

飲用水處理藥劑聚矽酸鐵中不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國99年6月30日環署檢字第0990059096號公告

自中華民國 99 年 7 月 10 日起實施

NIEA D419.50B

一、方法概要

樣品以稀硝酸稀釋，製備所得之溶液，適用於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）、飲用水處理藥劑製備液中硒檢測方法－氫化硒原子吸收光譜法（NIEA D432）、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）、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）、感應耦合電漿原子發射光譜法（NIEA M104）及感應耦合電漿質譜儀法（NIEA M105）檢測其鎘、鉻、鉛、銅、硒、砷不純物含量；另秤取適量聚矽酸鐵，以試劑水適當稀釋，製備所得溶液，適用於水中氰化物檢測方法－分光光度計法（NIEA W410）檢測其氰鹽不純物含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑聚矽酸鐵中鎘、鉻、鉛、銅、硒、砷、汞及氰鹽（註1）不純物含量檢測之樣品製備。

三、干擾

樣品中不純物之檢測項目不同而有不同之樣品製備法及適用方法，詳細之干擾資料參見各檢測方法。

四、設備及材料

- （一）燒杯。
- （二）定量瓶。
- （三）分析天平：可精秤至 0.01 g 及 0.1 mg 者。
- （四）過濾裝置。
- （五）濾紙：Whatman No.42 或同級品。

五、試劑

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

- (三) 濃鹽酸：試藥級。
- (四) 濃氨水：試藥級。
- (五) 硝酸溶液，1% (v/v)：加 10 mL 濃硝酸於 1,000 mL 試劑水中。
- (六) 硝酸溶液，0.15% (v/v)：加 1.5 mL 濃硝酸於 1,000 mL 試劑水中。
- (七) 氫氧化鈉：試藥級。
- (八) 氯化鐵 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)：試藥級。
- (九) 偏矽酸鈉 ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)：試藥級。
- (十) 基質空白溶液：配製檢量線標準溶液用，適用 NIEA D431 或 NIEA M104。

1. 依樣品中矽與鐵之莫耳比換算秤取偏矽酸鈉 (例：樣品中二氧化矽與鐵之莫耳比為 0.25 時，秤取 5.3 g 偏矽酸鈉，樣品中二氧化矽與鐵之莫耳比為 0.75 時，秤取 15.8 g 偏矽酸鈉) (註 2)，置於 1 L 定量瓶，以約 400 mL 之 0.15% (v/v) 硝酸溶液溶解。加入 20 g 氯化鐵，攪拌溶解後以 0.15% (v/v) 硝酸溶液定容至標線。

2. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

六、採樣與保存

以不含待測物之塑膠瓶收集約 500 mL 聚矽酸鐵樣品，冷藏於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ ，氟鹽可保存 14 天，其餘項目可保存 28 天。

七、步驟

依檢測項目及使用儀器之不同，選擇適當之樣品製備方式。

- (一) 檢測鎘、鉻、鉛、銅、砷及硒之樣品製備 (使用感應耦合電漿質譜儀)

1. 取 0.5 mL (精秤至 0.1 mg) 之樣品，以 1% (v/v) 硝酸溶液定容至 250 mL。

2. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

- (二) 檢測鎘、鉻、鉛、銅之樣品製備 (使用火焰式原子吸收光譜儀或感應耦合電漿原子發射光譜儀，若使用感應耦合電漿原子發射光譜儀可加測砷及硒)

1. 依樣品中鐵含量換算秤取相當於 0.2 g 鐵 (精秤至 0.1 mg) 之樣

品(例:樣品含 4 % (w/w) Fe 秤取 5 g 樣品,樣品含 2.5 % (w/w) Fe 秤取 8 g 樣品),以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液定容至 100 mL。

2.溶液中若有殘渣,以濾紙過濾。

3.使用火焰式原子吸收光譜儀或感應耦合電漿發射光譜儀時,需採用基質匹配 (Matrix match) 方式執行,故配製檢量線時需使用基質空白溶液 (試劑 (+))。

4.若使用火焰式原子吸收光譜儀分析鉻時,每 100 mL 溶液添加 1 mL 濃鹽酸及 1 mL 濃氨水。

(三) 檢測硒、砷及汞之樣品製備 (使用氫化物或冷蒸氣原子吸收光譜儀)

1.依樣品中鐵含量換算秤取相當於 0.02 g 鐵 (精秤至 0.1 mg) 之樣品 (例:樣品含 4 % (w/w) Fe 秤取 0.5 g 樣品,樣品含 2.5 % (w/w) Fe 秤取 0.8 g 樣品),以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液定容至 100 mL。

2.溶液中若有殘渣,以濾紙過濾。

(四) 檢測氰鹽之樣品製備

取 100 mL (精秤至 0.01 g) 之樣品,以試劑水定容至 500 mL。

(五) 樣品製備液分析

1.七、(一) 製備所得樣品依 NIEA M105 分析。

2.七、(二) 製備所得樣品依 NIEA D431 或 NIEA M104 分析 (適用 NIEA M104 可加測砷及硒)。

3.硒:七、(三) 製備所得樣品依 NIEA D432 分析。

4.砷:七、(三) 製備所得樣品依 NIEA D433 分析。

5.汞:七、(三) 製備所得樣品依 NIEA D434 分析。

6.氰鹽:七、(四) 製備所得樣品依 NIEA W410 分析。

八、結果處理

(一) 樣品中鎘、鉻、鉛、銅、硒、砷及汞含量計算,依 NIEA D431、D432、D433 及 D434 之結果處理計算;使用 NIEA M104 及 M105 時參考 NIEA D431 之公式計算。

(二) 樣品中氰鹽含量計算,依 NIEA W410 分析檢量線求得之氰化物濃度 (mg/L) 依下式計算。

$$\text{聚矽酸鐵中氰鹽含量 (mg/kg)} = C \times \frac{V_1}{W} \times \frac{V_3}{V_2}$$

其中

C：檢量線求得之氰化物濃度 (mg/L)。

W：樣品重 (g)

V₁：製備液前處理後吸收液之最終定容體積 (mL)。

V₂：呈色反應時取用之已稀釋吸收液體積 (mL)。

V₃：呈色反應時反應溶液之最終定容體積 (mL)。

九、品質管制

品質管制項目分別依 NIEA M104、NIEA M105、NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434 及 NIEA W410 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之精密度及準確度如表。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，感應耦合電漿質譜儀法，NIEA M105。
- (二) 行政院環境保護署，感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA M104。
- (三) 行政院環境保護署，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，飲用水處理藥劑製備液中硒檢測方法－氫化硒原子吸收光譜法，NIEA D432。
- (五) 行政院環境保護署，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。
- (六) 行政院環境保護署，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。
- (七) 行政院環境保護署，水中氰化物檢測方法－分光光度計法，NIEA W410。
- (八) 行政院環境保護署，飲用水處理藥劑次氯酸鈉中不純物含量檢測之樣品製備法，NIEA D406。

(九) 行政院環境保護署，總氰化物與可氯化處理之氰化物檢測方法，NIEA R407。

註 1：聚矽酸鐵處理藥劑中不純物如需檢測氯仿時，適用「原物料及產品中揮發性有機物檢測方法－平衡狀態頂空進樣氣相層析質譜儀法(NIEA M735)」。

註 2：本檢測採用基質匹配方式執行時，須瞭解樣品中鐵矽之含量以供基質空白溶液配製。市售商品常以聚合後二氧化矽與鐵之莫耳比(SiO_2/Fe)表示，例如莫耳比為 0.25 時，鐵含 4% 二氧化矽約含 1.1%；莫耳比為 0.75 時，鐵含 2.5% 二氧化矽約含 2.0%。如商品非以此方式表示時，檢驗室應另行以適當方式，求得樣品中鐵矽之含量。

表 單一實驗室執行樣品基質添加之精密度及準確度

檢測項目	添加濃度 (mg/L)	平均添加回收率 (%)	精密度 (%RSD)	製備液 分析方法
鎘	0.010	98.0	1.1	NIEA M105
鉻	0.010	97.8	2.1	NIEA M105
鉛	0.010	102.3	0.7	NIEA M105
銅	0.01	100.6	1.2	NIEA M105
砷	0.010	100.2	1.0	NIEA M105
硒	0.010	96.0	2.9	NIEA M105
鎘	0.4	104.0	2.5	NIEA M104
鉻	1	100.4	2.1	NIEA M104
鉛	2.5	99.1	2.2	NIEA M104
銅	2.5	100.4	1.8	NIEA M104
砷	2.5	97.3	2.6	NIEA M104
硒	2.5	94.8	1.4	NIEA M104
鎘	0.4	105.8	0.5	NIEA D431
鉻	1	101.0	1.2	NIEA D431
鉛	2.5	100.1	1.7	NIEA D431
銅	2.5	99.6	1.5	NIEA D431
硒	0.003	103.5	2.6	NIEA D432
砷	0.0025	102.5	0.8	NIEA D433
汞	0.0025	107.7	0.6	NIEA D434
氰鹽	1.0	100.7	0.3	NIEA W410

註 1. 氰鹽 n=3，其餘項目 n=7。

2. 本樣品分子式為 $\text{Fe}_m(\text{SiO}_2)_n$ ，鐵含量為 4%，二氧化矽與鐵之莫耳比為 0.25。