

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103年6月18日環署檢字第1030049741號公告

自中華民國103年9月15日生效

NIEA D409.43B

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

本樣品中重金屬（鎘、鉻、鉛）之檢測須採用基質匹配（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 或其他體積。
- （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：塑膠瓶。
- （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：分析試藥級。

六、採樣及保存

(一) 採樣步驟

採樣者依據採樣目的選擇最適當的採樣點及採樣時間，以塑膠製採樣器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，保存期限 28 天。

七、步驟

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

- 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），緩緩攪拌並加入上述試劑水中（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 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (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 0.1765 g 為樣品)，緩緩攪拌並加入上述試劑水中(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) 基質空白溶液之製備(檢量線標準溶液配製用，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 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) (註1) 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添加之精密度及準確度如下表。

元素名稱	方法偵測極限 (mg/kg)	添加濃度 (mg/L)	平均添加 回收率 (%) n=2	精密度 (%RPD)	製備液分析 方法
鎘	0.18	0.4	101.7	1.6	NIEA D431
鉻	0.37	4.0	100.1	0.4	NIEA D431
鉛	1.7	2.5	98.4	2.1	NIEA D431
砷	0.13	0.002	95.3	4.3	NIEA D433
汞	0.04	0.005	102.3	3.9	NIEA D434

十一、參考資料

行政院環境保護署，飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，中華民國86年。

註1：使用 NIEA M104 分析可加測砷。

註2：本檢驗相關之廢液，依一般無機廢液處理。