

飲用水處理藥劑氫氧化鈉中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國 101 年 1 月 19 日環署檢字第 1010007303 號公告

自中華民國101年5月15日生效

NIEA D414.43B

一、方法概要

稱取適量之飲用水處理藥劑氫氧化鈉溶於試劑水中，並以濃鹽酸或濃硝酸調整 pH 值至小於 2，再以 0.15% 硝酸溶液定容至 50 mL 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氫氧化鈉中重金屬不純物鎘、鉻、鉛、硒、砷及汞含量檢測之樣品製備。

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、設備及材料

- (一) 燒杯。
- (二) 定量瓶。
- (三) 分析天平：可精稱至 0.1 mg 者。
- (四) pH 計或 pH 試紙 (適用範圍 pH：0~14)。
- (五) 過濾裝置。
- (六) 濾紙：Whatman No.42 或同級品。

五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 。
- (二) 濃鹽酸：分析試藥級 (分析汞時用低汞濃鹽酸或超純濃鹽酸)。
- (三) 濃硝酸：分析試藥級 (分析試藥級低汞濃硝酸或超純濃硝酸)。
- (四) 硝酸溶液，0.15% (v/v)：加 1.5 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水

中，再以試劑水稀釋至 1 L。

(五) 氫氧化鈉 (NaOH)：分析試藥級。

六、採樣及保存

以 1 L 廣口聚乙烯瓶收集氫氧化鈉樣品，冷藏於 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，並於採樣後 28 天內完成分析工作。

七、步驟

(一) 樣品製備

1. 依藥劑中氫氧化鈉含量之不同，稱取相當於含有 1.0 g NaOH (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例：若藥劑中含有 40% (w/w) NaOH 稱取 2.5 g 樣品；若藥劑中含有 33% (w/w) NaOH 則稱取 3.03 g 樣品)，置於經酸液清洗過之燒杯中，加 30 mL 試劑水使樣品均勻溶解 (加入過程中可能會有熱產生，必要時需用水浴使其降溫)。
2. 將溶液置於排煙櫃內，若以 NIEA D431 或 NIEA M104 方法分析時以濃硝酸調整；若以 NIEA D432、NIEA D433 或 NIEA D434 方法分析時則以濃鹽酸調整，調整 pH 值至小於 2。
3. 以 0.15 % 硝酸溶液定容至 50 mL。
4. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

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

1. 1 L 燒杯中置入 40 g 的氫氧化鈉 (NaOH)，加 400 mL 試劑水使樣品均勻溶解 (加入過程中可能會有熱產生，必要時需用水浴使其降溫)。
2. 在排煙櫃內加入 200 mL 濃硝酸調整溶液之 pH 值至小於 2。
3. 以 0.15 % 硝酸溶液定容至 1 L。
4. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

(三) 樣品製備液分析

1. 鎘、鉻及鉛：七、(一) 製備所得樣品依 NIEA D431 或 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：七、(一) 製備所得樣品依 NIEA D433 分析或 NIEA M104 分析。若使用 NIEA M104 分析時添加回收率超過管制範圍時，應改用標準添加法分析。
3. 汞：七、(一) 製備所得樣品依 NIEA D434 分析。
4. 硒：七、(一) 製備所得樣品依 NIEA D432 分析。

八、結果處理

氫氧化鈉藥劑中重金屬不純物之含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434 或 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 及 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結果如表一所列。

十一、參考資料

- (一) 飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，1997。
- (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 D431.13B。
- (三) 飲用水處理藥劑製備液中硒檢測方法—氫化物原子吸收光譜法，NIEA D432.11B。

(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 D433.11B。

(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 D434.11B。

(六) 感應耦合電漿原子發射光譜法，NIEA M104.01C。

註1：本檢驗相關之廢液，依一般無機廢液處理。

表一 單一實驗室執行基質添加樣品分析結果

元素名稱	方法偵測極限(mg/kg)	平均添加回收率(%) n=8	精密度(%RSD)	製備液分析方法
鎘	0.16	103.4	4.8	NIEA D431
鉻	0.4	96.7	3.9	NIEA D431
鉛	1.0	101.2	2.3	NIEA D431
砷	0.1	94.1	3.1	NIEA D433
汞	0.025	97.0	4.3	NIEA D434

各元素添加濃度 (mg/L)：鎘：0.4、鉻：4.0、鉛：2.5、砷：0.002、汞：0.005