

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 (Cl_2) 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。