

飲用水處理藥劑次氯酸鈉中不純物含量檢測之樣品製備法

中華民國 106 年 1 月 18 日環署檢字第 1060003659 號公告

自中華民國 106 年 5 月 15 日生效

NIEA D406.45B

一、方法概要

次氯酸鈉以濃鹽酸調整 pH 值小於 2，或以混合酸液稀釋後定容，製備所得溶液，適用火焰式原子吸收光譜法、氫化砷原子吸收光譜法、冷蒸氣原子吸收光譜法、感應耦合電漿原子發射光譜法或感應耦合電漿質譜法檢測其中重金屬不純物含量。另秤取適量的次氯酸鈉，以試劑水做適當稀釋後，製備所得溶液，可採用離子層析法或水中無機氧鹵化物檢測方法檢測其中溴酸鹽不純物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑次氯酸鈉中不純物鎘、鉻、鉛、砷、汞及溴酸鹽 (BrO_3^-) 之樣品製備。

三、干擾

使用火焰式原子吸收光譜法及感應耦合電漿原子發射光譜法時，須採用基質匹配 (Matrix match) 方式執行檢測分析，以降低樣品基質干擾。

四、設備與材料

- (一) 燒杯。
- (二) 量瓶。
- (三) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (四) 過濾裝置。
- (五) 濾紙：Whatman No.42 濾紙或同級品。
- (六) 樣品瓶：塑膠瓶，需不含待測物質。
- (七) pH 計或 pH 試紙。
- (八) 濾膜：不含待測物，0.45 μm 及 0.2 μm (或 0.22 μm) 孔徑。

五、試劑

- (一) 試劑水：比電阻 $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 之去離子水，檢測無機氧鹵化物需使用不含待測陰離子之去離子水或蒸餾水，且不含大於 0.22 μm 之粒子。
- (二) 濃鹽酸：分析試藥級。
- (三) 濃硝酸：分析試藥級。
- (四) 次氯酸鈉：分析試藥級。
- (五) 基質空白溶液 (檢量線標準溶液配製用，適用火焰式原子吸收光譜法及感應耦合電漿原子發射光譜法)：稱取相當於含有效氯 10% 的試藥級次氯酸鈉 250 g，置於 500 mL 燒杯內，緩緩加入濃鹽酸，調整 pH 值至小於 2 後，以試劑水定容至 500 mL (註 1)。

六、採樣與保存

(一) 採樣步驟

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

重金屬、溴酸鹽檢測以不含待測物之塑膠瓶收集次氯酸鈉樣品，保存期限 28 天。

七、步驟

(一) 以火焰式原子吸收光譜法檢測鎘、鉻、鉛

1. 依藥劑中有效氯 (Cl_2) 含量之不同，稱取相當於含有 1.25 g 有效氯 (精稱至 0.1 mg) 之藥劑為分析樣品 (例：若藥劑中含有 10% (w/w) 有效氯，稱取 12.5 g 為樣品)，置於 50 mL 燒杯內。
2. 在排煙櫃內以濃鹽酸調整 pH 值至小於 2 後，再以試劑水定容至 50 mL。
3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。
4. 製備基質空白溶液。
5. 製備所得樣品依「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 NIEA D431」分析。

(二) 以氫化砷原子吸收光譜法檢測砷

1. 稱取 2 g (精稱至 0.1 mg) 藥劑為分析樣品，置於 50 mL 燒杯內。
2. 在排煙櫃內以濃鹽酸調整 pH 值至小於 2 後，再以試劑水定容至 50 mL。
3. 溶液中若有殘渣，以濾紙過濾。
4. 製備所得樣品依「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 NIEA D433」分析。

(三) 以冷蒸氣原子吸收光譜法檢測汞

1. 樣品依照七、步驟 (二) 1~3 製備。
2. 製備所得樣品依「飲用水處理藥劑製備液中汞檢測方法—冷蒸氣原子吸收光譜法 NIEA D434」分析。

(四) 以感應耦合電漿原子發射光譜法檢測鎘、鉻、鉛及砷

1. 樣品依照七、步驟（一）1~4製備。
2. 製備所得樣品依「感應耦合電漿原子發射光譜法 NIEA M104」分析。

（五）以感應耦合電漿質譜法檢測鎘、鉻、鉛、砷及汞

1. 取約 0.5 g（精稱至 0.1 mg）藥劑為分析樣品，以含 1% 硝酸及 0.5% 鹽酸之混合酸液定容至 250 mL。
2. 依各檢驗項目之濃度做適當的溶液稀釋與添加。
3. 若溶液有殘渣，以濾紙過濾。
4. 製備所得樣品依「感應耦合電漿質譜法 NIEA M105」分析。

（六）以離子層析法或水中無機氧鹵化物檢測方法檢測無機氧鹵化物

1. 取約 0.5 mL（精稱至 0.1 mg），或適量的藥劑為分析樣品，以試劑水定容至 50 mL。
2. 依各檢驗項目之濃度做適當的溶液稀釋與添加。
3. 若溶液有殘渣，需以 0.45 μm 的濾膜過濾之。
4. 製備所得樣品依「水中陰離子檢測方法－離子層析法 NIEA W415」或「水中無機氧鹵化物檢測方法－離子層析儀\導電度偵測器\管柱後反應\紫外光/可見光吸收偵測器法 NIEA W454」分析。

八、結果處理

次氯酸鈉藥劑中各種重金屬及溴酸鹽不純物含量計算，分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434、NIEA M104、NIEA M105、NIEA W415 及 NIEA W454（註2）等方法中所述方式處理。

九、品質管制

品質管制項目分別依 NIEA D431、NIEA D433、NIEA D434、NIEA M104、NIEA M105、NIEA W415 及 NIEA W454 之品質管制規定實施。

十、精密度與準確度

單一實驗室執行樣品添加之精密度及準確度如表一及表二，表一中重金屬樣品數 $n=10$ ，溴酸鹽樣品數 $n=5$ ，添加方式均採稀釋後添加，溴酸鹽檢測採用的管柱後反應偵測器為紫外光/可見光吸收偵測器；表二中重金屬樣品數 $n=6$ ，添加方式鎘、鉻、鉛、砷為 10 mg/L，0.5 mL，汞為 1 mg/L，0.1 mL。

十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署，飲用水處理藥劑多元氯化鋁中主成分鋁和不純物鎘、鉻、鉛、砷及汞含量檢測方法開發與驗證，EPA - 87 - 1302 - 03 - 03，中華民國 87 年。

(二) 行政院環境保護署，飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證，EPA - 86 - 3S3 - 09 - 02，中華民國 86 年。

註 1：製作過程應於排煙櫃內進行，因次氯酸鈉加酸會有氯氣產生（可視需要配戴適當防護裝備）。

註 2：次氯酸鈉中溴酸鹽不純物含量計算

$$\text{次氯酸鈉中溴酸鹽 (mg/kg)} = \frac{A \times f \times V}{W \times 1000}$$

A：檢量線求得之濃度 (μg/L)

V：樣品處理後體積 (mL)，即 50 mL

f：上機測試時之稀釋倍數

W：次氯酸鈉藥劑取樣重量 (g)

註 3：本檢驗相關之廢液，依無機廢液處理。

註 4：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環保署最新公告者為準。

表一 單一實驗室執行樣品添加之精密度及準確度

檢測項目	重複樣品分析 (% RSD)	添加樣品分析		分析方法
		濃度 (mg/L)	平均回收率(%)	
鎘	3.2	0.4	99.5	NIEA D431
鉻	7.2	1.0	97.7	NIEA D431
鉛	2.7	2.5	98.9	NIEA D431
砷	6.6	0.002	94.6	NIEA D433
汞	4.0	0.005	103.1	NIEA D434
BrO ₃ ⁻ (稀釋一萬倍)	11.2	0.005 或 0.010	101.0	NIEA W454
BrO ₃ ⁻ (稀釋十萬倍)	4.5	0.005 或 0.010	101.6	NIEA W454

表二 單一實驗室執行樣品添加之精密度及準確度

檢測項目	重複樣品分析 (% RSD)	添加樣品分析		分析方法
		濃度 (µg /L)	平均回收率 (%)	
鎘	4.5	20	105.2	NIEA M105
鉻	4.7	20	102.0	NIEA M105
鉛	3.1	20	95.1	NIEA M105
砷	4.5	20	111.9	NIEA M105
汞	4.9	0.4	95.5	NIEA M105