



飲用水處理藥劑－氧化鈣中不純物鎘、鉻、鉛、銀、硒、砷及氟化物含量檢測方法

中華民國83年1月28日（83）環署檢字第00524號公告
NIEA D407.40A



一、方法概要

稱取適量的氧化鈣，經磨碎後溶於試劑水，加熱後過濾之，以硝酸調整pH值在1.8至2.0，另以稀硝酸稀釋。製備所得之樣品，以原子吸收光譜法檢測鎘、鉻、鉛及銀之含量，以硒化氫原子吸收光譜法檢測硒之含量，以分光光度計／SDDC法檢測砷之含量，以電極法檢測氟化物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑氧化鈣中不純物鎘、鉻、鉛、銀、硒、砷及氟化物之含量檢測。

三、干擾

參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)、(六)及(七)。

四、設備

- (一) 天平：可精稱至0.1mg。
- (二) 非金屬製搗碎機或玻璃臼。
- (三) 標準篩網：100mesh，6mesh，10mm。
- (四) 吸量管：5mL。
- (五) 加熱板。
- (六) 燒杯：150及400mL。
- (七) 真空過濾器。
- (八) 玻璃纖維濾紙：孔徑為1.2 μ m，如WhatmanGF/C或同級品。
- (九) 滴管：25mL。
- (十) 不透氣防潮玻璃容器
- (十一) 定量瓶：1L。
- (十二) 蒸餾設備。
- (十三) 採樣管：直徑13mm及25mm以上之採樣管。
- (十四) pH計：在25°C之溫度下，準確度為 ± 0.05 單位。
- (十五) 其他設備詳見十一、參考資料(三)、(四)、(五)、(六)及(七)。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。
- (二) 硝酸溶液（1+4）。
- (三) 濃硫酸溶液：分析級試藥。

- (四) 硫酸銀：分析級試藥。
- (五) 硝酸溶液，0.15%：於裝有約990mL試劑水之1L量瓶中加入1.5mL濃硝酸，再以試劑水稀釋至1L。
- (六) 其他試劑詳見十一、參考資料(三)、(四)、(五)、(六)及(七)。

六、採樣及保存

(一) 採樣步驟

1. 袋裝之氧化鈣，採樣袋數至少應為全部袋數的百分之二（任何破掉的包裝均不得進行採樣）。對袋裝的粉末狀樣品，可採用直徑13mm以上之採樣管進行採樣，採樣管由側面插入，以採取袋內整個寬度之樣品。由整個包裝長度之等距離點，採三個樣品。
2. 如果以輸送帶或升降機運送，則可用機械式採樣設備進行採樣。需注意採樣時間和地點，以取得有代表性之樣品。
3. 對卡車上成堆之樣品，應於表面等距離點採取，至少應選八個採樣點。於卡車上採樣時，應於採樣點表面下，且樣品堆積高度之1/2處，進行採樣。
4. 大量已分樣好的樣品，可用直徑25mm以上之採樣管進行採樣。至少應於五個不同點採樣，以確保樣品之代表性；一般1.52m長之採樣管應可適用。
5. 採樣者應依據採樣目的之不同而判斷選擇最適當的採樣點及採樣時間，以取得有代表性之樣品。為減少與空氣接觸的機會，樣品應儘速放入不透氣防潮之容器內。

(二) 樣品分配及保存

1. 從總樣品中至少稱取14.4kg之樣品，混合均勻並分成四等份。如果對溶解度有異議而進行試驗：一份3.6kg樣品要磨成能通過10mm篩網，混合均勻並分成四等份；如果不進行溶解度試驗，將3.6kg樣品磨成能通過6mesh之篩網，混合均勻並分成四等份。
2. 四份0.9kg的樣品應密封於不透氣的防潮玻璃容器內。取其中一份樣品儘速試驗，其他三份則依規定保留下來，以供日後需要時使用。

七、步驟

(一) 製備樣品

1. 樣品先依參考資料(三)之方法，求得樣品含水率。若已確定含水率則直接進行步驟七、(一)2。
2. 稱取約0.9kg混合均勻之樣品，以非金屬的搗碎機或玻璃臼磨碎，使樣品可通過6mesh標準篩網，將樣品混合均勻後，裝入不透氣的防潮玻璃容器內。再取約50g壓碎的氧化鈣，磨至更細，使樣品可通過100mesh之標準篩網。樣品混合均勻後，立刻放入不透氣的防潮玻璃容器內保存。
3. 用吸量管吸取4mL試劑水於150mL的燒杯中，然後將燒杯置於加熱板上，使水溫上升至大約60°C，加入1g（精稱至0.1mg）的氧化鈣，並慢慢攪拌（必要的話，可將燒杯從加熱板上移開，使溶液不至濺出）。
4. 樣品全部成為糊狀後，將燒杯從加熱板上移開，一邊攪拌一邊慢慢地加入50mL80°C試劑水至燒杯中。
5. 將燒杯置於室溫下冷卻後，在真空狀態下，用玻璃纖維濾紙將溶液過濾至另一個150mL的燒杯中。
6. 使用25mL的滴管將硝酸（1+4）滴入溶液中，調整pH值在1.8至2.0，使其維持五分鐘，再將此溶液倒入1L定量瓶，用0.15%硝酸稀釋此溶液至1L。
7. 空白試劑以相同步驟操作。

(二) 製備檢測氟化物之樣品

- 1.稱取10g（精稱至0.1mg）混合均勻之樣品置於400mL燒杯中，小心地加入250mL試劑水使樣品慢慢地再吸水。
- 2.另取1L蒸餾瓶，加入400mL試劑水後，再小心地加入200mL濃硫酸，輕輕地搖動，使其混合均勻。
- 3.加25至35粒玻璃沸石至蒸餾瓶，開始慢慢地加熱使溫度上升至180°C後（註：在蒸餾過程中，要特別注意安全），除去餾出物，再將此酸性混合物冷卻。
- 4.小心地將七(二)1.處理後之樣品定量地移入蒸餾瓶中，視需要加入試劑水，直至此混合液達300±5 mL。
- 5.若懷疑樣品中含有氯化物，可加入硫酸銀去除干擾；添加量為每1mg氯化物添加5mg硫酸銀。
- 6.空白試劑以相同步驟操作。

（三）分析樣品之不純物

- 1.鎘、鉻、鉛及銀：七、(一)製備所得樣品依十一、參考資料(四)分析。
- 2.硒：七、(一)製備所得樣品依十一、參考資料(五)分析。
- 3.砷：七、(一)製備所得樣品依十一、參考資料(六)分析。
- 4.氟化物：七、(二)製備所得樣品蒸餾使溫度再上升至180°C，依十一、參考資料(七)分析餾出物中之氟化物。

八、結果處理

$$\text{氧化鈣中各種不純物含量 (mg/kg)} = \frac{C \times V \times D \times 1000}{W \times (1-R)}$$

C：由檢量線測得並已扣除試劑空白值之不純物濃度（mg/L）。

V：樣品最後定量之體積（L）。

D：稀釋倍數。

W：樣品重（g）。

R：樣品含水率。

九、品質管制

- （一）試劑空白值不得大於3倍方法偵測極限。
- （二）依不純物之種類，分別參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)、(六)及(七)。

十、精密度及準確度

依不純物之種類，分別參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)、(六)及(七)。

十一、參考資料

- （一）Committee on Water Treatment Chemicals.1982. Water Chemicals Codex,pp.20-22. National Academy Press,Washington,D.C..
- （二）American Water Works Association.1988. AWWA Standard for Quick lime and Hydrated lime,AWWA B202-88. AWWA,Denver,Colorado.
- （三）行政院環境保護署環境檢驗所。1992。廢棄物含水分測定方法—間接測定法。廢棄物檢驗方法彙編，pp.70-72。

- (四) 行政院環境保護署環境檢驗所。1992。水中鎘、鉻、銅、鉛、鎳、銀、鋅檢驗方法- 原子吸收光譜法。水質檢驗方法彙編，pp.45-50。
- (五) 行政院環境保護署環境檢驗所。1992。水中硒檢驗方法- 硒化氫原子吸收光譜法。水質檢驗方法彙編，pp.83-87。
- (六) 行政院環境保護署。1992。水中砷檢驗方法- 分光光度計／SDDC法，NIEA W310.50T。行政院環境保護署公報，總號第五十七號，pp.153-156。
- (七) 行政院環境保護署環境檢驗所。1992。水中氟鹽檢驗方法- 電極法。水質檢驗方法彙編，pp.105-107。