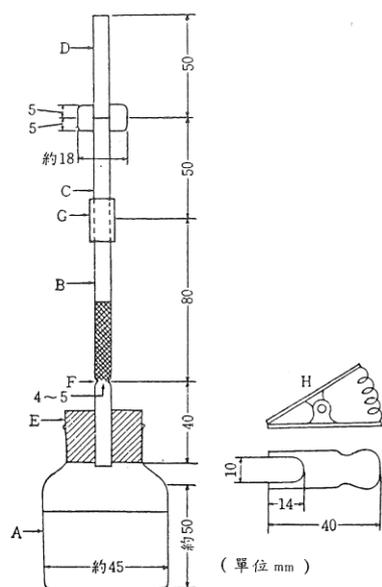


附錄A 一般試驗法

8. 砷檢查法：除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中砷含量。

第I法：本法係基於砷化氫遇溴化汞試紙作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。此限量通常以 As_2O_3 計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如圖所示。



A：氣體發生瓶，內容量約60 mL，有40 mL之標線。

B：內徑約6.5 mm之玻璃管。

C及D：均為內徑6.5 mm之玻璃管，連接部內徑6.5 mm，外徑約18 mm，其內緣及外緣為同心圓，二管連接處為磨砂面。臨用前將溴化汞試紙夾入接觸層中。

E：橡皮塞。

F：玻璃管B之狹細部，用以填塞約30 mm高之玻璃棉，臨用前以醋酸鉛試液與水之等容量混液均勻潤濕後，自下端輕吸除去過量混液。

G：橡皮管。

H：夾子。

I-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

取正文規定量之檢品，加水5 mL，必要時加溫溶解供作檢品溶液。除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴，以氫試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液(As_2O_3) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀鹽酸(1:2) 5 mL及碘化鉀試液5 mL，放置2~3分鐘後，加酸性氯化亞錫試液5 mL，靜置10分鐘，再加水至40 mL，將無砷鋅粒(20號篩) 2 g投入後，立即將已連接並夾有溴化汞試紙之C、D管與B管之橡皮塞 E接裝氣體發生瓶A上，再浸入25°C水中至瓶肩部，放置1小時後，取出溴化汞試紙，儘速觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為深。

I-2法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製

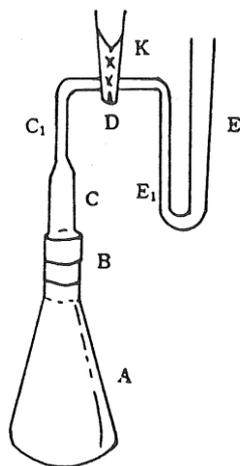
取正文規定量之檢品，置白金、石英或瓷製坩鍋中，加2%硝酸鎂乙醇溶液10 mL，點火將乙醇燃盡後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如有碳化物殘留，加少量2%硝酸鎂乙醇溶液潤濕，再以450~550°C熾灼灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，置水浴上加溫溶解，供作檢品溶液，除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍

試液1滴，以氫試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液(As_2O_3) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：同I-1法-(2)。

第II法：本法係基於砷化氫與二乙基二硫代胺基甲酸銀作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。此限量通常以As計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如下圖所示。



A：氣體發生瓶，內容量125 mL錐形燒瓶。

B：磨砂標準接頭24 / 40。

C：氣體洗淨管，內徑25 mm，臨用前置入預以飽和醋酸鉛溶液浸濕經再擠乾之精製棉二團，期間留空隙，置於室溫減壓乾燥器內乾燥之。

C₁及E₁：玻璃管，內徑2 mm、外徑8 mm。

D：球形接頭。

E：吸收管，形狀似15 mL標準離心管。

K：固定夾，夾唇呈叉狀，以套入C₁及E₁而固定D。

II-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按正文規定方法配製之檢液，移入氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作檢品溶液。另精確量取砷標準溶液(As) 3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀硫酸(1:5) 20 mL、碘化鉀試液2 mL、氯化亞錫鹽酸試液0.5 mL及異丙醇1 mL混勻，靜置30分鐘。於吸收管內置入二乙基二硫代胺基甲酸銀試液3.0 mL為吸收液。於氣體發生瓶內加入鋅粒3.0 g (20號篩)，並立即連接氣體發生瓶、洗淨管及吸收管。將氣體發生瓶置於 $25 \pm 3^\circ C$ 之水浴中，每隔10分鐘輕搖之。經45分鐘後，將吸收液移入1 cm貯液管，於525 nm測定其吸光度，以二乙基二硫代胺基甲酸銀試液為空白對照液。檢品溶液所呈之吸光度不得較對照溶液所得者為大。

[註]：干擾物質：金屬或其鹽類如鉻、鈷、銅、汞、鉬、鎳、鈹及銀可能干擾砷化氫之發生，銻則形成銻化氫，而與二乙基二硫代胺基甲酸銀試液作用呈色，但此呈色於波長525 nm處之吸光度無明顯影響，致可略而不計。

II-2法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，取檢品1.0 g置於氣體發生瓶中，加硫酸5 mL及玻璃小珠數粒，於排氣櫥內加熱至開始碳化，碳化前先加熱至 $120^\circ C$ 。必要時再多加少量硫酸，使檢品潤濕，但所用硫酸之總量不得超過10 mL。殆與硫酸反應完成後，放冷，小心滴加30%過氧化氫1滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，搖勻，再繼續滴加第2滴，如此小心反覆操作，在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，又若發生過多泡沫時，應暫停加熱，在此分解過程中，須時時搖動，以防止未反應物質形成結塊附著於瓶壁或瓶底。若混合液顏色變深或呈棕色，則滴加過氧化氫，繼續分解，直至

檢品全部分解而放出大量三氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色為止。放冷，小心加水10 mL，蒸發至再生濃煙，必要時，重覆此操作，以完全除去殘留之過氧化氫，放冷，小心加水10 mL，混合均勻，用極少量之水沖洗瓶壁，並加水使成35 mL，供作檢品溶液。另精確量取砷標準溶液3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加水使成35 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法：同II-1法-(2)。