

中華民國國家標準	深層海水檢驗法－鉛之測定	總號	15091-20
CNS		類號	N7001-20

Method of test for deep sea water – Determination of lead

1. 適用範圍：本標準規定深層海水中微量溶解態重金屬中鉛之檢驗。
2. 檢驗方法：由於海水中的鉛濃度含量極微，又有巨量的鹽類基質存在，普遍使用之分析方法是先將樣水進行過濾酸化並以緩衝溶液調整至適當酸鹼值，然後以鉗合離子交換樹脂進行濃縮與去鹽過程，最後再將濃縮液以石墨爐式之原子吸收光譜儀(GF-AAS)或是更高等級之感應耦合電漿質譜儀(ICP-MS)進行測定。本方法係參考環檢所公告之鉗合離子交換樹脂濃縮法，並以石墨爐式原子吸收光譜儀檢測，但若遇到樣本濃度甚低時可改用感應耦合電漿質譜儀進行測定。
3. 器材及儀器
 - 3.1 天平：可精稱至 0.0001 g。
 - 3.2 塑膠材質之量筒、燒杯、定容瓶、樣水瓶數個。
 - 3.3 自動滴液管(autopipet)：0.01、0.1、0.5、1.0、5.0 mL。
 - 3.4 分注器(dispenser)：1 mL、2 mL、5 mL。
 - 3.5 試劑容器：鐵氟龍或聚丙烯材質。
 - 3.6 濾膜：孔徑 0.4 μm Polycarbonate 材質之 Nuclepore 濾膜。
 - 3.7 濃縮管柱：層析管柱(Bio-Rad Lab.型號 731-1550)。
 - 3.8 鉗合離子交換樹脂：鈉基之鉗合離子交換樹脂(Chelex-100；100-200 mesh；Bio-Rad Lab.)。
 - 3.9 過濾系統：過濾幫浦、濾頭、濾杯等。
 - 3.10 石墨管(L'vov Platform Graphite Tube)。
 - 3.11 石墨爐式原子吸收光譜儀：單或雙光束儀，含光柵分光單光器、光電倍增管、可調式狹縫、波長範圍 190～800 nm，且需有背景校正者。
 - 3.12 Class 100 或更好之無塵室或無塵台。
4. 超純度試劑與配製
 - 4.1 超純水：經逆滲透、二次蒸餾水、去離子過程處理。總有機碳濃度 $\leq 10 \mu\text{g/L}$ ，電阻 $\geq 18.2 \text{ m}\Omega$ 。
 - 4.2 硝酸(2 M)：取 125 mL 之超純度硝酸(如 $\text{HNO}_3=16 \text{ M}$ ；J.T.Baker Chemicals Inc.或同等級之產品)以超純水稀釋定容至 1000 mL。
 - 4.3 氨水(2M)：取約 260 mL 之超純度氨水(如 $\text{NH}_4\text{OH}\approx 7.7 \text{ M}$ ；J.T.Baker Chemicals Inc.或同等級之產品)以超純水稀釋定容至 1000 mL。
 - 4.4 冰醋酸銨：超純度冰醋酸銨(如 J.T.Baker Chemicals Inc.或同等級之產品)
 - 4.5 醋酸銨緩衝溶液(pH=5.5)：取 60 mL 超純度之冰醋酸倒入已裝有約 500 mL 超純

(共 4 頁)

公 布 日 期 96 年 6 月 26 日	經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行	修 訂 公 布 日 期 年 月 日
--------------------------	----------------------------	----------------------

水之體積 1000 mL 的定容瓶中，然後加入 95 mL 超純度的氨水混合後，最後再以超純水定容至 1000 mL，該緩衝溶液之 pH 值約為 5.5。(此配法會因使用藥品濃度的差異而有所不同，使用者必需自行測試)。

4.6 儲備溶液：市售濃度 1000 mg/L 的鉛標準儲備溶液。

4.7 海水微量金屬參考標準樣本(Seawater Reference Material for Trace Metals ; NASS-5)：市售之標準品。

5. 離子濃縮管柱的製作 (在無塵室或無塵台進行)

5.1 將 2 g 之樹脂裝填於濃縮管柱中，放置於合適的支架上，然後依序以下列方式淋洗。

5.2 超純水：10 mL，每次 2 mL，分 5 次進行。

5.3 硝酸(2 M)：3 mL，每次 1 mL，分 3 次進行。此時樹脂會縮小。

5.4 超純水：10 mL，每次 2 mL，分 5 次進行。

5.5 氨水(2 M)：3 mL，每次 1 mL，分 3 次進行。此時樹脂會膨脹。

5.6 超純水：25 mL，每次 5 mL，分 5 次進行。

6. 樣本過濾與濃縮步驟：(在無塵室或無塵台進行)

6.1 過濾

6.1.1 濾膜及過濾器材的清洗方式：以 15 %超純硝酸浸泡 72 小時，再以超純水清洗 3 次以上，將硝酸完全去除後，風乾備用。所有過濾器材使用前以 40% 超純硝酸浸泡 48 小時以上，然後再以超純水洗淨備用。

6.1.2 將採取之樣水以已事先洗淨之濾膜過濾，取濾液 1000 mL 注入已裝有 30 mL 醋酸銨緩衝溶液的鐵氟龍瓶中。

6.2 濃縮：將上述已過濾之樣水連接上已製作好之離子濃縮管柱，以約 4 mL/min 的流速讓樣水通過離子濃縮管柱，直至樣水完全通過管柱為止。

7. 離子濃縮管柱的流洗及沖提步驟：(在無塵室或無塵台進行)

7.1 流洗步驟

7.1.1 超純水：5 mL，每次 1 mL，分 5 次進行。

7.1.2 醋酸緩衝溶液：20 mL，每次 5 mL，分 4 次進行。

7.1.3 超純水：5 mL，每次 1 mL，分 5 次進行。

7.2 沖提步驟

7.2.1 在濃縮管柱下放置一支 15 mL 的塑膠試管。

7.2.2 以 10 mL 的硝酸(2 M)進行沖提，每次 2 mL，分 5 次進行。

7.2.3 將收集在試管中的濃縮液以天平精稱定量。

8. 試劑空白值：在無塵室或無塵台內以 1000 mL 超純水依前述方法進行濃縮，所得之回收液上機測定，即為試劑空白值。

9. 檢量線的製作：在無塵室或無塵台內配製一空白和至少 5 個濃度(1、2、3、4、5 µg/L)的標準溶液，以建立檢量線。檢量線各濃度應重覆分析 3 次，取平均吸光值(尖峰高度或尖峰面積)。

10. 分析步驟：將濃縮樣本取適量體積注入石墨爐內，依照儀器預設之昇溫程式進行乾

燥、灰化、原子化的步驟。每個樣本應重覆分析 3 次，將分析所得之平均吸光值訊號(尖峰高度或尖峰面積)與檢量線比較，以計算出濃縮樣本鉛之濃度，將所得濃度除以濃縮倍率，將此值減掉試劑空白值濃度(濃度除以濃縮倍率)，即得深層海水鉛之濃度。

11. 品質管制

11.1 檢量線：每批次樣本皆重新製作檢量線，其線性相關係數(R^2 值)大於或等於 0.995。

11.2 檢量線確認：每次檢量線製作完成後，隨即以不同於檢量線製作來源的標準品確認。

11.3 空白分析：每批樣本至少需進行一次空白樣本分析。

11.4 國際公認之海水微量金屬標準參考樣本(NASS-5)加入緩衝溶液後依本方法進行濃縮測定，分析值與標準參考樣本的認證值比需在 20%~180%之間。

備考：深層海水泛指位於海平面 200 公尺以下之海水，太平洋海水中溶解態的微量重金屬－鉛的濃度範圍約介於 0~100 pM (10^{-12} mol/L)之間。其主要來自於大氣顆粒沉降至海洋所產生，又因其具有親顆粒的特性，因此其濃度會有隨深度增加而降低的趨勢。圖 1 就是北太平洋鉛濃度隨深度變化之範例(Bruland, 1983)。

圖 1 北太平洋夏威夷海洋時間序列觀測實驗站(HOT)鉛(Pb)濃度隨深度變化(after Boyle et al., 2005)

