

飲用水處理藥劑製備液中鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅檢測方法 — 火焰式原子吸收光譜法

中華民國95年8月2日環署檢字第0950061473E號公告
自中華民國95年8月15日起實施
NIEA D431.13B

一、方法概要

依飲用水處理藥劑之樣品製備法所產生的製備液，直接吸入火焰式原子吸收光譜儀，使用基質匹配 (Matrix match) 方式之檢量線，測定其中鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅之濃度。本檢測方法中各元素所使用之波長、氣體如表一所示。

二、適用範圍

本檢測方法適用於飲用水處理藥劑製備液中不純物鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅含量檢測。

三、干擾

本檢測方法採用基質匹配 (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) 火焰式原子吸收光譜儀：含可發出各待測元素分析所需之特定波長之光源、樣品霧化器、單色光器、含信號倍增裝置之光電管、背景校正裝置、燃燒頭、記錄器或電腦及印表機。
- (二) 燈源：使用中空陰極燈管或無電極放射燈管。
- (三) 排氣裝置：用以除去火焰式原子吸收光譜儀之薰煙及蒸氣。

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) 試劑水：去離子試劑水。

- (四) 濃硝酸：試藥級。
- (五) 硝酸溶液 (1:1)：加 500 mL 濃硝酸於 400 mL 試劑水中，再以試劑水稀釋至 1,000 mL。
- (六) 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 1,000 mL。
- (七) 濃鹽酸：試藥級。
- (八) 過氧化氫溶液 (30%)：試藥級。
- (九) 基質空白溶液 (檢量線製備用)：依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中之規定。
- (十) 基質空白溶液 (儀器歸零及樣品稀釋用)：取 250 mL 試劑 (九) 的基質空白溶液，再以各酸化過濾液相同濃度之硝酸或鹽酸溶液稀釋至 500 mL。
- (十一) 金屬儲備溶液：
1. 鎘儲備溶液：溶解 1.1423 g 之氧化鎘 (CdO) 於少量 1 + 1 硝酸溶液中，以試劑水稀釋至 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 Cd)
 2. 鉻儲備溶液：溶解 1.9231 g 之氧化鉻 (CrO_3) 於少量試劑水中，俟溶解後再以 10 mL 濃硝酸酸化，以試劑水稀釋至 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 Cr)
 3. 鉛儲備溶液：溶解 1.5985 g 之硝酸鉛 ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) 於少量 1 + 1 硝酸溶液中，以試劑水稀釋至 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 Pb)
 4. 銀儲備溶液：溶解 1.5748 g 之硝酸銀 (AgNO_3) 於少量試劑水中，俟溶解後再以 10 mL 濃硝酸酸化，以試劑水稀釋至 1,000 mL。或使用市售經確認之 1000 mg/L 標準溶液。(1.00 mL = 1,000 μg Ag)
 5. 鐵儲備溶液：溶解 1.4298 g 之三氧化二鐵 (Fe_2O_3) 於 20 mL 1 :

1 鹽酸溶液和 2 mL 濃硝酸之熱的混合酸溶液中，俟溶解冷卻後再以 5.0 mL 濃硝酸酸化，以試劑水稀釋至 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 μ g 鐵)

6. 錳儲備溶液：溶解 1.000 g 之錳金屬於 10 mL 濃鹽酸溶液和 1 mL 濃硝酸之混合酸溶液中，俟完全溶解後，以試劑水稀釋至 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 μ g 錳)

7. 銅儲備溶液：於 40 mL 1:3 硝酸中溶解 1.000 g 電解銅，並加水稀釋至 1 L。或使用市售經確認之 1,000 mg/L 標準溶液。(1.00 mL = 1,000 μ g 銅)

六、採樣與保存

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

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。

(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，下述為一般之操作程序：

1. 開啟電源，將待測定元素所需之燈管裝妥並校正光徑，依操作手冊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 10 至 20 分鐘，並使儀器穩定。必要時可在暖機後重新調整電流。
2. 安裝合宜之燃燒頭，並調整至適當水平及垂直之位置，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。
3. 取 0.15% (V/V) 硝酸溶液，吸入噴霧器內，以清洗噴霧頭；取各處理藥劑之基質空白溶液，吸入噴霧器內將儀器歸零。
4. 取一適當濃度之標準溶液，吸入噴霧器內，調整儀器吸入標準

溶液之流速及燃燒頭位置以獲得最大吸光度。

5. 吸入各處理藥劑之基質空白溶液，重新將儀器歸零。
6. 取檢量線中點之待測金屬新配標準溶液，來測試新用燈管，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。
7. 測定完畢後，先以試劑水吸入噴霧室清洗約 15 至 20 分鐘後熄滅火焰。熄滅火焰時，應先將乙炔關閉，再關閉空氣。

(三) 檢量線製備

1. 取適當體積的各重金屬儲備溶液，以 0.15% (V/V) 硝酸溶液稀釋配製成適當的中間濃度溶液。
2. 取適當體積的各重金屬中間濃度溶液，添加 50 mL 試劑(九)的基質空白溶液，再以各酸化過濾液相同濃度之硝酸或鹽酸溶液(依各酸化過濾液所使用的酸種類而定，如處理藥劑氯化鐵為 0.15% 硝酸 (V/V)) 稀釋至 100 mL 標線做為檢量線標準溶液。(以處理藥劑氯化鐵為例：相當於每 100 mL 標準溶液基質中含 0.6 g 的 FeCl_3 及 25 mL 的濃鹽酸)。
3. 配製至少五種濃度之檢量線標準溶液，參考步驟(二)測定其吸光度。以標準溶液濃度 (mg/L) 為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製檢量線圖。鎘、鉻、鉛、銀、鐵、錳及銅檢量線標準溶液配製建議範圍：

鎘：0 至 0.80 mg/L

鉻：0 至 8.0 mg/L

鉛：0 至 5.0 mg/L

銀：0 至 4.0 mg/L

鐵：0 至 4.00 mg/L

錳：0 至 2.00 mg/L

銅：0 至 2.00 mg/L

- 4.分析鉻時，如有化學性干擾情形，每 100 mL 標準溶液可添加 1 mL 之 1：1 硝酸溶液及 1 mL 之過氧化氫溶液，或依儀器供應商所建議之基質修飾劑及最佳操作條件。
- 5.分析銀時，若標準溶液發生混濁或沉澱現象，添加適量之濃鹽酸直到溶液為澄清狀。

(四) 樣品酸化液分析

- 1、吸入各處理藥劑之基質空白溶液，並將儀器歸零。吸入經處理後之樣品，記錄其吸光度。
- 2、由檢量線求出樣品中之金屬濃度。
- 3、分析鉻時，如有化學性干擾情形，每 100 mL 樣品溶液可添加 1 mL 之 1：1 硝酸溶液及 1 mL 之過氧化氫溶液，或依儀器供應商所建議之基質修飾劑及最佳操作條件。
- 4、分析銀時，若發生混濁或沉澱現象，添加適量之濃鹽酸直到溶液為澄清狀。
- 5、若酸化過濾液中重金屬濃度高於檢量線之最高濃度範圍時，須以適當之基質空白溶液稀釋。

八、結果處理

$$\text{飲用水處理藥劑中不純物含量 (mg/kg)} = \frac{C \times V \times D \times 1,000}{W}$$

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)。

九、品質管制

- (一) 檢量線製作：每次樣品分析前應重新製作檢量線，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 ± 10% 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 ± 10% 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。查核樣品標準溶液配製方式同步驟（三）。
- (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

飲用水處理藥劑重金屬不純物檢測之精密度與準確度，詳見各種藥劑之樣品製備法。

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，火焰式原子吸收光譜法，NIEA M111。

註：本檢驗相關之廢液，依一般無機廢液處理。

表一 各元素所使用之波長及原子化氣體

元素	波長(nm)	使用氣體
鎘 (Cd)	228.8	空氣及乙炔
鉻 (Cr)	359.3	空氣及乙炔
鉛 (Pb)	283.3	空氣及乙炔
銀 (Ag)	328.1	空氣及乙炔
鐵 (Fe)	248.3	空氣及乙炔
錳 (Mn)	279.6	空氣及乙炔
銅 (Cu)	324.8	空氣及乙炔