

中華民國國家標準	水中總汞檢驗法 (冷蒸氣非火焰式原子吸光光譜法)	總號	13109
<b>CNS</b>		類號	K9116

Method of Test for Total Mercury in Water by  
Flameless Atomic Absorption Spectrophotometry

1. 適用範圍：本標準規定以冷蒸氣非火焰式原子吸光光譜儀測定水中總汞之定量法。
2. 方法概要：以253.7nm波長之紫外光射線測定汞蒸氣吸光度之方法。溶液中汞被還原為金屬態汞於密閉系統中，此蒸氣被導入原子吸光光譜儀之測定光徑，所測得之吸光度與汞濃度成一定關係。利用此關係求取總汞之含量。
3. 檢驗法種類：依冷蒸氣非火焰式原子吸光光譜法之前處理方式，分成下列三種。
  - 3.1 過錳酸鹽—過硫酸鹽前處理法：本法之最低偵測汞濃度為0.05  $\mu\text{g/L}$ ，適用於工業廢水，家庭污水及地表水之測定。本處理方法係加入過錳酸鉀及過硫酸鉀於測定試樣，在95°C下處理，將所有形態存在之汞轉化成二價汞，以氫氧化胺還原過剩之氧化劑，以氯化錫(II)還原二價汞為金屬態汞，於常溫下通氣使汞蒸發經非火焰式原子吸光光譜儀在253.7nm波長下定量之。
  - 3.2 紫外光線照射前處理法：本法之最低偵測汞濃度為0.2  $\mu\text{g/L}$ ，通用於飲用水及飲用加工水。本處理方法係將測試水樣經紫外線持續照射十分鐘，以分解有機質及有機汞化物而將汞轉化成二價汞，以氯化錫(II)還原二價汞為金屬態汞，於常溫下通氣使汞蒸發經非火焰式原子吸光光譜儀在253.7nm波長下定量之。
  - 3.3 溴處理法：本法之最低偵測濃度為0.05  $\mu\text{g/L}$ ，適用於淡水、軟化水、鹽水、飲用水及其他含少量有機質之水。本處理方法係將測試水樣以溴於45°C下處理，將汞轉化成二價汞。以氫氧化胺還原過剩之氧化劑，以氯化錫(II)還原二價汞為金屬態汞，於常溫下通氣使汞蒸發經非火焰式原子吸光光譜儀在253.7nm波長下定量之。
4. 干擾物
  - 4.1 海水，食鹽水或高濃度氯離子之工業廢水，消耗較多量之過錳酸鉀溶液(約25mL)使氯離子氧化為游離氯，它在253.7nm波長有吸收放射能而產生干擾。故此時應加入過剩之氫氧化胺。並在加入氯化錫(II)之前應排除反應瓶空間之氣體。
  - 4.2 某些揮發性有機物質在253.7nm波長也有吸收放射能而產生干擾。
5. 檢驗法
  - 5.1 過錳酸鹽—過硫酸鹽前處理法
    - 5.1.1 儀器
      - (1) 原子吸光光譜儀：具有低壓汞燈(或汞中空陰極管)或汞蒸氣測定裝置，如圖1所示。
      - (2) 記錄計：具有最高信號標示計或峰面積積分儀。
      - (3) 曝氣瓶：具有最高填充標記之高筒型瓶，如圖1所示。
      - (4) 試樣槽：適合於分光儀長度之石英或其他能透過253.7波長者。
      - (5) 汞去除裝置：直徑10~30mm，長100~300mm。
      - (6) 水浴：能設定溫度95°C者。
    - 5.1.2 試藥：在本檢驗法中所使用之試藥，除特別指定之試藥外，均應符合中國國家標準(CNS)化學試藥所規定或具有同等以上純度者。
      - (1) 蒸餾水：去礦質蒸餾水或無汞之同等純度者。
      - (2) 硫酸：密度(20°C) 1.84g/mL
      - (3) 硫酸：(1+1)
      - (4) 硝酸：密度(20°C) 1.42g/mL
      - (5) 氫氟酸：密度(20°C) 1.19g/mL

(共 10 頁)

公布日期  
81年12月28日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期  
年 月 日

印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

A4 (210X297)

- (6) 氫氨酸溶液：取氫氨酸10mL稀釋成1L。
- (7) 過錳酸鉀溶液 (50g/L)：溶解50g過錳酸鉀於水中並稀釋成1L，貯存於附瓶塞之棕色玻璃瓶中。
- (8) 過硫酸鉀溶液 (50g/L)：溶解5g過硫酸鉀於水中並稀釋成100mL。此溶液需每日配製。
- (9) 氫氯化胍溶液 (100g/L)：溶解10g氫氯化胍於水中並稀釋成100mL。
- (10) 氯化錫 (II) 溶液 (100gSnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O/L)：溶解25gSnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O或13g錫於熱氫氨酸50mL，待冷後以蒸餾水稀釋成250mL。
- (11) 二鉻酸鉀溶液：4g/L酸性溶液：溶解4g二鉻酸鉀於500mL水，並小心加入500mL 硫酸或硝酸。
- (12) 碘溶液 (汞吸收液)：於30g/L碘化鉀溶液中含有2.5g/L碘。
- (13) 汞儲備液 (1mg Hg/mL)：精稱1.354g氯化汞 (II) 至0.001g，移入1L量瓶，加入25mL第5.1.2 (5) 節之氫氨酸，並以蒸餾水稀釋至1L。此液貯存於硼矽酸鹽製玻璃瓶或PE瓶，有效期限為約1個月。
- (14) 汞標準液 (10mg Hg/L)：以第 5.1.2 節 (6) 之氫氨酸溶液稀釋汞儲備液10.0 mL至1L。此液應於使用當天配製。
- (15) 汞標準液 (0.1mg Hg/L)：以第 5.1.2 節 (6) 之氫氨酸溶液稀釋汞儲備液 (10mg Hg/L) 10.0mL至1L。此液應於使用當天配製。
- (16) 壓縮空氣或惰性氣體。

5.1.3 水樣：水樣收集後立刻以第5.1.2 (4) 節之硝酸調整pH為1 以下。若不立即試驗時，除加入第5.1.2 (4) 節硝酸外，須加過錳酸鉀溶液4mL於水樣1L中。如果有必要，可多加過錳酸鉀溶液至水樣呈粉紅色。此水樣可貯存於硼矽酸鹽玻璃瓶或PE瓶中。

#### 5.1.4 步驟

- (1) 測定試樣：將所有水樣以第5.1.2 (9) 節之氫氯化胍溶液完全溶解所有二氧化錳後立刻採取水樣各100mL兩份。其中一份立即進行試驗。另一份作為調整試驗。
  - (2) 取試樣100mL或適量水樣以水稀釋成100mL，使汞含量不大於1 μg，移至錐形瓶並以共栓塞住。
  - (3) 小心加入10mL第5.1.2 (2) 節之硫酸和2.5mL第5.1.2 (4) 節之硝酸混合均勻。
  - (4) 加入15mL第5.1.2 (7) 節過錳酸鉀溶液，若濃厚紫色未持續15分鐘以上，再加上過錳酸鉀溶液約15mL以得到持續15分鐘以上之紫色。
  - (5) 加入8mL第5.1.2 (8) 節之過硫酸鉀溶液，並在95°C水浴中加熱2小時。然後冷卻至室溫。
  - (6) 加入第5.1.2 (9) 節之氫氯化胍溶液直至顏色消失，且所有錳氧化物溶解為止。將此溶液移至偵測系統之曝氣瓶中，需要時加水稀釋至標線。
  - (7) 加入2mL第5.1.2 (10) 節之氯化錫 (II) 溶液，混合後靜置30秒，迅速連結至汞測定裝置，通以預先設定之最適流量空氣或氮，於常溫下將汞蒸發，經非火焰式原子吸光光譜儀測定253.7nm波長之吸光度。
  - (8) 以蒸餾水100mL作為空白試驗。依本小節 (3) 之步驟，求指示值。以修正測定試樣指示值。
  - (9) 由檢量線求汞含量。
- 5.1.5 檢量線製備：於0.1~10 μg/L汞濃度範圍內依階段方式配置至少5個檢量標準用汞溶液，加水稀釋成100mL後依第5.1.4節 (2) 至 (7) 之步驟操作。另取蒸餾水100mL同樣處理，繪製汞含量 (μg) 指示值之關係線作為檢量線。

### 5.1.6 計算

$$\text{汞} (\mu\text{g}/\text{mL}) = \frac{A}{V} \times 10^3$$

式內，A：測定試樣之汞檢測量 ( $\mu\text{g}$ )  
V：水樣採取量 (mL)

## 5.2 紫外線照射前處理法

### 5.2.1 儀器

- (1) 原子吸光光譜儀：如第5.1.1節 (1)。
- (2) 記錄計：如第5.1.1節 (2)。
- (3) 浸水式紫外線燈管及照射箱 (參考圖二、三、四)：可裝入至少100mL水樣或適合於紫外線燈者。燈管為中低者，水樣之冷卻係藉水浴或通入冷卻用水之蛇管而環繞於照射箱。
- (4) 曝氣瓶：如第5.1.1節 (3)。
- (5) 電磁攪拌器：磁力攪拌子 (照射箱及水浴用)。
- (6) 吸收槽：如第5.1.1節 (4)。

### 5.2.2 試藥：如第5.1.2節所提者。

### 5.2.3 水樣：採取水樣後之各水樣1L中加入50mL第5.1.2節 (11) 二鉻酸鉀溶液。

### 5.2.4 步驟

- (1) 組合光化學反應器，儘可能通入氮後打開UV燈管預熱數分鐘。將第5.2.3節測定用水樣100 mL置於照射箱內並加入磁力攪拌子。連接照射箱與光化學反應器，並放入置有磁力攪拌子之水浴中，照射10分鐘。
- (2) 自光化學反應器取出照射箱，將照射後之溶液移入曝氣瓶中，調節至 $20 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。
- (3) 以下依第5.1.4節 (7) 步驟操作。
- (4) 以蒸餾水100mL，加入5mL第5.1.2節 (11) 二鉻酸鉀溶液作為空白試驗，依本小節 (2) 及 (3) 之步驟，求取指示值，以修正測定試樣指示值。
- (5) 由檢量線求汞含量 ( $\mu\text{g}$ )。

### 5.2.5 檢量線製備：於 $0.1 \sim 10 \mu\text{g}/\text{L}$ 汞濃度範圍內，依階段方式配置至少5個檢量標準用汞溶液，加水稀釋成100mL後加入5mL第5.1.2節 (11) 二鉻酸鉀溶液，依第5.2.4節 (1)，(2) 及 (3) 之步驟操作。另取蒸餾水100mL同樣處理，繪製汞含量 ( $\mu\text{g}$ ) - 指示值之關係線作為檢量線。

### 5.2.6 計算

$$\text{總汞量} (\mu\text{g}/\text{mL}) = A \times 10 \times 1.05$$

式內A：測定試樣之汞檢測量 ( $\mu\text{g}$ )

## 5.3 溴處理法

### 5.3.1 儀器

- (1) 原子吸光光譜儀：如第5.1.1節 (1)
- (2) 記錄計：如第5.1.1節 (2)
- (3) 曝氣瓶：如第5.1.1節 (3)
- (4) 電磁攪拌器：附有磁力攪拌子
- (5) 吸收槽：如第5.1.1節 (4)
- (6) 汞去除裝置：如第5.1.1節 (5)

### 5.3.2 試藥：如第5.1.2節所提者以外，規定如下

- (1) 硝酸溶液：取第5.1.2節 (4) 硝酸17mL，以蒸餾水稀釋成100mL。
- (2) 溴溶液 (15g/L)：量取0.5L溴 (密度為 $3.12\text{g}/\text{mL}$ ) 以蒸餾水稀釋成100mL。此溶液貯存於附瓶塞玻璃瓶中，有效期限為1週。
- (3) 溴-硝酸溶液 (1.5g  $\text{Br}_2/\text{L}$ )：加入 (a) 硝酸溶液10mL於 (b) 溴溶液10mL，並以蒸餾水稀釋成100mL，做為洗滌玻璃器皿用。