

飲用水處理藥劑氯化鐵中重金屬不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國 102 年 12 月 17 日環署檢字第 1020109321 號公告
自中華民國 103 年 3 月 15 日生效
NIEA D401.43B

一、方法概要

稱取適量氯化鐵，先以濃鹽酸和稀硝酸調整 pH 值，使樣品成為均質溶液。製備所得之溶液，適用於 NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434 及 NIEA M104 檢測其重金屬不純物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑氯化鐵中不純物鎘、鉻、鉛、銀、硒、砷及汞含量檢測之樣品製備。

三、干擾

- (一) 以本方法製備所得之樣品，執行鎘、鉻、鉛、銀之分析時，檢量線溶液須與樣品溶液採用基質匹配 (Matrix match) 方式檢測分析，以降低樣品基質干擾。
- (二) 氯化鐵具腐蝕性，會腐蝕金屬製採樣器或容器，造成待測元素溶出之干擾。

四、設備及材料

- (一) 燒杯：100 mL、1.5 L 或其他體積。
- (二) 定量瓶：100 mL。
- (三) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (四) 過濾裝置。
- (五) 濾紙：Whatman No.42 或同級品。

- (六) 樣品瓶：玻璃或塑膠瓶。
- (七) 烘箱：循環送風式烘箱，附排氣設備且可設定 $105\pm 2^{\circ}\text{C}$ 者。
- (八) 蒸發皿：瓷製。

五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16\text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之去離子水。
- (二) 濃鹽酸：試藥級。
- (三) 濃硝酸：試藥級。
- (四) 氯化鐵 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)：試藥級。
- (五) 硝酸溶液，0.15% (v/v)：加 1.5 mL 濃硝酸於 1,000 mL 試劑水中。
- (六) pH 計或 pH 試紙 (適用範圍 pH：0 至 14)。

六、採樣與保存

(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

液態氯化鐵樣品以樣品瓶收集；固態樣品先磨成粉末，混合均勻後，使用氣密之玻璃容器儲存。保存期限 28 天。

七、步驟

(一) 檢測鎘、鉻、鉛及銀之樣品製備

1、依樣品中鐵含量換算稱取相當於 0.6 g 氯化鐵 (精稱至 0.1 mg) 的樣品 (例：樣品含 10% (w/w) FeCl_3 稱取 6 g 樣品，

樣品含 40%(w/w)FeCl₃ 稱取 1.5 g 樣品), 置於 100 mL 燒杯內。

2、加入 25 mL 濃鹽酸後以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液添加至總體積為 100 mL。

3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

(二) 檢測硒、砷及汞之樣品製備

1、依樣品中鐵含量換算稱取相當於 0.06 g 氯化鐵(精稱至 0.1 mg) 的樣品(例：樣品含 10 % (w/w) FeCl₃ 稱取 0.6 g 樣品，樣品含 40 % (w/w) FeCl₃ 稱取 0.15 g 樣品)，置於 100 mL 燒杯內。

2、加入 25 mL 濃鹽酸後以 0.15 % (v/v) 硝酸溶液添加至總體積為 100 mL。

3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。

(三) 基質空白溶液(配製檢量線標準溶液用，適用 NIEA D431 或 NIEA M104)

1、稱取 20 g 的試藥級氯化鐵(FeCl₃ · 6H₂O)，置於 1.5 L 燒杯內。

2、加入 500 mL 的濃鹽酸及 500 mL 之 0.15% (v/v) 硝酸溶液。

3、溶液中若有殘渣，以濾紙過濾之。

(四) 樣品中不純物分析

1、鎘、鉻、鉛及銀：七、步驟(一)製備所得樣品依 NIEA D431 或感應耦合電漿原子發射光譜法(NIEA M104)分析(適用 NIEA M104 可加測砷)。添加回收率超過管制範圍時，應改

用標準添加法分析(註 1)。

2、硒：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D432 分析。

3、砷：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D433 分析。

4、汞：七、步驟(二)製備所得樣品依 NIEA D434 分析。

八、結果處理

氯化鐵藥劑中各種重金屬不純物含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434 及 NIEA M104 之結果處理計算。

九、品質管制

品質管制項目分別依 NIEA D431、NIEA D432、NIEA D433、NIEA D434 及 NIEA M104 之品質管制規定。

十、精密度及準確度

單一實驗室方法驗證結果下表(註 2)：

元素名稱	方法偵測極限 (mg/kg)	添加回收率 ^a (%)	精密度 ^a (%)
鎳	0.11	103±5	2.5
鉻	0.60	111±10	4.7
鉛	1.9	103±4	1.8
銀	0.19	86±19	11.1
硒	0.088	87±3	2.0
砷	0.080	112±3	1.1
汞	0.072	112±9	3.9

a: 添加濃度為砷 0.4 mg/kg、硒 0.8 mg/kg、汞 8.0 mg/kg、鎳 10.0 mg/kg、鉻 20.0 mg/kg、鉛及銀 40.0 mg/kg，分析 5 次之結果。

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期末報告，EPA-86-3S3-09-02，中華民國 86 年。

註 1：標準添加法之作法可參考方法 NIEA M113。

註 2：本表中添加回收率為 ± 2 SD、精密度為 1 SD。