

飲用水處理藥劑氯化鐵中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國 96 年 6 月 22 日環署檢字第 0960046607C 號公告

自中華民國96年10月15日起實施

NIEA D401.42B

一、方法概要

稱取適量氯化鐵，先以濃鹽酸和稀硝酸調整 pH 值，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於 NIEA D431、NIEA D432、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氯化鐵中不純物鎘、鉻、鉛、銀、硒、砷及汞含量檢測之樣品製備。

三、干擾

以本方法製備所得之樣品，執行不純物分析時，檢量線溶液須與樣品溶液採用基質匹配（Matrix match）方式檢測分析，以降低樣品基質干擾。

四、設備

- （一）燒杯：100 mL、1.5 L。
- （二）量瓶：100 mL。
- （三）分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- （四）過濾裝置。
- （五）濾紙：Whatman No.42 或同級品。
- （六）樣品瓶：使用玻璃或塑膠瓶，容量 500 mL 至 1,000 mL。
- （七）烘箱：循環送風式烘箱，附排氣設備且可設定 $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ 者。
- （八）蒸發皿：瓷製，容積 50 mL。

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：試藥級。
- (三) 濃硝酸：試藥級。
- (四) 氯化鐵 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)：試藥級。
- (五) 硝酸溶液，0.15% (v/v)：加 1.5 mL 濃硝酸於 1,000 mL 試劑水中。
- (六) 濃氨水：試藥級。
- (七) pH 計或 pH 試紙 (適用範圍 pH：0 至 14)。

六、採樣與保存

(一) 採樣步驟

採樣者應依據採樣目的選擇最適當的採樣點及採樣時間，以取得有代表性之樣品。

(二) 樣品保存

液態氯化鐵樣品以樣品瓶收集；固態樣品先磨成粉末，混合均勻後，使用氣密之玻璃容器儲存。應於採樣後 28 天內完成分析工作。

七、步驟

(一) 檢測鎘、鉻、鉛及銀之樣品製備

- 1、依樣品中鐵含量換算稱取相當於 0.6 g 氯化鐵 (精稱至 0.1 mg) 的樣品 (例：樣品含 10% (w/w) FeCl_3 稱取 6 g 樣品，樣品含 12% (w/w) FeCl_3 稱取 5 g 樣品)，置於經酸液清洗過之 100 mL 燒杯內。
- 2、加入 25 mL 濃鹽酸後以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液添加至總體積為 100 mL。
- 3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

4、鉻分析時每 100 mL 溶液添加 1 mL 濃氨水。

(二) 檢測硒、砷及汞之樣品製備

1、依樣品中鐵含量換算稱取相當於 0.06 g 氯化鐵(精稱至 0.1 mg) 的樣品(例：樣品含 10 % (w/w) FeCl_3 稱取 0.6 g 樣品，樣品含 12 % (w/w) FeCl_3 稱取 0.5 g 樣品)，置於經酸液清洗過之 100 mL 燒杯內。

2、加入 25 mL 濃鹽酸後以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液添加至總體積為 100 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)

1、稱取 20 g 的試藥級氯化鐵($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，置於 1.5 L 燒杯內。

2、加入 500 mL 的濃鹽酸及 500 mL 之 0.15% (v/v) 硝酸溶液。

3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

(四) 樣品中不純物分析

1、鎘、鉻、鉛及銀：七、步驟(一)製備所得樣品依 NIEA D431 或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：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D432 分析。

3、砷：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D433 分析。

4、汞：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D434 分析。

八、結果處理

氯化鐵藥劑中各種重金屬不純物含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA

D432、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 D432、NIEA D433、NIEA D434 及 NIEA M104 之品質管制規定。

十、精密度及準確度

單一實驗室方法驗證結果下表：

元素名稱	方法偵測極限 (mg/kg)	添加回收率 ^a (%)	精密度 ^a (%)
鎘	0.11	103± 5	2.5
鉻	0.60	111±10	4.7
鉛	1.9	103± 4	1.8
銀	0.19	86±19	11.1
硒	0.088	87± 3	2.0
砷	0.080	112± 3	1.1
汞	0.072	112± 9	3.9

a：添加濃度為砷 0.4 mg/kg、硒 0.8 mg/kg、汞 8.0 mg/kg、鎘 10.0 mg/kg、鉻 20.0 mg/kg、鉛及銀 40.0 mg/kg，分析 5 次之結果。

註：本表中添加回收率為 ± 2 SD、精密度為 1 SD。

十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署環境檢驗所，1997，「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，台北。

(二) 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，行政院環境保護署公報，台北。

(三) 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，行政院環境保護署公報，台北。

(四) 飲用水處理藥劑製備液中砷檢測方法－氫化砷原子吸收光譜法，
NIEA D433，行政院環境保護署公報，台北。

(五) 飲用水處理藥劑製備液中汞檢測方法－冷蒸氣原子吸收光譜法，
NIEA D434，行政院環境保護署公報，台北。

(六) 廢棄物含水份測定方法－間接測定法，NIEA R203，行政院環境保
護署公報，台北。