



# 飲用水處理藥劑—液氯中不純物汞含量檢測方法

中華民國84年1月20日（84）環署檢字第02013號公告  
NIEA D415.40A



## 一、方法概要

收集液氯樣品於已放冷的錐形瓶中，置於排煙櫃內使其緩緩揮發至乾，加硝酸將殘餘物溶解並定容之。製備所得之樣品溶液以冷蒸氣原子吸收光譜法檢測汞之含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑液氯中汞含量之檢測，其適用濃度範圍為1.0~20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；製備所得之樣品溶液中，若汞濃度過高，可用試劑水適當稀釋後再行檢測。

## 三、干擾

- （一）試藥或玻璃器皿所含雜質可能會造成污染並干擾分析結果。試藥應使用指定之等級，玻璃器皿使用前須先以王水浸泡再以試劑水徹底沖淨，僅可能使用專屬此檢測方法用之器皿。
- （二）未完全揮發之氯，會在波長253nm附近干擾，可用過量羥胺溶液去除之。

## 四、設備

- （一）原子吸收光譜儀附汞測定裝置，使用波長253.7nm，吸收槽之光徑長為10cm；或使用汞測定儀器。
- （二）錐形瓶：250及500mL。
- （三）量瓶：100、250及1000mL。
- （四）天平：可精稱至0.1mg及0.1g者。
- （五）採樣容器：碳鋼或合金鋼製圓筒狀內容積約300mL，可耐壓至126kg/cm<sup>2</sup>>(1800psi)，連接管使用無縫銅管或鐵氟龍管，並配置合適之接頭。
- （六）排煙櫃：使用玻璃纖維及樹脂材質，並附有以氫氧化鈉溶液為吸附劑之吸收槽；定期檢查吸附劑之濃度。

## 五、試劑

- （一）試劑水。
- （二）王水：取100mL燒杯置於排煙櫃內，先加入30mL濃鹽酸，再緩慢加入10mL濃硝酸，靜置五分鐘後使用。王水極不穩定不可貯存，使用前配置，配置時必須有適當防護措施。
- （三）硫酸溶液，1+4：在適當攪拌下，緩慢添加200mL低汞濃硫酸(汞含量0.0000005%以下)至800mL試劑水中。
- （四）硝酸溶液，1+9：在250mL量瓶中，加入約150mL試劑水，以吸量管添加25mL低汞濃硝酸，再以試劑水定容至刻度。
- （五）過錳酸鉀溶液，4%：溶解40g過錳酸鉀於試劑水中定容至1L。
- （六）氫氯化羥胺溶液，10%：溶解10g氫氯化羥胺於試劑水中，定容至100mL。
- （七）氯化錫(II)溶液，10%：溶解20g氯化錫(II)於40mL溫熱濃鹽酸中，全部溶解後加入160mL試劑水，靜置隔夜後過濾，保存期限七天。添加一小粒金屬錫可延長保存期限。氯化錫

## (II)溶液係當還原劑使用。

配合各種不同之汞測定裝置，可改用4%(w/v)氫硼化鈉溶液或其他適當溶液替代。

- (八) 汞儲備溶液：在100mL量瓶內，加入1mL濃硝酸，將0.1354g氯化汞溶解其中，再以試劑水定容至刻度(1.00mL = 1.00mgHg)；或使用經確認濃度之市售品。
- (九) 汞中間溶液：精取1.00mL汞儲備溶液，置於100mL量瓶內，以1%(v/v)硝酸溶液定容至刻度(1.00mL = 10.0μgHg)。
- (十) 汞標準溶液：精取1.00mL汞中間溶液，置於100mL量瓶內，以1%(v/v)硝酸溶液定容至刻度。(1.00mL = 0.10μgHg)。

## 六、採樣、保存及安全

- (一) 液氯或氯氣是一種具有腐蝕性且有劇毒的物質，尤其有水分存在時會生成鹽酸及次氯酸，能與大部分金屬作用而促進腐蝕；人體吸入氯氣時導致嚴重呼吸系統腐蝕性傷害，甚至死亡；與氯氣接觸可使皮膚及眼睛灼傷或凍傷，故採樣運送及檢驗時應配備適當之安全防護設施，如具有氯吸附劑之排煙櫃、護目鏡、手套及呼吸防護器等。採樣分析時應由具經驗者從旁協助指導，不得單獨操作以避免危險。
- (二) 採樣前先檢查採樣處之現場環境及液氯管線連接頭尺寸大小，將採樣容器與管線連接後，先進行滲漏檢查，再將液氯由管線上移至採樣容器內，採得約300mL液氯，妥善密封送至實驗室立即進行七、步驟(一)樣品處理。運送時，應作好安全防護措施，避免不良路況；貯存場所應有防護設施及緊急逃生系統，且通風良好，溫差不大。採樣場所設煙櫃者，可直接將液氯導入已是低溫狀況之錐形瓶依七、步驟(一)樣品處理操作。

## 七、步驟

### (一) 樣品管理

1. 在排煙櫃中放置杜而瓶(Dewar flask)，內置打碎之乾冰塊，緩慢加入二氯甲烷使形成低溫浴，放一個已知重量(精稱至0.1g)的500mL錐形瓶於浴面上，至溫度達平衡後，再由液氯採樣容器內緩慢導出約100~200mL之液氯於錐形瓶中，俟穩定後將錐形瓶移出秤重(精稱至0.1g)，並記錄液氯重量。
2. 在排煙櫃中將插有玻璃管之矽膠塞塞住錐形瓶瓶口，使液氯在室溫下自由揮發，直到完全揮發為止。
3. 加10mL硝酸溶液(1+9)於錐形瓶中，以溶解液氯揮發後留下之殘渣，再加25mL試劑水後移入50mL量瓶中，以試劑水定容至刻度備用，最長保存期限為28天。

### (二) 檢量線製備

1. 精取汞標準溶液，以系列稀釋方式配製含2、1、0.5、0.2、0.1及0μg之汞溶液，分別置於250mL錐形瓶中。
2. 各添加1mL硫酸溶液(1+4)、1mL過錳酸鉀溶液及試劑水使體積至約30mL。
3. 混合後，蓋上錶玻璃，在排煙櫃中加熱板上加熱至溶液沸騰並維持數秒鐘。
4. 冷卻至室溫，逐滴添加氫氯化銦胺溶液，並加以攪拌以還原過剩之過錳酸鉀，直到紫色消失為止。
5. 移入汞測定裝置，加入2mL氯化錫(II)溶液，連接吸收槽之各項管線，通入空氣，將產生之汞蒸氣導至吸收管，在數秒鐘內吸光度將增至最大，再回復至基線，紀錄最大吸光度。
6. 以吸光度對應汞量(μg)，繪製檢量線圖。
7. 汞分析之操作方式依使用儀器廠牌機型而異，應依儀器操作手冊之規定執行。

### (三) 樣品分析

1. 取適量經七、(一)處理之溶液置於250mL錐形瓶中。

- 2.依七、(二)檢量線製備2.~5.操作，由檢量線求得樣品中汞之濃度。
- 3.另取10mL硝酸溶液(1+9)以試劑水定容至50mL做為空白試驗。

## 八、結果處理

$$\text{液氯中汞含量 (mg/kg)} = \frac{A}{B} \times \frac{C}{D}$$

- A：由檢量線求得，並已扣除試劑空白值之汞含量(μg)。
- B：進行汞分析測定時之樣品體積(mL)。
- C：液氯樣品處理後定容之體積(mL)。
- D：液氯樣品重量(g)。

## 九、品質管制

- (一) 每批次樣品應重新製作檢量線，並求其線性相關係數(R值)。R值應大於或等於0.995。
- (二) 每批次樣品分析時，須同時進行空白試驗，以檢查系統是否正常。
- (三) 每10個樣品或每一批次至少做一個重複分析，差異值應在管制圖表之可接受範圍內。
- (四) 每10個樣品至少做一個樣品添加分析，其添加回收率應在75~125%範圍內。

## 十、精密度及準確度

單一實驗室以不含汞之液氯樣品，添加5.0μg/L之汞濃度，執行真實樣品添加回收測試，所得平均值為4.5μg/L，標準差為0.62μg/L。

序號	回收濃度	平均值	標準偏差
1	4.0	4.5	0.62
2	5.2		
3	4.3		

## 十一、參考資料

- (一) American Society for Testing and Materials.1991. Standard Test Method for Mercury in Liquid Chlorine,E506-90.ASTM,Philadelphia,PA.
- (二) 行政院環境保護署。1994。水中汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法，NIEAW330.50A, 行政院環境保護署公報，總號第七十六號。pp.52~58。
- (三) 行政院環境保護署。1994。飲用水處理藥劑氯中汞含量之檢驗方法。EPA-83-1103-09-02-9。