

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

中華民國95年8月2日環署檢字第0950061473F號公告

自中華民國95年8月15日起實施

NIEA D433.11B

一、方法概要

飲用水處理藥劑酸化液中的砷，經硫酸及過硫酸鉀溶液消化並氧化成為五價砷，再以碘化鉀還原成三價砷。於氫化物發生器還原為砷化氫，經由氣體載送至原子吸收光譜儀，在原子化器中生成砷原子，波長193.7 nm 處測其吸光度定量之。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑酸化液中砷之檢驗。

三、干擾

略

四、設備與材料

- (一) 原子吸收光譜儀：含砷元素之中空陰極燈管或無電極放射燈管、單色光器、含信號倍增裝置之光電管、原子化器、記錄器或電腦及印表機。
- (二) 氫化物發生器：配合原子吸收光譜儀廠牌及機型，使用連續式或批次式者，含氣液分離裝置及開口式石英槽；使用乙炔和空氣之火焰或電熱式加熱，以氣體輔助攜帶氫化物至石英槽。
- (三) 排氣裝置：用以除去火焰之薰煙及蒸氣。
- (四) 水浴槽：可設定溫度至 80°C 者。
- (五) 燒瓶附有冷凝裝置或冷凝蓋：250 mL，冷凝蓋參考如圖一及圖二。
- (六) 量瓶：50 mL。

五、試劑

- (一) 空氣：經適當過濾裝置除去油分、水分及其他物質。
- (二) 乙炔：低壓時鋼瓶含有之丙酮對燃燒頭會造成損害，乙炔鋼瓶之壓力低於 689 kPa (或 100 psi) 時應更換乙炔氣體。
- (三) 氫氣：商品級。
- (四) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之去離子水。
- (五) 濃鹽酸：試藥級。
- (六) 硫酸溶液，1.25 M：取 7 mL 試藥級濃硫酸，以試劑水定量至 100 mL。濃鹽酸：試藥級。
- (七) 過硫酸鉀溶液，5% (w/v)：溶解 5 g 過硫酸鉀 ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) 於試劑水中，並定量至 100 mL。
- (八) 鹽酸溶液，5% (v/v)：取 50 mL 濃鹽酸，以試劑水稀釋至 1 L。
- (九) 氫氧化鈉溶液，0.1 M：取 4.0 g 試藥級氫氧化鈉，以試劑水定量至 1 L。
- (十) 硼氫化鈉溶液，0.5% (w/v)：溶解 5 g 硼氫化鈉 (NaBH_4) 溶於 1 L 0.1 M 氫氧化鈉溶液，使用前配製。
- (十一) 砷儲備溶液：溶解 1.3203 g 之三氧化二砷 (As_2O_3) 於 0.1 M 氫氧化鈉溶液中，以氫氧化鈉溶液稀釋至 1,000 mL。或使用市售經確認之 1,000 mg/L 標準溶液。(1.00 mL = 1,000 μg As)。
- (十二) 砷標準溶液：以試劑水精確階段式稀釋砷儲備溶液至砷濃度為 50 $\mu\text{g/L}$ 。(1.00 mL = 50 ng As)

六、採樣及保存

依各飲用水處理藥劑重金屬不純物檢測之樣品製備法中之規定。

七、步驟

(一) 樣品前處理

- 1.依各飲用水處理藥劑重金屬不純物檢測之樣品製備法中之規定製備酸化液。
- 2.精取 25.0 mL 酸化液置於 250 mL 附冷凝設備之三角燒瓶中。
- 3.分別加入 1 mL 之 1.25 M 硫酸溶液及 2 mL 之 5% (w/v) 過硫酸鉀溶液 (分析粉末活性碳時添加方式為 1 mL 濃硫酸及 10 mL 之 5% (w/v) 過硫酸鉀溶液)。
- 4、以 80°C 水浴迴流加熱 30 分鐘後 (分析粉末活性碳酸萃取液中的砷時，加熱時間為 2 小時)，冷卻至室溫。
- 5、分別加入 10 mL 濃鹽酸及 10 mL 20% (w/v) KI 溶液後 (分析粉末活性碳酸萃取液中的砷時，因過濾液已含足量之鹽酸，只須加 10 mL 20% (w/v) KI 溶液即可)，以試劑水定量至 50 mL。
- 6、一小時後上機分析。

(二) 儀器操作

原子吸收光譜儀因廠牌及型式不同，其操作方法亦有不同，下述為一般連續式氫化物發生器接裝火燄式原子化器之操作程序：

- 1、安裝合宜之燃燒頭附開口式石英槽。
- 2、開啟電源，將砷元素燈管裝妥並校正光徑，設定波長及光譜狹縫寬度，依燈源標示提供燈管合宜之電流，暖機 20 至 30分鐘，使儀器穩定。必要時可在暖機後重新調整電流，調整觀測高度至適當水平及垂直之位置。
- 3、打開乙炔及空氣開關並調整至合宜流量，點燃火焰並穩定數分鐘。
- 4、打開氫氣開關並調整至合宜流量。

- 5、打開連續式氫化物發生器，樣品引流管、酸溶液引流管及還原劑引流管均吸入試劑水，確認訊號穩定。
- 6、酸溶液引流管吸入 5% (v/v) 鹽酸溶液，還原劑引流管吸入 0.5% (w/v) 硼氫化鈉溶液，確認訊號穩定。
- 7、樣品引流管吸入試劑水，並將儀器歸零，確認訊號穩定。
- 8、取檢量線中點之砷標準溶液，建立其吸光值資料，以為日後查核儀器穩定性及燈管老化之參考資料。
- 9、樣品引流管吸入試劑水，並將儀器歸零。
- 10、測定完畢後，先以試劑水清洗管路約 10 至 15 分鐘，熄滅火焰，切斷氫化物發生器電源，將乙炔、空氣及氫氣關閉。

註：上述氫化物發生器之酸溶液、還原劑溶液及樣品引流，流量均為 9 mL/min。所用機型不同時依實際之還原劑溶液及樣品引流流量調整硼氫化鈉溶液配製濃度。

(三) 檢量線製備

1. 精取適當量之標準溶液，配製一個空白和至少五種濃度的檢量線標準溶液，如精確量取0.00、0.25、0.50、1.00、2.50及5.00 mL之50 μ g/L砷標準溶液，分別置於 250 mL 附冷凝裝置之三角燒瓶參考圖（圖一及圖二）。
2. 依步驟(一) 3~6 進行前處理後定容至 50 mL。
3. 由如上述方法製備所得之檢量線溶液，其砷濃度分別為 0.00、0.25、0.50、1.00、2.50及5.00 μ g/L。
4. 靜置一小時後，配合儀器設備參考步驟(二)之程序測定吸光度，以標準溶液濃度 (μ g/L) 為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製檢量線圖

(四) 樣品溶液分析

- 1、吸入試劑水，並將儀器歸零。

- 2、吸入經處理後之樣品，記錄其吸光度。
- 3、由檢量線求出樣品中之砷濃度。

八、結果處理

$$\text{飲用水處理藥劑中砷含量(mg/kg)} = \frac{C \times V \times D \times 2 \times 1000}{W}$$

C：由檢量線測得之不純物濃度（mg/L）。

V：樣品最後定量之體積（L）。

D：製備液至上機液的稀釋倍數。

W：樣品重（g）。

註：步驟(一)樣品前處理後溶液已稀釋二倍。

九、品質管制

- (一) 檢量線：每批次樣品應重新製作檢量線，其線性相關係數（r值），應大於或等於0.995。檢量線製作完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在±20%以內。
- (二) 檢量線查核：每10個樣品及每批次分析結束時，執行一次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在±20%以內。
- (三) 空白樣品分析：每批次或每10個樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (四) 重複樣品分析：每批次或每10個樣品至少執行一次重複樣品分析，其相對差異百分比應在20%以內。
- (五) 查核樣品分析：每批次或每10個樣品至少執行一次查核樣品分析。回收率應在80～120%範圍內。
- (六) 添加樣品分析：每批次或每10個樣品至少執行一次添加樣品分

析。其回收率應在 75 ~ 125 % 範圍內。

十、精密度及準確度

單一實驗室依步驟(一)製備之試劑水檢測，使用連續式氫化法配合火焰式原子吸收光譜儀測定，其方法偵測極限為 $0.20 \mu\text{g/L}$ 。其他詳參各飲用水處理藥劑中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法得精密度與準確度。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，1997。
- (二) 行政院環境保護署環境檢驗所，水中砷檢測方法自動化連續流動式氫化物原子吸收光譜法NIEA W434.53B，水中砷檢測方法批次式氫化物原子吸收光譜法，NIEA W435.52B。

註：本檢驗相關之廢液，依一般無機廢液處理。



圖一 冷凝蓋參考示意圖



圖二 三角燒瓶附凝蓋參考裝置圖