

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

中華民國95年8月2日環署檢字第0950061473D號公告

自中華民國95年8月15日起實施

NIEA D417.42B

一、方法概要

稱取適量之聚氯化鋁，添加稀硝酸及氯化鈉 - 鹽酸羥胺溶液，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於 NIEA D431、NIEA D433、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聚氯化鋁中不純物鎘、鉻、鉛、鐵、錳、砷、銅及汞之樣品製備。

三、干擾

本樣品製備法鎘、鉻、鉛、鐵、錳、銅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、100 mL、約 1.5 L。
- (二) 量瓶：50 mL、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) 廣口聚乙烯瓶：1 L。

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：分析試藥級。
- (三) 氯化鈉：分析試藥級。

- (四) 鹽酸羥胺 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) : 分析試藥級。
- (五) 氯化鋁 ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) : 超純試藥級 (如無超純試藥級可改用分析試藥級)。
- (六) 硝酸溶液 : 0.15% (V/V) , 試藥級。
- (七) 氯化鈉-鹽酸羥胺溶液 : 溶解 12 g 氯化鈉與 12 g 鹽酸羥胺 ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 於試劑水中 , 並定量至 100 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 1 L 廣口聚乙烯瓶收集聚氯化鋁樣品 , 應於採樣後 28 天內完成分析工作。

七、步驟

(一) 檢測鎘、鉻、鉛、鐵、錳及銅之樣品製備 (適用NIEA D431分析或適用NIEA M104可加測砷)

1. 依藥劑中鋁含量之不同 , 稱取相當於含有 0.99 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例 : 若藥劑中含有 10.5% (W/W) Al_2O_3 稱取 2 g 為樣品 ; 若藥劑中含有 5.3% (W/W) Al_2O_3 則稱取 4 g 為樣品) , 置於經酸液清洗過之 100 mL 燒杯內。
2. 以 0.15% (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 2 mL 試藥 (七) 的氯化鈉-鹽酸羥胺溶液 , 再添加 0.15% (V/V) 硝酸溶液至總體積為 100 mL。

(二) 檢測砷及汞之樣品製備 (適用NIEA D433及NIEA D434分析)

1. 稱取 2 g (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品，置於經酸液清洗過之 50 mL 燒杯內。
2. 添加 0.15% (V/V) 硝酸溶液至總體積為 50 mL。
3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

(三) 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 19.8 g 的試藥級氯化鋁置於 1.5 L 燒杯內。
2. 加入 0.5 L 的試劑水和 1.5 mL 濃硝酸。
3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾，並以試劑水清洗濾紙。
4. 添加 40 mL 試藥 (七) 的氯化鈉-鹽酸羥胺溶液，再加試劑水至總體積為 1 L。

(四) 樣品中不純物分析

1. 鎘、鉻、鉛、鐵、錳及銅 (使用NIEA M104可加測砷)：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(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

聚氯化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 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 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如下表。

元素名稱	模擬標準品參考濃度* (mg/kg)	添加回收(%) n=3	精密度 (% RSD)	製備液分析方法
鎘	14.0	101.3	1.8	NIEA D431
	10.0	99.2	0.7	NIEA M104
鉻	70.0	103.1	0.4	NIEA D431
	125	97.5	0.4	NIEA M104
鉛	70.0	99.3	2.0	NIEA D431
	125	97.5	0.5	NIEA M104
鐵	100	99.2	3.8	NIEA D431
	125	97.8	0.8	NIEA M104
錳	25.0	98.2	3.9	NIEA D431
	50.0	97.4	0.8	NIEA M104
砷	70.0	95.1	4.6	NIEA D433
	20.0	99.5	1.2	NIEA M104
銅	125	99.2	0.6	NIEA D431
	125	97.3	0.5	NIEA M104
汞	3.0	96.6	6.1	NIEA D434

*註：模擬標準品係以 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 配製。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑多元氯化鋁中主成分鋁和不純物鎘、鉻、鉛、砷及汞含量檢測方法開發與驗

證，EPA - 87 - 1302 - 03 - 03，1998。

- (二) 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) 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。
- (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。