

# 飲用水處理藥劑硫酸鋁中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國95年8月2日環署檢字第0950061473C號公告

自中華民國95年8月15日起實施

NIEA D416.41B

## 一、方法概要

稱取適量之硫酸鋁，以硝酸調整至適當 pH 值，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於已公告之 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D432、NIEA D434 及 NIEA M104 檢測其不純物之含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑硫酸鋁中不純物鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳、硒、砷及汞含量檢測之樣品製備。

## 三、干擾

本樣品製備法鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳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：100 mL、約 1.5 L。
- (二) 量瓶：100 mL、1 L。
- (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：使用玻璃或塑膠瓶，容量 500 mL ~ 1000 mL。
- (七) pH 計或 pH 試紙 (適用範圍 pH：0 - 14)。

## 五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻  $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$  之去離子水。
- (二) 濃硝酸：試藥級。

(三) 硫酸鋁 ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ): 超純試藥級 (如無超純試藥級可改用分析試藥級)。

(四) 硝酸溶液, 0.15 % (v / v): 加 1.5 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水中, 再以試劑水稀釋至 1000 mL。

(五) 硝酸溶液, 10 % (v / v): 加 100 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水中, 再以試劑水稀釋至 1000 mL。

## 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

以樣品瓶收集液態硫酸鋁樣品, 立即以濃硝酸調整 pH 至 2 以下, 應於採樣後 28 天內完成分析工作。

## 七、步驟

### (一) 樣品製備

1. 依藥劑中鋁含量之不同, 稱取相當於含有 1.68 g  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例: 若藥劑中含有 15.3 % (w / w)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 稱取 1.68 g 為樣品; 若藥劑中含有 7.7 % (w / w)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 則稱取 3.36 g 為樣品), 置於經酸液清洗過之 100 mL 燒杯內。

2. 以 10 % (v / v) 硝酸溶液添加至總體積約 80 mL。

3. 溶液中若有殘渣, 以濾紙過濾之。

4. 添加 10 % (v / v) 硝酸溶液至總體積為 100 mL。

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

1. 稱取 33.6 g 的試藥級硫酸鋁, 置於 1.5 L 燒杯內。

2. 加入 0.5 L 的試劑水和 100 mL 濃硝酸。
3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。
4. 加試劑水至總體積為 1000 mL。

(三) 樣品中不純物分析

1. 鎘、鉻、鉛、銀、鐵及錳：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. 硒：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D432 分析。
3. 砷：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D433 分析。
4. 汞：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D434 分析。

八、結果處理

硫酸鋁藥劑中各種重金屬不純物之含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D432、NIEA D434 及 NIEA M104 之結果處理計算之。

九、品質管制

品質管制項目，分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D432、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(各元素添加濃度(mg/L)如下：  
鎘：0.4、鉻：1.0、鉛：2.5、鐵：2.0、錳：1.0、汞：0.005、砷：  
0.002)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=3	精密度 (% RSD)	製備液分析方法

鎘	0.12	100.5	2.0	NIEA D431
鉻	0.30	100.2	9.2	NIEA D431
鉛	0.74	99.5	1.9	NIEA D431
鐵	0.60	103.5	1.2	NIEA D431
錳	0.29	97.1	7.6	NIEA D431
砷	0.05	91.2	5.3	NIEA D433
汞	0.025	103.1	6.6	NIEA D434

#### 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，「飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證」期末報告，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，1997。
- (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硒檢測方法－氫化硒原子吸收光譜法，NIEA D432。
- (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砷檢測方法－氫化砷原子吸收光譜法，NIEA D433。
- (五) 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。
- (六) 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。