{HCl}$ ) 溶液，1.0 N：將 83 mL 濃鹽酸緩慢加入約 800

mL 試劑水中，定容至 1 L。

4. 冰醋酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )：分析級試藥。

5. 濃硝酸：分析級試藥。

### (三) 萃取液

1. 萃取液 A：在 1 L 量瓶中，將 5.7 mL 冰醋酸加入 500 mL 試劑水中，再加入 64.3 mL 1 N 氫氧化鈉溶液，稀釋至刻度。此溶液之 pH 為  $4.93 \pm 0.05$ ，使用前檢查 pH 值。

2. 萃取液 B：在 1 L 量瓶中，將 5.7 mL 冰醋酸加入試劑水中，稀釋至刻度。此溶液之 pH 為  $2.88 \pm 0.05$ ，使用前檢查 pH 值。

3. 應經常檢查萃取液是否有不純物造成干擾，若發現有不純物或 pH 不符上述規範，則應重新配製。

## 六、採樣與保存

- (一) 廢棄物之採集應依據「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、萃取或品質管制所需的重複測試、添加測試；若進行揮發性成分萃取，則須另取一份原樣品。
- (二) 勿添加保存劑於樣品。
- (三) 若冷藏不致引起樣品不可逆的物理變化，樣品應冷藏之。若產生沈澱，則整個樣品（包括沈澱）須一併萃取。
- (四) 欲測定樣品中之揮發性成分時，須特別注意樣品保存以減少其揮發漏失（如樣品應以瓶蓋內襯鐵氟龍墊片的樣品瓶收集、減少瓶頂空間，並保存於  $4 \pm 2^\circ\text{C}$ ，在萃取前方能打開。）
- (五) 除檢測揮發性化合物外，樣品為大塊狀者，應依據「事業廢棄物採樣方法 (NIEA R118)」於採樣現場或實驗室中執行均勻化前處理。
- (六) 欲測定樣品中之重金屬時，需先以少量萃出液加硝酸測試是否沈澱，除非會產生沈澱（若產生沈澱，見「七、步驟 (二) 8 (1)」處理），否則進行重金屬分析之萃出液須以硝

酸酸化至 pH < 2；其他待測物的保存詳其分析方法之規定。

(七) 操作 TCLP 的樣品須遵循以下之保存時間：

樣品最長保存時間(天)				
	自採樣 到 TCLP萃取	自TCLP萃取 到 製備萃取	自製備萃取 到 上機分析	總保存 時間
揮發性成分	14	(不適用)	14	28
半揮發性成分	14	7	40	61
汞	28	(不適用)	28	56
其他重金屬	180	(不適用)	180	360

註：製備萃取係指檢測半揮發性成分時，萃出液之有機溶劑萃取時程。

## 七、步驟

操作流程如圖三。

### (一) 初步評估

1. 固體含量測定：固體含量之定義為施加壓力亦無法滴出液體之固體，其佔總廢棄物量之百分比。

- (1) 若廢棄物為固體或加壓力過濾，顯然無法產生液體時，逕行依(一)3.決定廢棄物是否需要減小大小。
- (2) 若樣品為液體或多層固液相，則需使用過濾裝置(四、設備(三))，依下述將固液相分離。
- (3) 秤取濾紙及濾液收集容器之重量。
- (4) 依照過濾器製造商之說明，組裝過濾器及濾紙。
- (5) 秤取至少 100 g 已均勻化之樣品，並記錄重量。
- (6) 靜置使泥狀物的固相沈降(亦可使用離心泵浦協助固液分離，傾倒離心液，固體部分則置入過濾裝置，進行過濾)。

- (7) 若廢棄物於過濾中，在 4°C 下之液體濾出量少於室溫時，則須回復至室溫後才過濾。將廢棄物樣品平鋪於過濾器濾紙表面（若廢棄物殘留在原稱重容器內之量大於 1%，則應秤取殘留物之重量，並於樣品記錄重量中扣除之）。緩慢施以真空或輕微加壓（1~10 psi），直至空氣或加壓氣體通過濾紙。若在 10 psi 下仍未達上述情況，或在連續二分鐘內無濾液通過，則以每 10 psi 之間隔緩慢加壓（每增加壓力 10 psi 時，若加壓氣體無法通過濾紙或在連續二分鐘內無濾液通過，則繼續增加壓力直至 50 psi），繼續過濾直至加壓氣體通過濾紙或壓力達 50 psi，而在連續二分鐘內無濾液流出，即停止過濾（註 3）。
- (8) 殘留在濾紙上之物質即定義為廢棄物之固相，濾液則定義為廢棄物之液相（註 4）。液相重為濾瓶總重減去容器重，固相重為樣品重減去液相重，記錄液相重及固相重。固體含量百分比依下式計算：

$$\text{固體含量百分比} = \frac{\text{固體重量}}{\text{廢棄物總重量}} \times 100$$

## 2. 決定廢棄物是否為液體或不含顯著量固體

若固體含量小於 0.5%，則逕行將濾液視同為萃出液作處理。如需測定揮發性有機待測物時，應使用 ZHE 進行過濾。

若固體含量大於或等於 0.5%，則逕行依（一）3 決定廢棄物是否需要減小顆粒步驟處理。

若預知濾液因受濾紙吸收而足以影響固體含量判斷，則依下述步驟進行。

- (1) 將固體含量測定之濾紙及其上之固相置於 100 ± 20°C 之烘箱至恆重（註 5）（連續二次秤重之差異小於 1%），依下式計算乾固體含量：

$$\text{乾固體含量百分比} = \left[ \frac{\text{經乾燥後之固體及濾紙重量} - \text{濾紙重量}}{\text{廢棄物總重量}} \right] \times 100$$

- (2) 若乾固體含量小於 0.5%，經過濾後得之濾液視為萃出液逕行移作待測成分之測試。若乾固體含量大於或等於 0.5%，並欲測試非揮發性成分，則另取一份均勻化樣品，依（一）1.過濾得到固相再決定是否需減小固體顆粒，並執行萃取液之選擇以供進行萃取；若僅需測試揮發性成分，則使用萃取液A 進行萃取。

### 3. 決定廢棄物是否需要減小顆粒大小

若固體每克之表面積大於或等於  $3.1 \text{ cm}^2$  或可通過 9.5 mm 之標準篩網，則不需要減小顆粒，逕行至萃取液選擇步驟；否則應先壓碎、切割或磨細(必要時可使用粉碎機)，使其能通過 9.5 mm 之標準篩網（註 6）。

### 4. 決定適當之萃取液

- (1) 若固體含量大於或等於 0.5%，且欲測試非揮發性成分，則依下述步驟決定萃取液。
- (2) 將均勻化樣品顆粒減小至直徑小於 1 mm(必要時可使用粉碎機)，秤取固體 5.0 g，置於 500 mL 燒杯或錐形瓶中，加入 96.5 mL 之試劑水，蓋以錶玻璃，以磁攪拌器劇烈攪拌五分鐘，測量溶液之 pH 值並記錄之。若  $\text{pH} < 5.0$ ，則使用萃取液 A；若  $\text{pH} > 5.0$ ，則加入 3.5 mL 1.0 N 鹽酸溶液，攪拌成均勻狀，蓋以錶玻璃，加熱至  $50^\circ\text{C}$  並維持 10 分鐘，冷卻至室溫後，測量溶液之 pH 並記錄之，若  $\text{pH} < 5.0$ ，使用萃取液 A，若  $\text{pH} > 5.0$ ，使用萃取液 B。

若 pH 值在 4.8~5.2 間，則須另行取二份樣品測試之，以平均值(平均值係採第一次樣品及第二次兩份樣品，總計三次之檢測值平均)決定使用之萃取液。

## (二) 半／非揮發性成分之萃取

1. 秤取至少 100 g 已均勻化之樣品，記錄其重量（註 7）。若單次 TCLP 萃出液的量不敷分析用，則需秤取較大樣品量進行萃取，或合併多次萃取之萃出液待分析。



2. 若樣品為液體或為多層相，依（一）1. 固體含量測定步驟，將固液相分離，滯留在濾紙上之物質為固相（若樣品之乾固體含量  $< 0.5\%$ ，則棄置此固相，其濾液即定義為 TCLP 萃出液。），濾液為液相（若樣品屬「註 4」之情形，則只能使用同一張濾紙，不能更換濾紙）。秤量液相之重，此濾液即可分析或儲存於  $4 \pm 2^\circ\text{C}$  待分析，記錄其 pH 值。若此部分液體經過分析（詳見七、步驟(二) 8.），顯示任一待測物的濃度超過溶出標準，則此廢棄物即屬有害性，不須繼續進行其他步驟。
3. 若樣品為固體（即在壓力過濾下，明顯無濾液流出），則視需要減小固體顆粒後，逕行依下述步驟操作。若樣品為多層相而其乾固體含量  $> 0.5\%$ ，依（一）1. 固體含量測定步驟後，視需要減少固體顆粒，將樣品之固相與濾紙一併置於萃取容器中。
4. 依下式計算萃取液之用量：

$$\text{萃取液重量} = \frac{20 \times \text{固體含量百分比} \times \text{樣品重量}}{100}$$

#### 5. 萃取

於萃取容器中，緩慢加入已決定之萃取液，旋緊容器瓶蓋，置於旋轉裝置，以每分鐘  $30 \pm 2$  之轉速旋轉  $18 \pm 2$  小時，室溫維持在  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ （在萃取過程中，有些樣品會產生氣體，可以週期性打開瓶蓋釋放氣體（例如 15 分、30 分及 1 小時後）。

6. 萃取完成後，使用新的玻璃纖維濾紙過濾（依固體含量測定步驟），分離固相及液相，並收集濾液。

#### 7. 萃出液之處理

- (1) 若最初之樣品不含液相，則萃取後之濾液，即為萃出液，記錄其 pH 值，並進行後續分析或適當之保存。
- (2) 若最初之樣品含有液相分別記錄液相與萃出液之 pH 值，萃出液經過分析（詳見七、步驟(二) 8. 萃出液之保存分析），顯示任一待測物的濃度超過溶出標準，則此廢棄物即屬有害性，否則依下述繼續操作。

## 8. 萃出液之保存分析

- (1) 萃出液在檢測金屬時須以硝酸酸化，使其  $\text{pH} < 2$ ，惟需先以少量萃出液加硝酸測試，如發現沈澱，則其餘萃出液不應酸化，應儘速分析。
- (2) 除非消化會導致金屬待測物的損失，否則進行金屬分析前須以酸消化；但若以未消化的萃出液分析，其待測物濃度已超過溶出標準，則可認定該廢棄物屬有害性，但反之，並不能認定其為無害。
- (3) 其他萃出液未能立即分析時，皆須於  $4 \pm 2^\circ\text{C}$  下保存。

9. 若液相及萃出液個別進行分析（註 10），且無任一部分液體中之待測物濃度超過溶出標準時，則依下式體積權重的平均值作為檢驗值。

$$\text{最終待測物濃度} = \frac{(V_1 C_1 + V_2 C_2)}{(V_1 + V_2)}$$

$V_1$ ：液相之體積 (L)

$C_1$ ：液相所測得之濃度 (mg/L)

$V_2$ ：固相萃出液之體積 (L)

$C_2$ ：固相萃出液所測得之濃度 (mg/L)

### (三) 揮發性成分之萃取

萃取表一中揮發性待測物才使用 ZHE，此萃出液不能作為非揮發性待測物移動性之評估。

若以瓶式萃取器所得萃出液的分析結果，顯示任一管制揮發性待測物濃度已超過溶出標準，則此廢棄物即屬有害性，不須繼續進行零空間萃取；但是，此結果若低於溶出標準，不能證明此廢棄物非屬有害性。

ZHE 之內容積雖為 500 mL，但由於需添加 20 倍固體量之萃取液進行萃取，故最多只能容納 25 g 之固體。將樣品一次裝入萃取容器中，不能重複填裝，直至萃取完成後，方可開啟萃取容器。在操作過程中，儘可能減少樣品、液相以及萃取液與大氣

接觸之時間，且應趁樣品為冰冷狀態（ $4 \pm 2^\circ\text{C}$ ）下操作，以減少揮發之損失。

1. 選擇適當之萃出液收集裝置（參見四（六））。預秤濾液收集裝置，置於一旁。
2. 將活塞置入 ZHE 中（可用萃取液潤濕活塞之 O-環，以方便活塞之使用），調整活塞之高度，以縮短活塞因萃取容器承裝樣品後所需移動之距離，旋緊氣體進出法蘭（flange）（底部之法蘭），在篩網架上裝置濾紙，置於一旁。
3. 若樣品僅含固體，秤取約 25 g 之固體，記錄重量。
4. 若樣品之乾固體含量  $< 0.5\%$ ，取足量之樣品過濾，棄置固相，使濾液足夠作所有揮發成分之分析。

若樣品之乾固體含量  $\geq 0.5\%$ ，由固體含量測定計算得到之固體含量百分比，推算最適當之樣品量。

- （1）通常若樣品之固體含量  $< 5\%$ ，秤取約 500 g 之樣品並記錄重量。
- （2）若樣品之固體含量  $\geq 5\%$ ，依下式計算待取之樣品量，然後秤取樣品並記錄重量。

$$\text{樣品量} = \frac{25}{\text{固體含量百分比}} \times 100$$

5. 若需要減小固體顆粒，則儘可能先將固體及切割用之工具冷藏至約  $4^\circ\text{C}$ ，再進行壓碎、切割或磨細的工作。過程中應儘可能減少與大氣接觸之時間，並不得產生熱量，固體顆粒不必過篩以免揮發物質損失，可使用刻度尺（Graduated ruler）替代篩網。
6. 快速將全量之樣品置入 ZHE 中（註 8），將濾紙及過濾架置於 ZHE 之頂部法蘭，於容器上旋緊頂部法蘭。將各部分轉緊，以垂直方式放置（氣體進出閥之法蘭在底部）。若樣品殘留在原盛裝容器內之量大於 1%，則應秤其重量並於七、（三）之樣品量扣除之。

7. 開啟頂部之液體進出閥，將 ZHE 底部法蘭之氣體進出閥與氣體管線連接，輕緩施以壓力 1~10 psi（視需要增加壓力），將萃取容器中之氣體緩慢推出並排入煙櫥中。當液體開始從液體進出閥流出時，迅速關閉閥門，並中斷壓力。若樣品僅為固體，緩慢加壓直至 50 psi 以推出頂空間，關閉閥門，並逕行至 10. 操作。
8. 將預秤且已排空氣體之濾液收集裝置與液體進出閥連接，打開閥門，緩慢施以 1~10 psi 之壓力以推動液相進入收集裝置。若連續二分鐘無液體流出，則每次增加 10 psi 之壓力，如此加壓直至 50 psi，經過二分鐘而無液體流出時，即停止過濾。關閉閥門，停止加壓，並將濾液收集裝置移開。（註 3）
9. 殘留在 ZHE 中之物質，定義為固體（註 4），濾液定義為液相。若樣品之乾固體含量 < 0.5%，棄置固體，濾液即為萃出液；否則將固體部分依七、（三）11. 進行萃取。濾液立即分析或貯存於  $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ （容器儘量裝滿，減少上部空間）待分析。若此部分液體經過分析，顯示任一待測物的濃度超過溶出標準，則此廢棄物即屬有害性，不須繼續進行其他步驟。
10. 使用萃取液 A 進行萃取，萃取液之使用量依下式計算：

$$\text{萃取液重量} = \frac{20 \times \text{固體含量百分比} \times \text{樣品重量}}{100}$$

#### 11. 固體之萃取

- （1）垂直擺放 ZHE，以管線連接萃取液貯存器至液體進出閥，管線需以萃取溶液預洗並以萃取溶液充滿。開啟氣體進出閥釋放活塞上之壓力，關閉閥門；開啟液體進出閥，導入適量之萃取液，然後關閉閥門。拆除溶液導入管線，檢查萃取容器之閥門均為關閉狀態。
- （2）手動上下翻轉萃取容器二、三次，再將萃取容器垂直擺正，視需要於活塞上施以 5~10 psi 之壓力，緩慢開啟液體進出閥，以釋放萃取容器中因加入萃取液時殘留之氣體，並排入煙櫥。俟液體開始流出，立刻關閉閥門，並停止加壓。對萃取容器再加壓（5~10 psi）一次，以檢查萃取容器之各部分是否均為密閉。

(3) 將萃取容器置於旋轉裝置上，以每分鐘  $30 \pm 2$  次之轉速，旋轉  $18 \pm 2$  小時，室溫維持在  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

12. 完成萃取後，迅速開啟並關閉氣體進出閥門，觀察是否有壓力損失或氣體逸出，若壓力降低或無氣體逸出，表示有漏氣的現象，需另取一份樣品，重行萃取之；否則即將萃取容器中之固、液相直接分離（註 9）。此液相經過分析，顯示任一待測物的濃度超過溶出標準，則此廢棄物即屬有害性，否則繼續操作。液相若與七（三）8 之濾液相容，則合併收集之；若不相容或收集初始液相的容器其容積已不足，則分別收集之。若使用泰勒袋、萃出液為多層相、或廢棄物含有初始液相，則所有萃出液皆須過濾及收集。

13. 收集之液體可立即分析（註 10）或貯存於  $4 \pm 2^\circ\text{C}$ （容器儘量裝滿，減少上部空間）待分析。若樣品液相及萃取後之液相中，無任一部分液體之任一待測物濃度超過溶出標準時，則量測個別體積（精確至  $\pm 0.5\%$ ），依下式體積權重的平均值作為檢驗值。

$$\text{最終待測物濃度} = (V_1 C_1 + V_2 C_2) / (V_1 + V_2)$$

$V_1$ ：液相之體積（L）

$C_1$ ：液相所測得之濃度（mg/L）

$V_2$ ：固相萃出液之體積（L）

$C_2$ ：固相萃出液所測得之濃度（mg/L）

## 八、結果處理

已敘述於七、步驟項。

## 九、品質管制

- (一) 同一萃取容器每使用十次，必須以與樣品相同的萃取液至少作一次萃取程序，以檢查容器是否受到污染。
- (二) 除非分析結果已超過溶出標準且只用於表示其已超過標準，否則不同型態的廢棄物（如廢水處理污泥與受污染土壤等）應分

別進行基質添加。每分析批次（不多於 10 個樣品）至少需執行一個基質添加分析。基質添加時機為 TCLP 萃出液過濾後，不應在樣品萃取前添加。

（三）量測萃出液中重金屬含量在下述情況時，應使用標準添加法測定待測物。

1. 萃出液中金屬待測物之基質添加回收率小於實驗室品質管制下限值且其濃度未超過溶出標準，且待測物之測定濃度為溶出標準之 80% 以上。

2. 標準添加方式為：

（1）標準添加係針對每一金屬污染物進行內部校正定量。

（2）標準添加方法係將標準品添加於樣品基質中，而非添於試劑水或空白溶液中。準備四份相同的溶液分樣，保留一份不作添加，並對其中三個分樣添加已知量的標準品，此三者較理想的添加量分別為預期樣品濃度的 50%、100%、及 150%。加入試劑水或空白溶液使四個分樣的最終體積維持相同，及視需要加以稀釋，使其訊號能落入分析儀器的線性範圍內。

（3）濃度計算：由以下方法擇一進行。

a. 以儀器訊號或外部校正計算濃度（y-軸）對標準添加的濃度（x-軸）作圖或線性迴歸，x-軸的截距即為未添加溶液的濃度。

b. 將標準添加的儀器訊號或外部校正計算濃度扣除未添加溶液的結果，依前方法作圖或迴歸，以此內部校正曲線當作外部校正曲線，計算未添加溶液的濃度。

#### 十、精密度與準確度

根據數家實驗室實際依本程序所得之測試結果：

（一）重金屬檢測精密度（表六）

（二）半揮發性成分檢測精密度（表七及表八）

(三) 揮發性成分檢測精密度 (表九)

十一、參考資料

US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW - 846 3<sup>rd</sup> Ed, Method 1311, 1992.

註 1：液相廢棄物總量分析值 (mg/kg) 逕與溶出標準值 (mg/L) 比較；固相廢棄物部分則與溶出標準之 20 倍比較。低於此標準之廢棄物樣品經過溶出程序所得萃出液亦將低於溶出標準。

註 2：一般試劑水規格 (資料來源 ASTM D1193 Type II)

導電度：最大值 1.0  $\mu\text{S}/\text{cm}$  at 25°C

比電阻：最小值 1.0  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$  at 25°C

pH 值：未規範

TOC：最大值 50  $\mu\text{g}/\text{L}$

鈉 (Na)：最大值 5  $\mu\text{g}/\text{L}$

氯離子：最大值 5  $\mu\text{g}/\text{L}$

總矽鹽：最大值 3  $\mu\text{g}/\text{L}$

註 3：瞬間施以高壓，可能導致玻璃纖維濾紙破裂及提早阻塞。

註 4：某些油類或漆類物質之廢棄物，明顯含有似液體的物質，但即使施以壓力，亦無法過濾，此類物質亦定義為固相，並進行固體的 TCLP 萃取。

註 5：須注意加熱過程若有閃火危險，建議烘箱排氣應引導至煙櫥或適當裝置中。

註 6：表面積之定義係適用於纖維性物質 (如紙張、衣物等)，此處不建議作表面積之測定。

註 7：不論初始液相是否會與固相的萃出液相容，或不論待分析成分為無機物、半揮發性有機物、殺蟲劑及殺草劑等，皆需依樣品之固體含量秤取樣品量。若樣品為固體，則秤取 100 g 樣品。若樣品為液體

或多層相，其乾固體含量  $< 0.5\%$ ，則需秤取足夠之樣品，使其於固液相分離後所得之濾液，足敷分析用量；其乾固體含量  $> 0.5\%$ ，由七、步驟（一）1 測得之固體含量，決定需要之樣品量，樣品量應能產生足夠之萃出液供分析用。

註 8：泥狀樣品不需靜置使固相沈降，過濾前亦不得使用離心。

註 9：若懷疑玻璃纖維濾紙已破裂，可利用管線上的玻璃纖維濾紙過濾 ZHE 中的物質。

註 10：液相樣品（視為萃出液）測定其內之揮發性及半揮發性有機物時，其樣品檢測方法請參考 NIEA M711、M731 或其他合適方法。

註 11：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。



表一 揮發性待測物\*<sup>1</sup>

化 合 物	溶出標準 (mg/L) * <sup>2</sup>
丙酮 acetone	—
苯 benzene	0.5
正丁醇 n-butyl alcohol	—
二硫化碳 carbon disulfide	—
四氯化碳 carbon tetrachloride	0.5
氯苯 chlorobenzene	100.0
氯仿 chloroform	6.0
1,2-二氯乙烷 1,2-dichloroethane	0.5
1,1-二氯乙烯 1,1-dichloroethylene	0.7
乙酸乙酯 ethyl acetate	—
乙苯 ethyl benzene	—
二乙醚 ethyl ether	—
異丁醇 isobutanol	—
甲醇 methanol	—
二氯甲烷 methylene chloride	—
丁酮 methyl ethyl ketone	200.0
甲基異丁基酮 methyl isobutyl ketone	—
四氯乙烯 tetrachloroethylene	0.7
甲苯 toluene	—
1,1,1-三氯乙烷 1,1,1-trichloroethane	—
三氯乙烯 trichloroethylene	0.5
三氯氟甲烷 trichlorofluoromethane	—
1,1,2-三氯 1,2,2-三氟乙烷 1,1,2-trichloro-1,2,2-trifluoroethane	—
氯乙烯 vinyl chloride	0.2
二甲苯 xylene	—

\*<sup>1</sup>：檢測表列中的化合物須使用零空間萃取容器。

\*<sup>2</sup>：係指「有害事業廢棄物認定標準」附表四的溶出標準。

表二 適合使用之旋轉裝置\*<sup>1</sup>

公 司	型 號	萃取容器數
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	DC 20 S	4 支
	DC 20	8 支
	DC 20 B	12 支
	DC 24 C	24 支
Associated Design and Manufacturing Company	3740-2-BRE	2 支
	3740-4-BRE	4 支
	3740-6-BRE	6 支
	3740-8-BRE	8 支
	3740-12-BRE	12 支
Environmental Machine and Design, Inc.	08-00-00	8 支
	04-00-00	4 支
IRA Machine Shop and Laboratory	011001	8 支
Lars Lande Manufacturing	10VRE	10 支
	5VRE	5 支
	6VRE	6 支
Millipore Corp.	YT310RAHW	4 ZHE 或 4 支 2 升萃取 瓶

\*<sup>1</sup>：任何可使萃取容器以 $30 \pm 2$  rpm 轉速上下翻轉者，皆可適用。

表三 適合使用之 ZHE 萃取器\*<sup>1</sup>

公 司	型 號
Analytical Testing and Consulting Services, Inc.	C102 機械壓力裝置
Associated Design and Manufacturing Company	3745 - ZHE 氣體壓力裝置
Lars Lande Manufacturing* <sup>2</sup>	ZHE - 11 氣體壓力裝置
Millipore Corp.	YT30090HW 氣體壓力裝置
Environmental Machine and Design, Inc.	VOLA-TOX1 氣體壓力裝置
Gelman Science	15400 氣體壓力裝置

\*<sup>1</sup>：任何符合本方法中對 ZHE 萃取器規範的規格者，皆可適用。

\*<sup>2</sup>：本裝置使用 110 mm 過濾器。

表四 適合使用之過濾器\*<sup>1</sup>

公 司	型 號	尺寸(mm)
Nucleopore Corporation	425910	142
	410400	47
Micro Filtration Systems	302400	142
	311400	47
Millipore Corp.	YT30142HW	142
	XX1004700	47

\*<sup>1</sup>：任何符合本方法中對過濾器規範的規格者，只要其與廢棄物及待分析的成分之化學性可相容者皆可適用。若只分析無機待測物，可使用塑膠裝置（未列在表中）。建議使用 142 mm 過濾器。

表五 適合使用之濾紙\*<sup>1</sup>

公 司	型 號	孔徑 ( $\mu\text{m}$ )
Millipore Corporation	AP40	0.7
Nucleopore Corporation	211625	0.7
Whatman Laboratory Products, Inc.	GFF	0.7
Micro Filtration Systems	GF75	0.7
Gelman Science	66256 (90 mm)	0.7
	66257 (142 mm)	

\*<sup>1</sup>：任何符合本方法中對濾紙規範的規格者，皆可適用。

表六 實驗室間 TCLP — 重金屬檢測精密度

廢棄物	萃取液	重金屬	平均值* <sup>1</sup>	標準偏差	相對標準偏差 (%)
氨石灰蒸餾底渣 (Ammonia Lime Still Bottoms)	A	鎘 (Cd)	0.053	0.031	60
	B		0.023	0.017	76
	A	鉻 (Cr)	0.015	0.0014	93
	B		0.0032	0.0037	118
	A	鉛 (Pb)	0.0030	0.0027	90
	B		0.0032	0.0028	87
API/EW 混合物 (API/EW Mixture)	A	鎘 (Cd)	0.0046	0.0028	61
	B		0.0005	0.0004	77
	A	鉻 (Cr)	0.0561	0.0227	40
	B		0.105	0.018	17
	A	鉛 (Pb)	0.0031	0.0031	100
	B		0.0124	0.0136	110
化石燃料 飛灰 (Fossil Fuel Fly Ash)	A	鎘 (Cd)	0.080	0.069	86
	B		0.093	0.067	72
	A	鉻 (Cr)	0.017	0.014	85
	B		0.070	0.040	57
	A	鉛 (Pb)	0.0087	0.0074	85
	B		0.0457	0.0083	18
相對標準偏差 (%) 範圍為 17 ~ 118 平均相對標準偏差 (%) 為 74					

\*<sup>1</sup>：平均值得自 6 至 12 個實驗室之測值，單位為 mg/L。

(資料來源：US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed, Method 1311, 1992.)

表七 單一實驗室半揮發性成分檢測精密度

廢棄物	化合物	萃取液	平均值* <sup>1</sup>	標準偏差	相對標準偏差 (%)
氨石灰蒸餾底渣 (Ammonia Lime Still Bottoms)	酚 phenol	A	19000	2230	11.6
		B	19400	929	4.8
	2-甲基酚 2-methyl phenol	A	2000	297	14.9
		B	1860	52.9	2.8
	4-甲基酚 4-methyl phenol	A	7940	1380	17.4
		B	7490	200	2.7
	2,4-二甲基酚 2,4-dimethyl phenol	A	321	46.8	14.6
		B	307	45.8	14.9
	萘 naphthalene	A	3920	413	10.5
		B	3827	176	4.6
	2-甲基萘 2-methyl naphthalene	A	290	44.8	15.5
		B	273	19.3	7.1
	二苯駢呋喃 dibenzofuran	A	187	22.7	12.1
		B	187	7.2	3.9
	芴 acenaphthylene	A	703	89.2	12.7
		B	663	20.1	3.0
	芴 fluorene	A	151	17.6	11.7
		B	156	2.1	1.3
菲 phenanthrene	A	241	22.7	9.4	
	B	243	7.9	3.3	
蔥 anthracene	A	33.2	6.19	18.6	
	B	34.6	1.55	4.5	
苯駢芴 fluoranthene	A	25.3	1.8	7.1	
	B	26.0	1.8	7.1	
API/EW 混合物 (API/EW Mixture)	酚 phenol	A	40.7	13.5	33.0
		B	19.0	1.76	9.3
	2,4-二甲基酚 2,4-dimethyl phenol	A	33.0	9.35	28.3
		B	43.3	8.61	19.9
	萘 naphthalene	A	185	29.4	15.8
		B	165	24.8	15.0
2-甲基萘 2-methyl naphthalene	A	265	61.2	23.1	
	B	200	18.9	9.5	
相對標準偏差 (%) 範圍為 1~33 平均相對標準偏差 (%) 為 12					

\*<sup>1</sup>：皆為三重複萃取；所有測值皆大於 2 倍的偵測極限，單位為  $\mu\text{g/L}$ 。

(資料來源：US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed, Method 1311, 1992.)

表八 實驗室間半揮發性成分檢測精密度

廢棄物	化合物	萃取液	平均值* <sup>1</sup>	標準偏差	相對標準偏差 (%) * <sup>2</sup>
氨石灰蒸餾底渣 (Ammonia Lime Still Bottoms) (A)	BNAs	A	10043	7680	76.5
		B	10376	6552	63.1
API/EW 混合物 (API/EW Mixture) (B)	BNAs	A	1624	675	41.6
		B	2074	1463	70.5
化石燃料 飛灰 (Fossil Fuel Fly Ash) (C)	BNAs	A	750	175	23.4
		B	739	342	46.3
平均相對標準偏差 (%) 為 54					

\*<sup>1</sup>：平均值得自 3 至 10 個實驗室之測值，單位為 μg/L。

\*<sup>2</sup>：對個別化合物之相對標準偏差 (%) 範圍如下：

廢棄物 (A)	萃取液 A	0 ~ 113
	萃取液 B	28 ~ 108
廢棄物 (B)	萃取液 A	20 ~ 156
	萃取液 B	49 ~ 128
廢棄物 (C)	萃取液 A	36 ~ 143
	萃取液 B	61 ~ 164

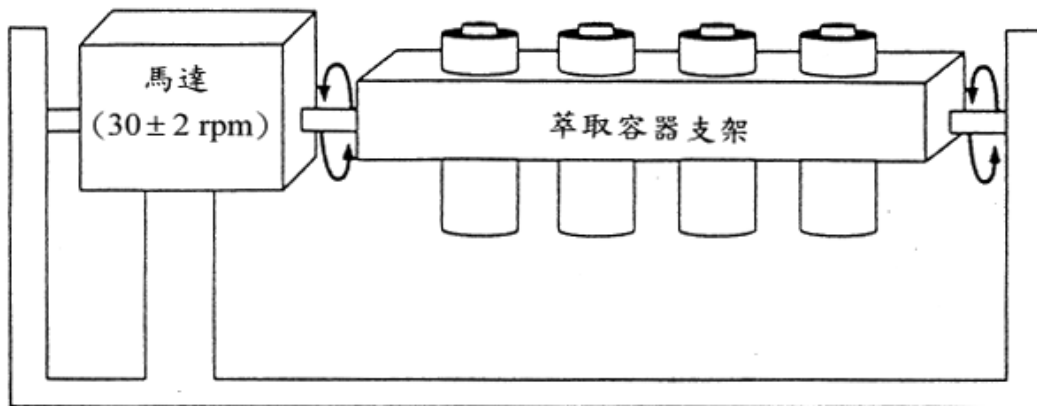
(資料來源：US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed, Method 1311, 1992.)

表九 實驗室間揮發性成分檢測精密度

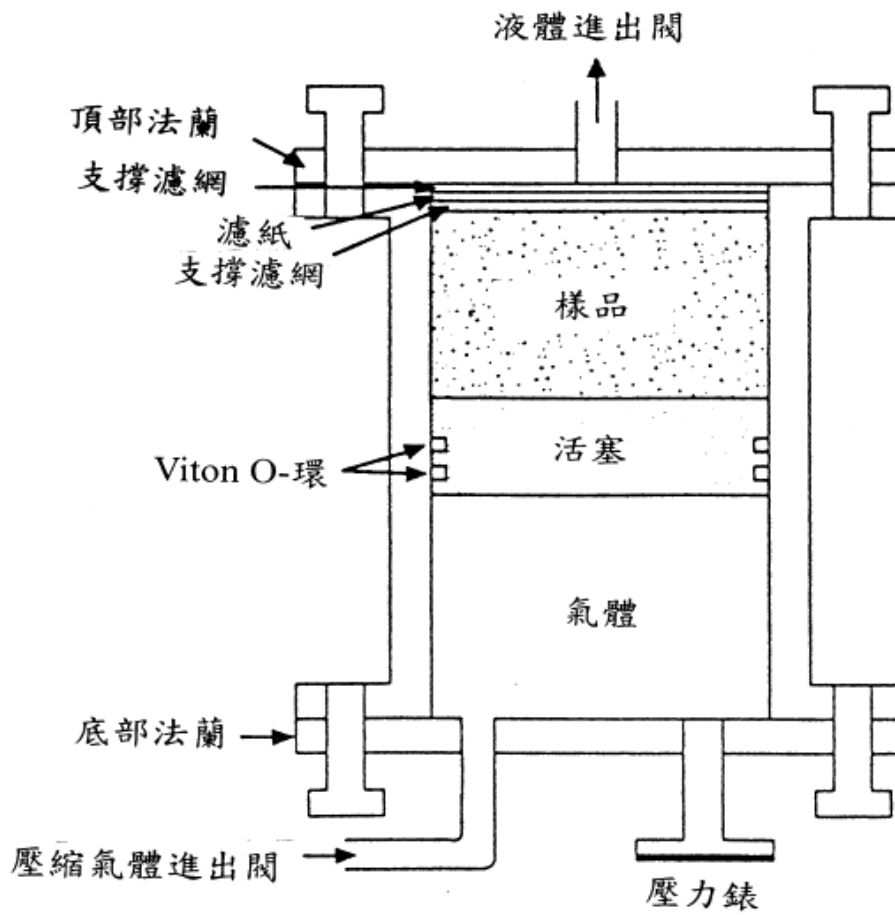
廢棄物	化合物	平均值 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏 差	相對標準 偏差 (%)
礦渣 (Mine Tailings)	氯乙烯vinyl chloride	6.36	6.36	100
	二氯甲烷methylene chloride	12.1	11.8	98
	二硫化碳 carbon disulfide	5.57	2.83	51
	1,1-二氯乙烯1,1-dichloroethene	21.9	27.7	127
	1,1-二氯乙烷1,1-dichloroethane	31.4	25.4	81
	氯仿 chloroform	46.6	29.2	63
	1,2-二氯乙烷1,2-dichloroethane	47.8	33.6	70
	2-丁酮 2-butanone	43.5	36.9	85
	1,1,1-三氯乙烷1,1,1-trichloroethane	20.9	20.9	100
	四氯化碳 carbon tetrachloride	12.0	8.20	68
	三氯乙烯trichloroethylene	24.7	21.2	86
	苯 benzene	37.9	28.7	76
	1,1,2,2-四氯乙烷1,1,2,2-tetrachloroethane	34.9	25.6	73
	甲苯 toluene	29.3	11.2	38
	氯苯 chlorobenzene	35.6	19.3	54
	乙苯 ethylbenzene	4.27	2.80	66
	三氯氟甲烷trichlorofluoromethane	3.82	4.40	115
	丙烯腈acrylonitrile	76.7	110.8	144
氨石灰 蒸餾底 渣 (Amm onia Lime Still Bottoms)	氯乙烯vinyl chloride	5.00	4.71	94
	二氯甲烷methylene chloride	14.3	13.1	92
	二硫化碳 carbon disulfide	3.37	2.07	61
	1,1-二氯乙烯1,1-dichloroethene	52.1	38.8	75
	1,1-二氯乙烷1,1-dichloroethane	52.8	25.6	49
	氯仿 chloroform	64.7	28.4	44
	1,2-二氯乙烷1,2-dichloroethane	43.1	31.5	73
	2-丁酮 2-butanone	59.0	39.6	67
	1,1,1-三氯乙烷1,1,1-trichloroethane	53.6	40.9	76
	四氯化碳 carbon tetrachloride	7.10	6.1	86
	三氯乙烯trichloroethylene	57.3	34.2	60
	苯 benzene	61.3	26.8	44
	1,1,2,2-四氯乙烷1,1,2,2-tetrachloroethane	3.16	2.1	66
	甲苯 toluene	69.0	18.5	27
	氯苯 chlorobenzene	71.8	12.0	17
乙苯 ethylbenzene	3.70	2.2	58	
三氯氟甲烷trichlorofluoromethane	4.05	4.8	119	
丙烯腈acrylonitrile	29.4	34.8	118	
相對標準偏差 (%) 範圍為 17 ~ 144 平均相對標準偏差 (%) 為 75				

(資料來源：US EPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW - 846 3rd Ed, Method 1311, 1992.)

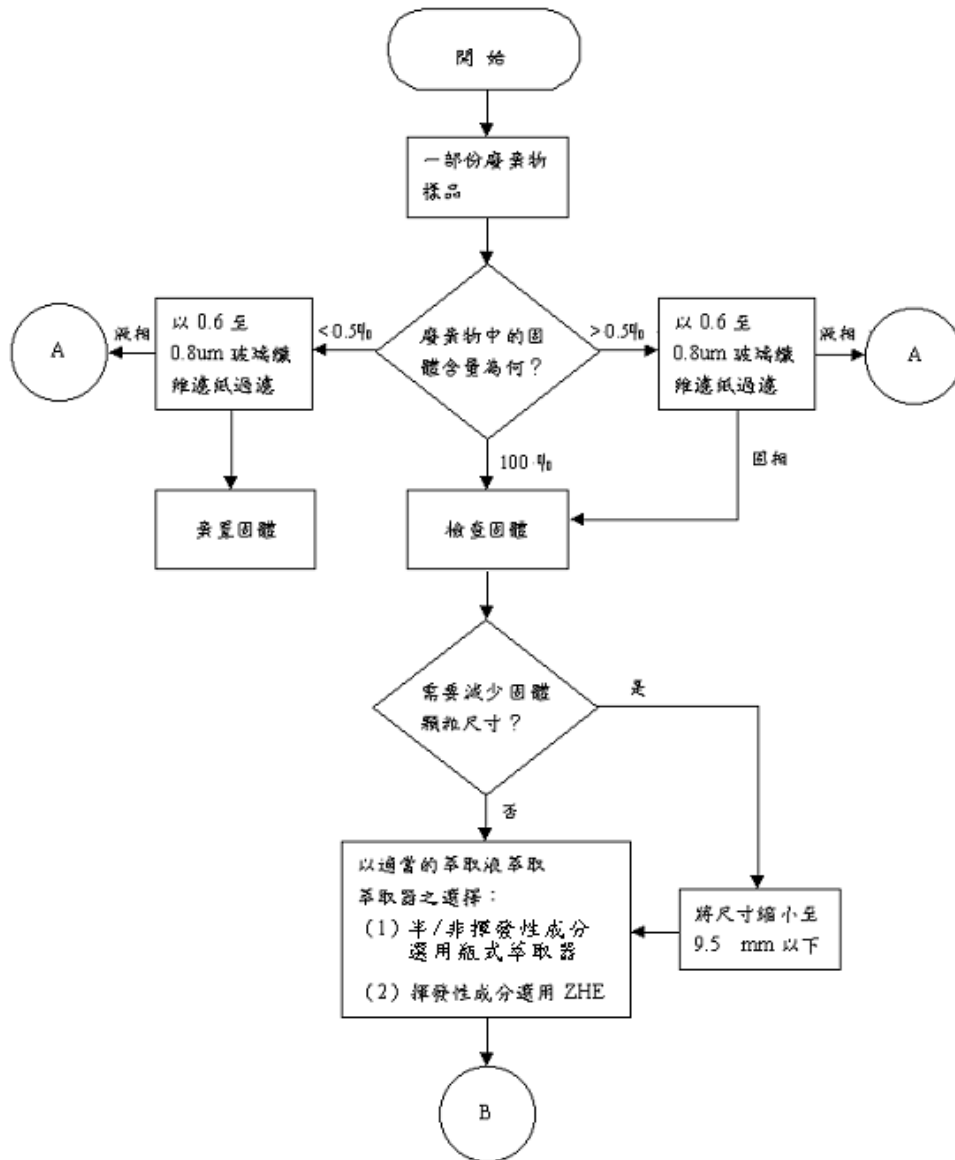


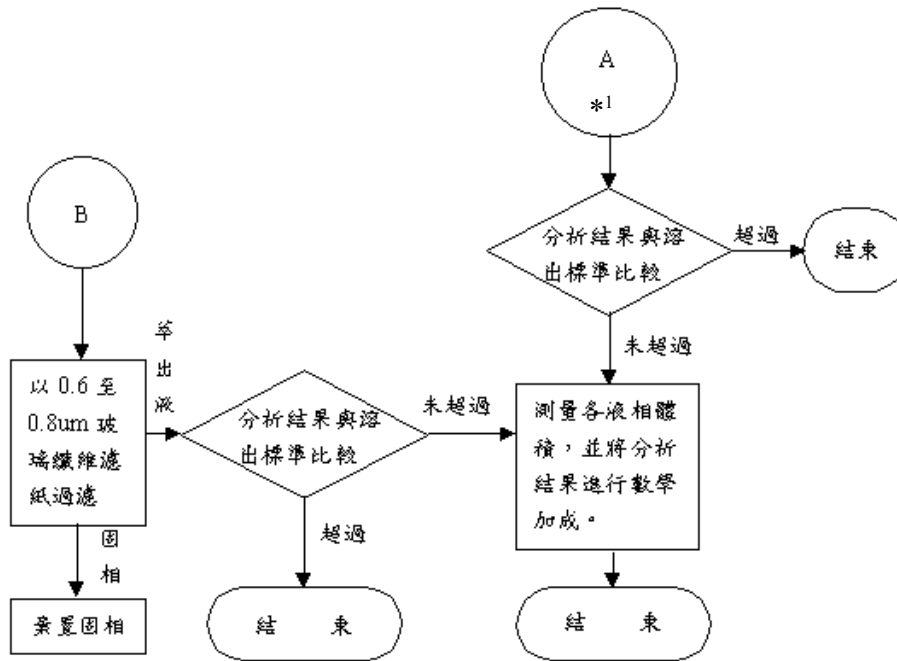


圖一 旋轉裝置



圖二 零空間萃取器(ZHE)





\*1：若未能於萃取完儘速分析，則需於  $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$  下貯存。

圖三 TCLP 流程圖