

飲用水處理藥劑次氯酸鈉中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

NIEA D406.42B

一、方法概要

稱取適量之次氯酸鈉，以濃鹽酸調整pH值至小於2後定量之。製備所得之溶液，適用於NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434及NIEA M104檢測其重金屬不純物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑次氯酸鈉中不純物鎘、鉻、鉛、砷及汞之樣品製備。

三、干擾

本樣品製備法鎘、鉻、鉛之檢測採用基質匹配 (Matrix match) 方式執行檢測分析，以降低樣品基質之干擾。

四、設備及材料

- (一) 燒杯：50 mL、500 mL。
- (二) 量瓶：50 mL、500 mL。
- (三) 分析天平：可精稱至0.1 mg。
- (四) 過濾裝置。
- (五) 濾紙：Whatman No.42濾紙或同級品。
- (六) 樣品瓶：塑膠瓶，容量500 mL至1,000 mL。
- (七) pH計或pH試紙（適用範圍pH：0至14）。

五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之去離子水。
- (二) 濃鹽酸：分析試藥級。
- (三) 次氯酸鈉：超純試藥級（如無超純試藥級可改用分析試藥級）。

六、採樣及保存

(一) 採樣步驟

採樣者應依據採樣目的取得有代表性之樣品。

(二) 樣品保存

以經酸洗之塑膠樣品瓶收集次氯酸鈉樣品，應於採樣後28天內完成分析工作。

七、步驟

(一) 檢測鎘、鉻、鉛之樣品製備

- 1、依藥劑中有效氯 (Cl₂) 含量之不同，稱取相當於含有1.25 g 有效氯 (精稱至0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例：若藥劑中含有10% (w/w) 有效氯，稱取12.5 g為樣品)，置於經酸液清洗過之50 mL燒杯內。
- 2、在排煙櫃內以濃鹽酸調整pH值至小於2後，再以試劑水定容至50 mL。
- 3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

(二) 檢測砷及汞之樣品製備

- 1、稱取2 g (精稱至0.1 mg) 藥劑為分析樣品，置於經酸液清洗過之50 mL燒杯內。
- 2、在排煙櫃內以濃鹽酸調整pH值至小於2後，再以試劑水定容至50 mL。
- 3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

(三) 基質空白溶液 (配製檢量線標準溶液用，適用NIEA D431或NIEA M104)

稱取相當於含有有效氯10%的試藥級次氯酸鈉250 g，置於500 mL 燒杯內，緩緩加入濃鹽酸，調整pH值至小於2後，以試劑水定容至500 mL。

註：製作過程應於排煙櫃內進行，因次氯酸鈉加酸會有氯氣產生 (可視需要配戴適當防護裝備)。

(四) 樣品中不純物分析

- 1、鎘、鉻、鉛：七、步驟(一)製備所得樣品依NIEA D431或是感應耦合電漿原子發射光譜法 (NIEA M104) 分析 (適用NIEA M104可加測砷)。添加回收率超過管制範圍時，應改用標準添加法分析。
- 2、砷：取七、步驟(二)製備所得樣品25 mL依NIEA D433分析。
- 3、汞：取七、步驟(二)製備所得樣品25 mL依NIEA D434分析。

八、結果處理

次氯酸鈉藥劑中各種重金屬不純物含量計算，分別依NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434及NIEA M104之結果處理計算。

九、品質管制

品質管制項目分別依NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434及NIEA M104之品質管制規定。

十、精密度及準確度

單一實驗室執行樣品基質添加 (各元素上機前添加濃度 (mg/L) 如下：鎘：0.4、鉻：1.0、鉛：2.5、砷：0.002、汞：0.005) 之精密度及準確度如下表。

元素名稱	方法偵測極限 (mg/kg)	平均添加回收率 (%)，n=10	精密度 (% RSD)	製備液分析方法
鎘	0.03	99.5	3.2	NIEA D431

鉻	0.08	97.7	7.2	NIEA D431
鉛	0.2	98.9	2.7	NIEA D431
砷	0.05	94.6	6.6	NIEA D433
汞	0.025	103.1	4.0	NIEA D434

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑聚氯化鋁中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法，NIEA D417。
- (二) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑製備液中鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅檢測方法－火焰式原子吸收光譜法，NIEA D431。
- (三) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑酸化液中砷檢測方法－氫化砷原子吸收光譜法，NIEA D433。
- (四) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑酸化液中汞檢測方法－冷蒸氣原子吸收光譜法，NIEA D434。
- (五) 行政院環境保護署環境檢驗所，感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA M104。