

飲用水處理藥劑氫氧化鈣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0950061473A號公告
自中華民國95年8月15日起實施
NIEA D409.42B

一、方法概要

稱取適量的氫氧化鈣，經磨碎後溶於試劑水，加熱攪拌後冷卻至室溫，以鹽酸調整 pH 值，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於NIEA D431、NIEA 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氫氧化鈣中不純物鎘、鉻、鉛、硒、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、設備與材料

- (一) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (二) 非金屬製搗碎機或研鉢。
- (三) 標準篩網：100 mesh。
- (四) 加熱板：附攪拌器。
- (五) 燒杯：100 mL、約 1 L
- (六) 量瓶：50 mL、1 L。
- (七) 過濾裝置。
- (八) 濾紙：Whatman No.42 濾紙或同級品。
- (九) 樣品瓶：使用塑膠瓶，容量500 mL~1000 mL。
- (十) 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) 濃鹽酸：分析試藥級。
- (三) 氫氧化鈣：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

以樣品瓶收集氫氧化鈣樣品，並儘速放入防潮容器中，應於採樣後28天內完成分析工作。

七、步驟

(一) 檢測鎘、鉻、鉛、汞、砷之樣品製備（適用NIEA D431 D433、D434或適用M104可加測砷）

- 1、100 mL 燒杯中置入 5 mL 試劑水，於加熱板上加熱，使水溫上升至大約 60°C 。
- 2、依藥劑中氫氧化鈣含量之不同，稱取相當於含有 1.5 g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ （精稱至 0.1 mg）之藥劑為分析樣品（例：若藥劑中含有 85%（W/W） $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 稱取 1.765 g 為樣品），緩緩攪拌並加入（必要時可將燒杯從加熱板上移開，使溶液不至濺出）。
- 3、成為糊狀溶液後，將燒杯從加熱板上移開，緩緩並同時攪拌加入 25 mL 溫度 80°C 之試劑水。
- 4、冷卻至室溫，加入 12.5 mL 濃鹽酸。
- 5、添加試劑水至總體積為 50 mL。
- 6、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

(二) 檢測硒之樣品製備 (適用NIEA D432)

1. 100 mL 燒杯中置入 5 mL 試劑水，於加熱板上加熱，使水溫上升至大約 60°C。
2. 依藥劑中氫氧化鈣含量之不同，稱取相當於含有 0.15 g Ca(OH)₂ (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例：若藥劑中含有 85% (W/W) Ca(OH)₂稱取 0.1765 g 為樣品)，緩緩攪拌並加入 (必要時可將燒杯從加熱板上移開，使溶液不至濺出)。
3. 成為糊狀溶液後，將燒杯從加熱板上移開，緩緩並同時攪拌加入25 mL 溫度 80°C 之試劑水。
4. 冷卻至室溫，加入12.5 mL 濃鹽酸。
5. 添加試劑水至總體積為 50 mL。
6. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

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

1. 1 L 燒杯中置入 200 mL 試劑水，於加熱板上加熱，使水溫上升至大約 60°C。
2. 緩緩並同時攪拌加入 60 g 的超純試藥級氫氧化鈣(必要時可將燒杯從加熱板上移開，使溶液不至濺出)。
3. 成為糊狀溶液後，將燒杯從加熱板上移開，緩緩並同時攪拌加入 300 mL 溫度 80°C 之試劑水。
4. 冷卻至室溫，加入 500 mL 濃鹽酸。
5. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾，再以試劑水清洗濾紙。
6. 加試劑水至總體積為 1 L。

(四) 樣品中不純物分析

1. 鎘、鉻、及鉛：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。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(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D433 分析。

3. 汞：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D434 分析。

4. 硒：取七、步驟(二)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D432 分析。

八、結果處理

氫氧化鈣藥劑中各種重金屬不純物之含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434、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 D432、NIEA D433、NIEA D434、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：4.0、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 (%) n=2	精密度 (%RPD)	製備液分析方法
鎘	0.18	101.7	1.6	<u>NIEA D431</u>
鉻	0.37	100.1	0.4	<u>NIEA D431</u>
鉛	1.7	98.4	2.1	<u>NIEA D431</u>
砷	0.13	95.3	4.3	<u>NIEA D433</u>
汞	0.04	102.3	3.9	<u>NIEA D434</u>

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，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，1997。
- (三) 環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑酸化過濾液中鎘、鉻、鉛及銀檢測方法 - 火焰式原子吸收光譜法，NIEA D431。
- (四) 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。
- (五) 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 - 連續式氫化砷原子吸收光譜法，NIEA D433。
- (六) 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 - 連續式冷蒸氣無焰式原子吸收光譜法，NIEA D434
- (七) 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。

註1：本檢驗相關之廢液，依一般無機廢液處理。