



飲用水處理藥劑－硫酸銨中不純物鉛、硒、砷、乙醚萃取物及吡啶含量檢測方法

中華民國83年1月28日（83）環署檢字第00524號公告
NIEA D410.40A



一、方法概要

稱取適量的硫酸銨溶於試劑水，以濃硝酸調整pH值至小於2，慢慢加熱蒸發，至溶液體積小於100mL後，加試劑水至100mL。製備所得之樣品溶液，以原子吸收光譜法檢測鉛之含量，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，乙醚萃取物及吡啶則依適當方法檢測其含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑硫酸銨中不純物鉛、硒、砷、乙醚萃取物及吡啶之含量檢測。

三、干擾

- 1.乙醚萃取物、吡啶：略。
- 2.其他不純物分別參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)及(六)。

四、設備

- (一) 燒杯：150mL。
- (二) 排煙櫃。
- (三) 定量瓶：100mL及1L。
- (四) 天平：可精稱至0.1mg。
- (五) pH計：在25°C之溫度下，準確度為±0.05單位。
- (六) 烘箱。
- (七) 索氏萃取器。
- (八) 氨蒸餾設備。
- (九) 採樣管：直徑2.0cm以上。
- (十) 其他設備詳見十一、參考資料(三)、(四)及(五)。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。
- (二) 濃硝酸：分析級試藥。
- (三) 無水乙醚：分析級試藥；若含有水分，需蒸餾至無水分。
- (四) 氫氧化鈉溶液，1.0M：溶解40g氫氧化鈉於試劑水並稀釋至1L。
- (五) 氫氧化鈉溶液，0.1M：溶解4.0g氫氧化鈉於試劑水並稀釋至1L。
- (六) 硫酸溶液，0.5M：加28mL濃硫酸於試劑水中並稀釋至1L。
- (七) 硫酸溶液，0.05M：加2.8mL濃硫酸於試劑水中並稀釋至1L。

(八) 甲基紅指示劑：分析級試藥。

(九) 次溴酸鈉溶液：將100g氫氧化鈉溶於800mL試劑水中，冷卻後加入25mL液態溴，振盪直至完全溶解，加試劑水稀釋至1L。此溶液需於使用前才配製。

注意：液態溴極易揮發，其蒸氣具有高度腐蝕性，當吸入時極易刺激粘膜；如果和肌肉接觸，會造成嚴重灼傷而不易痊癒。於實驗室內使用此試劑時，需使用通風良好之排煙櫃，並採取必要之防護措施。

(十) 其他試劑詳見十一、參考資料(三)、(四)、(五)及(六)。

六、採樣及保存

(一) 袋裝之硫酸銨採樣袋數至少應為全部袋數的百分之五，並不得由任何破損的包裝內取樣。

(二) 硫酸銨可用直徑2.0cm以上之採樣管進行採樣，從總樣品中至少稱取4.5kg之樣品，混合均勻後，自其中取三份每份0.45kg之樣品。

(三) 樣品應密封於不透氣之防潮玻璃容器內，採樣者需於標示上簽名並註明採樣日期。

(四) 取三個密封樣品之一儘速進行檢驗，其他兩個樣品則依規定保留下來，以供日後需要時使用。

七、步驟

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下列步驟。

(一) 分析樣品之無機不純物

1. 稱取2.5g（精稱至0.1mg）混合均勻之樣品置於經硝酸洗過的150mL燒杯中，加100mL試劑水將其溶解。

2. 在排煙櫃內，以濃硝酸調整pH值至小於2。將溶液慢慢地加熱，至溶液體積小於100mL，要注意勿使其沸騰。

3. 將溶液移入經硝酸洗過之100mL量瓶，加試劑水至100mL。

4. 空白試劑以相同步驟操作。

5. 鉛：製備所得樣品依十一、參考資料(四)分析。

6. 硒：製備所得樣品依十一、參考資料(五)分析。

7. 砷：製備所得樣品依十一、參考資料(六)分析。

(二) 分析樣品之有機不純物

1. 乙醚萃取物

(1) 稱取相當於25g（經稱至0.1mg）乾重的混合均勻之樣品，至於103°C之烘箱中乾燥2小時。

(2) 乾燥之樣品置於索氏萃取器中，以25至30mL無水乙醚萃取2小時。

(3) 於無水氣之環境中，將乙醚萃取所得之殘留物乾燥至恆重。

2. 吡啶

(1) 稱取50g（精稱至0.1mg）混合均勻之樣品置於1L蒸餾燒瓶中，以150mL試劑水將其溶解，並加入2滴甲基紅指示劑，以1.0M氫氧化鈉溶液滴定至終點後，再加5mL1.0M氫氧化鈉溶液。

(2) 使用玻璃珠

將上述溶液蒸餾30分鐘後，並讓蒸餾液流入含有10mL0.5M硫酸和100mL試劑水混合液的1L燒瓶中。要特別注意保持冷凝管於冷卻狀態。

(3) 冷卻蒸餾液，然後加入100mL次溴酸鈉溶液，並使混合均勻。

- (4) 使用玻璃珠將上述溶液蒸餾至無蒸餾液流出為止，讓蒸餾液流入含有10mL0.05M硫酸的500mL燒瓶中，要特別注意保持冷凝管於冷卻狀態。
- (5) 將上述溶液以0.1M氫氧化鈉滴定至終點（使用甲基紅指示劑），記錄滴定之mL數。

八、結果處理

(一) 砷、硒、鉛

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

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。

$$\text{硫酸銨中乙醚萃取物含量 (mg/kg)} = \frac{W}{W \times (1-R)} \times 10^6$$

W：乙醚萃取所得之殘留物乾燥至恆重（g）。

W：樣品重（g）。

R：樣品含水率。

(三) 吡啶

$$\text{硫酸銨中吡啶含量 (mg/kg)} = \frac{V_1 - V_2}{W \times (1-R)} \times 0.0079 \times 10^6$$

V₁：0.05M（0.1N）硫酸之體積（mL）。

V₂：0.1M氫氧化鈉滴定溶液之體積（mL）。

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) 乙醚萃取物、吡啶：略。
- (三) 其他不純物分別參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)及(六)。

十、精密度與準確度

- (一) 乙醚萃取物、吡啶：略。
- (二) 其他不純物分別參閱十一、參考資料(三)、(四)、(五)及(六)。

十一、參考資料

- (一) Committee on Water Treatment Chemicals. 1982. Water Chemicals Codex, pp.13-14. National Academy Press, Washington, D. C..
- (二) American Water Works Association.1988.AWWA Standard for Ammonium Sulfate, AWWAB302-86.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。