

飲用水處理藥劑製備液中硒檢測方法—氫化物原子吸收光譜法

中華民國99年6月30日環署檢字第0990059170號公告

自中華民國99年10月15日起實施

NIEA D432.11B

一、方法概要

飲用水處理藥劑製備液中的硒，經鹽酸溶液消化成四價硒，於氫化物產生裝置與氫硼化鈉反應為硒化氫，藉由氫氣（或氫氣）載送至原子吸收光譜儀，在原子化器中生成硒原子，於波長 196.0 nm 處測其吸光度並定量之。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑製備液中硒之檢驗。

三、干擾

氯氣（將四價硒氧化至六價硒）會抑制硒化氫的生成，造成負干擾。

四、設備及材料

（一）原子吸收光譜儀：需具備氣體流量計、分光器、光電偵測器及數據處理系統。

（二）燈管：硒中空陰極燈管（HCL），或無電極放電式硒燈管（EDL）及其電源供應器。

（三）原子化器：不同的儀器廠牌，其規格與形式亦各有異。常見的原子化器有下列幾種，可擇一使用。

1.火燄式石英管加熱器：10 至 20 cm 長，架在空氣-乙炔燃燒頭上方，以火燄燃燒進行原子化。

2.電熱式石英管加熱器：10 至 20 cm 長，以電熱方式加熱石英管至高溫進行原子化。

（四）氫化物產生裝置：可使用連續式或批次式氫化物產生裝置。

（五）排氣裝置：用以移除源自原子化器產生的煙霧與蒸氣，其廢氣處理需符合相關法規。

（六）水浴槽：可設定溫度至 80°C 者。

（七）附有冷凝裝置或冷凝蓋之燒瓶：250 mL，冷凝蓋及其裝置可參考圖一及圖二。

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 (或氮氣)：純度 99.9% 以上。
- (四) 試劑水：不含待測物之去離子水，其比電阻應大於 16 MΩ-cm。
- (五) 濃鹽酸：試藥級。
- (六) 鹽酸溶液，5% (v/v)：將 50 mL 濃鹽酸加入於約 500 mL 試劑水中，稀釋至 1 L。
- (七) 氫氧化鈉溶液，0.1 M：溶解 4.0 g 氫氧化鈉於試劑水中，並定量至 1 L。
- (八) 氫硼化鈉溶液，0.5% (w/v)：溶解 5 g 氫硼化鈉溶於 1 L 0.1 M 氫氧化鈉溶液，使用前配製。
- (九) 硒儲備溶液：溶解 1.6332 g 之硒酸 (H₂SeO₃) 於試劑水中，以試劑水定量至 1,000 mL (1.00 mL=1,000 μg Se)。亦可使用市售經確認之標準溶液。
- (十) 硒標準溶液：連續稀釋硒儲備溶液至硒濃度為 150 μg/L。

六、採樣及保存

依各飲用水處理藥劑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不純物檢測之樣品製備法製備樣品。
2. 精取 25.0 mL 製備液或適量體積置於 250 mL 附冷凝設備之三角燒瓶中，並加入 20 mL 濃鹽酸。
3. 以 80°C 水浴加熱 30 分鐘後，冷卻至室溫。
4. 以試劑水定量至 50 mL。

(二) 儀器操作

原子吸收光譜儀因廠牌及形式的不同，其操作方法亦有所不同。請參照各儀器廠商提供之操作程序進行分析。

(三) 檢量線製備

1. 精取適當之標準溶液，序列稀釋成至少五種不同濃度（不含空白）之檢量線標準溶液，如精取 0、0.10、0.50、1.00、1.50 及 2.00 mL 硒標準溶液，分別置於 250 mL 附冷凝裝置之三角燒瓶。
2. 分別加入約 20 mL 試劑水及 20 mL 濃鹽酸後，以 80°C 水浴加熱 30 分鐘。
3. 冷卻至室溫後以試劑水定量至 50 mL，如上述方法製備所得檢量線標準溶液，其硒濃度分別為 0、0.30、1.50、3.00、4.50 及 6.00 $\mu\text{g/L}$ 。
4. 依七(二)之儀器操作程序測定吸光度，以標準溶液濃度($\mu\text{g/L}$)為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製檢量線圖。
5. 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（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品）進行分析作確認，其分析結果應符合九、品質管制之規範。

(四) 樣品分析

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硒濃度。

八、結果處理

$$\text{飲用水處理藥劑中硒含量 (mg/kg)} = \frac{C \times V_1 \times V_2 \times D}{V_3 \times W}$$

C：由檢量線測得之硒濃度 (mg/L)。

V₁：製備液經七（一）樣品前處理後之定量體積 (mL)

V₂：樣品製備液之定量體積 (mL)

V₃：七（一）樣品前處理時製備液之取樣體積 (mL)。

D：上機稀釋倍數。

W：製備樣品時所秤取之樣品重 (g)。

九、品質管制

- (一) 檢量線：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。檢量線確認之相對誤差值應在 ±20% 以內。
- (二) 檢量線查核：每批次及每 10 個樣品分析結束時，檢量線必須以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行檢量線查核，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，空白分析值應小於兩倍方法偵測極限。
- (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其回收率應在 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 80~120% 範圍內。

十、精密度及準確度

- (一) 單一實驗室檢測依七、步驟(一)製備之試劑水，使用連續式氫化法配合火燄式原子吸收光譜儀測定，其方法偵測極限為 0.22 μg/L。
- (二) 單一實驗室對不同處理藥劑基質執行添加分析其精密度及添加回收率如表所示。

十一、參考資料

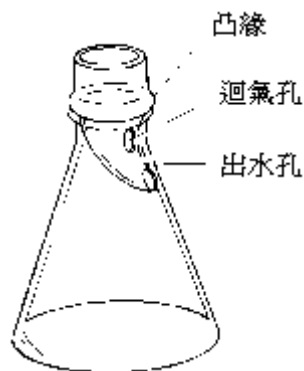
- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，「飲用水處理藥劑不純物檢測方法驗證」期末報告，EPA-86-3S3-09-02，1997。
- (二) 行政院環境保護署環境檢驗所，水質檢測方法，水中硒檢測方法—氫化硒原子吸收光譜法，W340，2006。
- (三) 行政院環境保護署環境檢驗所，飲用水處理藥劑檢測方法，飲用水處理藥劑聚矽酸鐵中重金屬及氫鹽不純物含量檢測之樣品製備法，NIEA D419，2010。

表 硒之分析精密度及添加回收率

飲用水處理藥劑	標準品添加 濃度(mg/kg)	添加回收率 (%)	精密度 (%)	分析次數
液態氯化鐵	0.60	91.7	12.4	3
氫氧化鈣	2.04	96.7	3.24	3
液態硫酸鋁	1.78	83.5	14.0	3
聚矽酸鐵	0.60	103.5	2.48	7



圖一 冷凝蓋參考示意圖



圖二 三角燒瓶附冷凝蓋裝置參考示意圖