

第二章 實驗部份



2-1 實驗器材

- (1) Hitachi Z-2000 火焰式與石墨爐原子吸收光譜 (益弘公司)。
- (2) 5000 μ L、1000 μ L、200 μ L、100 μ L pipette 各一支 (rainin 益弘公司)。
- (3) 電動天秤。
- (4) 二次蒸餾水製造機 (超群科技)。
- (5) Milli-Q (岑祥公司)。
- (6) 1000 ml、500 ml、100 ml 定量瓶。
- (7) pH meter 及電極：機型為 Cyberscan PH 1000
電極為 ORION 8115BN

2-2 實驗藥品

- (1) 65%超純硝酸 (J.T.Baker)。
- (2) 丙酮(J. T. Baker)
- (3) Cu 標準溶液(Merck 台灣默克)
- (4) Co 標準溶液(Merck 台灣默克)
- (5) Cd 標準溶液(Merck 台灣默克)
- (6) Zn 標準溶液(Merck 台灣默克)
- (7) 1643d 標準水樣



2-3 採樣地點

本研究採樣地點位於北緯：25°08'33''，東經：121°32'00''，海拔高度：416.0 公尺，台北市中國文化大學大義館七樓，華岡觀測站所採集。

一般而言，採樣位置設置在四周沒有遮蔽物的大義館頂樓，主要是要避免人為污染與地面揚起塵土造成污染，且不可以採集到由植物或建築物所滴下之雨水。中國文化大學位於陽明山位處市郊，除了上下課時間與花季期間交通工具污染外，無其他明顯工業污染源。



2-4 採樣時間與方法

採樣時間自 2002 年 5 月至 2003 年 9 月，共收集 120 瓶雨水水樣，採樣時間於每日固定在早上八點將所收集雨水樣品到入量杯中並紀錄收集時間、雨水體積、pH 值，若雨量未及 0.1 mm 此樣品被捨棄而不進行分析也不列入此研究中，雨水樣品採集後使用直徑 25mm 孔徑 0.45 μ m 濾紙過濾後分別置入 30ml 之 PE 瓶中，註明日期、編號，並加入 1%硝酸防止水中生物作用，然後放置 4°C 冰箱中冷藏，作為日後雨水重金屬分析之用。

2-5 實驗步驟

(一) 取適當量雨水樣品，分裝在小 PE 杯中依序排列放入儀器樣品槽中待分析用。

(二) 每個金屬元素之原子吸收光譜均需執行適當的背景校正。

(三) 儀器設定

1. 原子吸收光譜儀在測定分析前需先開機預熱半小時。
2. 選擇所需的燈管後，通常需要先讓燈管預熱 15 分鐘。
3. 利用這段時間調整儀器所需設定，將單光器調至正確波長，選擇適當的單光器狹縫寬度，並調整電流。
4. 在測定樣品前必須讓儀器空燒 2-3 次，以清除殘留污染源。
5. 量測一系列待測元素的標準溶液，繪製吸光度對應濃度建立檢量線。

(四) 檢量線的製作與確認

1. 檢量線製備需有一個空白溶液和至少五種不同濃度的檢量線標準溶液，此五種濃度需落在校正曲線直線區域的適當範圍內。
2. 配製標準溶液所使用的酸或酸組合的種類及其濃度應與樣品處理後之結果相同。
3. 先以空白溶液開始，再由低濃度至高濃度吸取標準品溶液，

並記錄其讀值。

4. 重複多次吸取標準溶液與樣品，以確保能得到每一溶液之可信賴的平均讀值。
5. 檢量線必須是線性且相關係數 R 值至少為 0.995 以上。

(五) QC 和 QA 品質管制

在每批樣品中每隔 10 個樣品需放一個空白樣品以及次高濃度之標準溶液並插入 1643d 標準水樣增加數據精確度，若此方法所測得濃度不超過該實驗室之數據品質目標時，則可被接受；若所測得數據差異太大時必須立即停止測定，並找出影響原因。

(六) 結果處理

本研究測定雨水中 Cu、Co、Cd、Zn 四金屬元素。

Cu、Co、Cd 使用石墨式原子吸收光譜儀。

Zn 濃度較高所以使用火焰式原子吸收光譜儀。

表二、表三為各微量金屬元素之測量條件，表四為 1643d 標準水樣元素濃度表。

表二. Hitachi Z-2000 石墨爐原子吸收光譜儀檢測的操作條件

元素 操作條件	Cu	Co	Cd
波長 (nm)	324.8	240.7	228.8
狹縫寬 (nm)	1.3	0.2	1.3
乾燥溫度 (°C)	80~140	80~140	80~140
灰化溫度 (°C)	600	600	300
原子化溫度 (°C)	2400	2400	1500
清除段溫度 (°C)	2500	2500	1800
工作範圍 (ppb)	0~20	0~16	0~2
修飾劑 (μL)	無	無	無

表三. Hitachi Z-2000 火焰式原子吸收光譜儀檢測的操作條件

元素 操作條件	Zn
波長 (nm)	213.9
狹縫寬 (nm)	1.3
燃燒頭	Standard
使用氣體	Air-C ₂ H ₂
工作範圍 (ppm)	0~1

表四. 1643d 標準水樣各元素濃度

濃度 元素	Co	Cu	Cd	Zn
標準值 (ppb)	25.00±0.59	20.5±3.8	6.47±0.37	72.48±0.65
實驗值 (ppb)	25.3	21.8	3.4	72.4
實驗值 (ppb)	24.9	23.5	3.6	72.4
實驗值 (ppb)	25.0	25.4	3.1	72.4
實驗值 (ppb)	25.2	21.8	3.2	71.6
實驗值 (ppb)	25.4	22.8	3.0	71.6
實驗值 (ppb)	25.3	25.2	3.4	73.3
平均值 (ppb)	25.2	23.4	3.3	72.3

註：Cd 元素受到儀器訊號影響，只有標準值的一半。因此利用電流

校正法校正回正常訊號值。