

溶出程序萃出液中六價鉻檢測方法—比色法

中華民國 111 年 9 月 21 日環署檢授字第 1117106169 號公告
自中華民國 111 年 12 月 15 日生效
NIEA R309.13C

一、方法概要

萃出液中六價鉻在無特定高濃度的鉍、釩和汞干擾物質下之酸性溶液中，與二苯基二胺脲(Diphenylcarbazine)反應生成紫紅色物質，於波長 540 nm 測其吸光度，即可求得萃出液中六價鉻濃度。

二、適用範圍

本方法適用於溶出程序（註 1）萃出液中六價鉻檢測。

三、干擾

- （一）六價鉻與二苯基二胺脲反應少有干擾，但當鉻含量相對較低時，某些特定物質如六價鉍或汞之鹽類與試劑反應，亦產生顏色而造成干擾；在特定之 pH 值下，此干擾並不太嚴重，鉍及汞的濃度超過 200 mg/L，才可能產生干擾。釩之干擾較強，但當濃度低於 10 倍鉻濃度時，尚不至造成問題。
- （二）鐵離子濃度大於 1 mg/L 可能會產生黃色，但三價鐵之顏色不深，若選擇適當波長量測吸光度，干擾並不嚴重。

四、設備與材料

- （一）比色裝置：下列裝置可擇一使用
 1. 分光光度計：使用波長 540 nm，附 1 公分或更長光徑之樣品槽。
 2. 濾光光度計 (Filter photometer)：配備在波長 540 nm 附近具有最大透光率之綠—黃色濾光片，附 1 公分或更長光徑之樣品槽。
- （二）pH 計：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.1 pH 單位。

五、試劑

檢測時使用之試劑除非另有說明，否則至少必須為試藥級。使用之溶液或試劑，可依試藥配製比例製備所需使用體積。

- （一）試劑水：電阻率 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 。

- (二) 六價鉻儲備溶液，50 mg/L：溶解 0.1414 g 之重鉻酸鉀（先於 150 °C 烘乾 2 小時）於試劑水中，定容至 1000 mL，亦可使用濃度經確認之市售儲備溶液。
- (三) 六價鉻標準溶液，5 mg/L：取 10 mL 儲備溶液以試劑水定容至 100 mL。
- (四) 硝酸溶液，10 % (v/v)：取 10 mL 濃硝酸加入適量試劑水中，稀釋至 100 mL。
- (五) 二苯基二胺脲溶液：溶解 250 mg 1,5-二苯基二胺脲 (1,5-Diphenylcarbazide) 於 50 mL 丙酮，儲存於棕色瓶中。當溶液變色時應棄置不用。
- (六) 丙酮：避免使用以金屬或金屬襯墊瓶蓋之容器盛裝，否則應再蒸餾後使用。
- (七) 氫氧化鈉溶液，1 M：溶解 40 g 氫氧化鈉於適量試劑水中，再定容至 1 L。

六、採樣與保存

經溶出程序所得萃出液應儘速分析，貯存於 4 °C ± 2 °C 最長可保存 24 小時。

七、步驟

(一) 檢量線製備

1. 取六價鉻標準溶液，配製至少 5 種不同濃度檢量線標準溶液，其濃度範圍如 0.05 mg/L 至 1.0 mg/L，或其他適當範圍。將標準溶液依七、(二) 步驟呈色後，於 540 nm 測其吸光度。以試劑水作為對照，扣除試劑空白吸光值，以校正後之吸光度對六價鉻濃度製作檢量線，檢量線之線性相關係數應大於或等於 0.995。
2. 檢量線確認：完成檢量線製作後，應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度標準品進行確認，相對誤差值應在 ± 15 % 以內。

(二) 樣品呈色及測定

1. 取已經適當稀釋或原萃出液 95 mL 置於 100 mL 量瓶中，以硝酸溶液調整溶液 pH 值至 2.0 ± 0.5，每個樣品在加入發色劑前，先讀取色度空白吸光度，將測完吸光度之溶液倒回量瓶或重新製

備，續加入 2.0 mL 二苯基二胺脲溶液以試劑水定容至 100 mL 並均勻混合，靜置 5 分鐘至 10 分鐘使完全呈色後，於波長 540 nm 測其吸光度，以試劑水為對照樣品。

2. 樣品吸光度讀值應扣除色度空白吸光度，對照檢量線求得六價鉻濃度。

(三) 驗證

1. 為確認每個樣品是否存在還原條件或化學干擾影響呈色反應，應執行添加樣品分析加以驗證。添加樣品中六價鉻之添加量應為原樣品中濃度之 2 倍，惟不得低於 30 $\mu\text{g/L}$ ，添加回收率在 80 % 至 120 % 間表示無干擾存在。
2. 添加樣品之濃度若超過檢量線範圍，則以空白溶液稀釋，使之落入範圍中，並換算求其濃度值。
3. 若驗證結果顯示抑制性干擾存在，則樣品必須稀釋後再重新分析。
4. 樣品經稀釋後干擾仍存在，則選用螯合萃取或其他方法分析。

- (四) 酸性萃出液其回收率低於 80 % 時，須再測試是否因殘留還原劑所造成。首先將萃出液以 1 M 氫氧化鈉調整至鹼性 (pH 值介於 8.0 至 8.5)，再添加後分析，若原先酸性萃出液測得六價鉻濃度小於 5 mg/L ，而鹼性溶液之回收率在 80 % 至 120 % 間，則表示此分析方法仍可適用。

操作流程如附圖。

八、結果處理

由樣品溶液測得之吸光度，代入檢量線求得六價鉻濃度，再依下式計算萃出液中六價鉻濃度。

$$\text{萃出液中六價鉻濃度 (mg/L)} = A \times F$$

A：檢量線求得之六價鉻濃度 (mg/L)

F：稀釋倍數

九、品質管制

- (一) 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，其相對誤差值

應在 $\pm 15\%$ 以內。

- (二) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (三) 重複樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 20% 以內。
- (四) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次查核樣品分析，其回收率應在 80% 至 120% 範圍內。

十、精密度與準確度

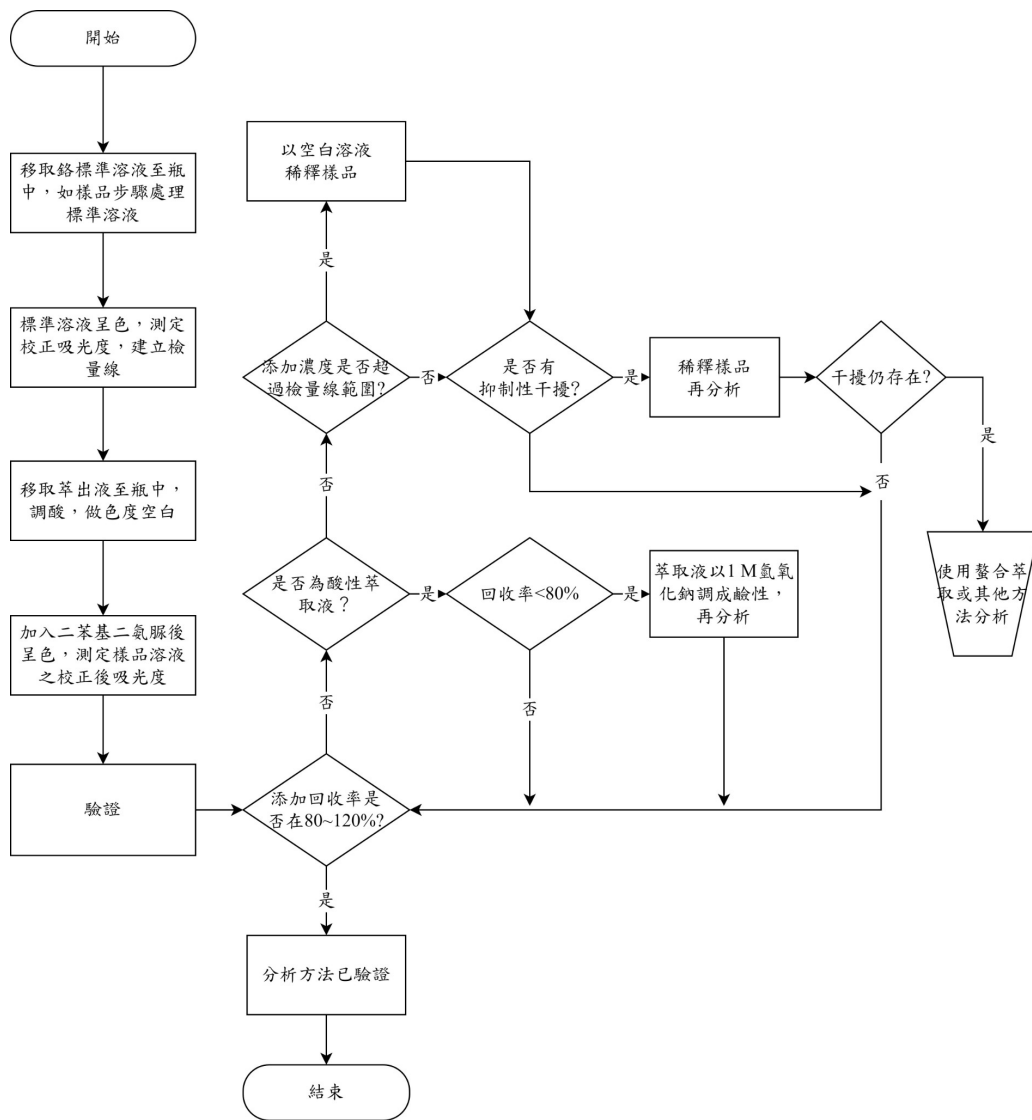
略

十一、參考資料

U.S. EPA. Methods Chromium, Hexavalen (Colorimetric). Method 7196A, 1992.

註 1: 適用之溶出程序如事業廢棄物毒性特性溶出程序 (NIEA R201.1)(註 2)、再生粒料環境用途溶出程序 (NIEA R222.1)、廢棄物資源化建材溶出特性試驗—以擴散試驗測定成塊廢棄物材料中無機溶出成分 (NIEA R217.1)、廢棄物資源化建材溶出特性試驗—無機成分可溶出量測定 (NIEA R218.1)、廢棄物溶出行為檢驗方法—向上流動滲濾試驗法 (NIEA R219.1)、合成降水溶出程序 (NIEA M205.1) 及海洋環境溶出試驗檢測方法 (NIEA R220.2) 等。

註 2: 本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以行政院環境保護署最新公告者為準。



附圖 操作流程圖