

# 飲用水處理藥劑硫酸鋁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1030049765號公告

自中華民國103年9月15日生效

NIEA D416.42B

## 一、方法概要

稱取適量之硫酸鋁，以硝酸調整至適當 pH 值，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於已公告之 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硫酸鋁中不純物鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳、硒、砷及汞含量檢測之樣品製備。

## 三、干擾

本樣品中重金屬（鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳）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、設備及材料

- （一）燒杯：100 mL、約 1.5 L 或其他體積。
- （二）量瓶：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）樣品瓶：玻璃或塑膠瓶。
- （七）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）濃硝酸：試藥級。

(三) 硫酸鋁 ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ): 分析試藥級。

(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 1000 mL。

(五) 硝酸溶液, 10 % (v/v): 加 100 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水中, 再以試劑水稀釋至 1000 mL。

## 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

以樣品瓶收集液態硫酸鋁樣品, 立即以濃硝酸調整 pH 至 2 以下, 保存期限 28 天。

## 七、步驟

### (一) 樣品製備

1、依藥劑中鋁含量之不同, 稱取相當於含有 1.68 g  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例: 若藥劑中含有 15.3 % (w/w)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 稱取 1.68 g 為樣品; 若藥劑中含有 7.7 % (w/w)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 則稱取 3.36 g 為樣品), 置於 100 mL 燒杯內。

2、以 10 % (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 10 % (v/v) 硝酸溶液至總體積為 100 mL。

### (二) 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、稱取 33.6 g 硫酸鋁, 置於 1.5 L 燒杯內。

2、加入 0.5 L 的試劑水和 100 mL 濃硝酸。

3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

4、加試劑水至總體積為 1000 mL。

### (三) 樣品中不純物分析

1、鎘、鉻、鉛、銀、鐵及錳：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、硒：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D432 分析。

3、砷：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D433 分析。

4、汞：取七、步驟(一)製備所得樣品 25 mL 依 NIEA D434 分析。

## 八、結果處理

硫酸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 D432、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 D432、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=3	精密度 (%RSD)	製備液分析 方法
鎘	0.12	0.4	100.5	2.0	NIEA D431
鉻	0.30	1.0	100.2	9.2	NIEA D431

鉛	0.74	2.5	99.5	1.9	NIEA D431
鐵	0.60	2.0	103.5	1.2	NIEA D431
錳	0.29	1.0	97.1	7.6	NIEA D431
砷	0.05	0.002	91.2	5.3	NIEA D433
汞	0.025	0.005	103.1	6.6	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。