

行政院環境保護署公告

中華民國 105 年 8 月 4 日

環署檢字第 1050062788 號

主 旨：預告廢止「水中拉草及丁基拉草檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W645.50A）」。

依 據：行政程序法第 151 條第 2 項準用第 154 條第 1 項。

預告事項：

- 一、廢止機關：行政院環境保護署。
- 二、廢止依據：水污染防治法第 68 條、海洋污染防治法第 9 條第 3 項、飲用水水質標準第 7 條、飲用水水源水質標準第 8 條。
- 三、廢止理由：旨揭公告已整併納入「水中拉草及丁基拉草檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W645.51A）」草案，爰配合辦理廢止預告。
- 四、原公告及廢止總說明如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（http://www.niea.gov.tw/analysis/epa_www.htm）「環境檢測方法草案預告」網頁。
- 五、對於本案內容有任何意見或修正建議者，請於本預告刊登公報之次日起 14 日內陳述意見或洽詢：
 - (一) 承辦單位：行政院環境保護署環境檢驗所
 - (二) 地址：桃園市中壢區民族路 3 段 260 號
 - (三) 電話：(03)4915818 分機 2117
 - (四) 傳真號碼：(03)4910419
 - (五) 電子郵件：tjlin@mail.niea.gov.tw

署 長 李應元

水中拉草及丁基拉草檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W645.50A） 廢止總說明

行政院環保署於八十二年公告「水中拉草及丁基拉草檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W645.50A）」並於九十一年公告修正前開方法 W645.50A 之法源依據為飲用水水源水質標準第八條、飲用水水質標準第七條、海洋污染防治法第九條第三項以及水污染防治法第六十八條。

為配合現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引之編輯格式，重新檢視不合時宜之舊版方法內容，並依前開法源辦理「水中拉草及丁基拉草檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W645.50A）」之廢止事宜。

水中拉草及丁基拉草檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法

中華民國 82 年 8 月 11 日(82)環署檢字第 24890 號公告
NIEA W645.50A

一、方法概要

水樣以二氯甲烷萃取，萃取液脫水濃縮後，將濃縮液中殘存之二氯甲烷以正己烷置換，然後經過矽酸鎂（Florisil）淨化管除去雜質，收集洗液後濃縮並定容，注入氣相層析儀，使用電子捕捉偵測器測定水樣中拉草（Alachlor）與丁基拉草（Butachlor）之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、地表水、地下水及放流水中拉草與丁基拉草之檢驗。

三、干擾

- （一）試藥、溶劑或玻璃器皿所含之雜質，可能污染並干擾分析結果，故試藥及溶劑宜使用殘量分析級或高純度者，並依需要使用蒸餾、結晶等方法純化之。為確保試藥或溶劑之適用性，必須執行空白試驗。
- （二）鄰苯二甲酸酯會引起分析上嚴重之干擾，此類污染常源自塑膠器皿，故在採樣及分析過程中，不可使用塑膠器皿。
- （三）水樣中其他油溶性雜質亦可能一併萃出，雜質之種類及數量依個別之水樣而異，通常可以矽酸鎂淨化管移去，但亦可能需特別處理之。

四、設備

- （一）採樣瓶：1L，棕色玻璃製，附螺旋瓶蓋，瓶蓋內襯為鐵氟龍墊片；若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以避免光照。
- （二）分液漏斗：500mL，玻璃製，附鐵氟龍活栓。
- （三）減壓濃縮裝置。
- （四）水浴：可加熱至 90℃，溫度控制在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以內者。
- （五）脫水用玻璃管柱：300mm×20mm（內徑），附鐵氟龍活栓。若使用玻璃活栓，不得使用潤滑油脂。
- （六）淨化用玻璃管柱：300mm×20mm（內徑），附鐵氟龍活栓。若使用玻璃活栓，不得使用潤滑油脂。

- (七) 量瓶：棕色，硼矽玻璃材質，10.0mL。
- (八) 天平：可精秤至 0.1mg。
- (九) 微量注射器 (10.0 μ L) 或自動注射器。
- (十) 氮氣：純度為 99.999% 以上，並需使用去水及去氧裝置淨化之。
- (十一) 氣相層析儀，附電子捕捉偵測器。儀器分析條件如下（僅供參考用，可視實際需要適當調整之）：
- (十二) 層析管
 - 1. 1.8m \times 2mm（內徑）玻璃管柱，填充物為 3% OV-1，覆於 Supelcoport (100-200mesh) 或其他同等級材質之固體支持物。
 - 2. 如利用毛細管層析管柱，其規格為：30m \times 0.53mm（內徑）毛細管柱，固定相為 DB-5（或同級品）。
 - 3. 其他極性類似之層析管。

五、試劑

- (一) 試劑水：試劑水之定義為，在測定化合物的方法偵測極限 (MDL) 時，沒有偵測到待測化合物及干擾物之水。
- (二) 正己烷、異辛烷 (Isooctane)、丙酮、二氯甲烷：殘量分析級或同等級品，視需要以玻璃器皿蒸餾保存之。
- (三) 無水硫酸鈉：純度大於 99% 者。若含干擾分析之物質，使用前應以 400 $^{\circ}$ C 加熱約 3 小時，以除去干擾物質。
- (四) 矽酸鎂：60-100mesh，經 680 $^{\circ}$ C 活化且貯存於棕色玻璃瓶者。使用前以 130 $^{\circ}$ C 活化至少 16 小時，其內若含干擾分析之物質，則可於使用前直接以 400 $^{\circ}$ C 加熱約 3 小時，以除去干擾物質並活化之。
- (五) 儲備標準溶液：分別秤取約 10mg（精秤至 0.1mg）已知純度之拉草與丁基拉草標準品置於 10mL 之量瓶中，以異辛烷溶解後，稀釋至刻度，貯存於棕色之試藥瓶（瓶蓋需有鐵氟龍內襯），4 $^{\circ}$ C 冷藏。在計算儲備標準溶液之濃度時，若該化合物的純度為 96% 或更高時，則所秤的重量可直接使用而不需再校正。本儲備標準溶液可保存六個月。

六、採樣與保存

以乾淨之玻璃採樣瓶收集水樣約 1L（採樣瓶不得以擬採之水預洗）。採集之水樣須在暗處 4℃ 冷藏，並於 72 小時內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。如水樣無法在 72 小時內完成萃取，則應以氫氧化鈉或硫酸調整 pH 至 5.0-9.0（記錄酸或鹼之使用體積），並於 7 天內完成萃取。

七、步驟

（一）檢量線製備

1. 分別精取適量之前述欲測化合物儲備標準溶液，混合置於量瓶中，以正己烷配製不同含量範圍之標準溶液，依適用範圍製備檢量線。適用於飲用水及地表水之檢量線，其拉草及丁基拉草含量各約為 0，10，20，40，80 及 100pg；適用於放流水之檢量線，其拉草及丁基拉草含量各約為 0，100，200，400，800 及 1,000pg。
2. 依設備四、（十一）所述儀器分析條件，以微量注射針或自動注射器注入前述標準溶液 1.0~2.0 μ L，所得之層析圖譜應與圖一或圖二相似。記錄各化合物之滯留時間與波峰面積，以化合物注入量（ng）為 X 軸，波峰面積為 Y 軸，繪製檢量線圖。

（二）水樣分析

1. 將水樣搖盪混合均勻後，取出 300mL（設為 VmL）水樣置於 500mL 之分液漏斗中，以二氯甲烷萃取三次，每次使用量分別為 100mL、100mL 及 50mL，每次搖動 1 分鐘。將少許玻璃棉放入脫水玻璃管柱之底部，閉栓，倒入 20mL 正己烷，加入約 8g 無水硫酸鈉，輕敲脫水管柱使無水硫酸鈉沉降。前述二氯甲烷萃取液分別通過脫水管柱之後，將萃取液合併收集於圓底燒瓶。
2. 以減壓濃縮裝置（40℃，560mmHg）將收集液濃縮至近乾，加入 2~3mL 正己烷溶解殘留物。
3. 將少許玻璃棉放入淨化管柱之底部，閉栓，倒入 10mL 正己烷，加入約 2g 無水硫酸鈉。取小燒杯，內裝 30mL 正己烷，加入 10g 矽酸鎂，攪拌之，以除去氣泡。迅速倒入前述裝有 10mL 正己烷之淨化管，再加入約 2g 無水硫酸鈉於其上，開栓，讓正己烷流出，直至液面與無水硫酸鈉層表面平齊，閉栓，棄置洗液。輕敲淨化管柱使達適當緊密度。
4. 將上述七、（二）、2. 之濃縮液徐徐加入淨化管，開栓，使液面下降至硫酸鈉層表面後閉栓，以 2~3mL 正己烷分數次洗圓底燒瓶，洗液加入淨化管並開栓使液面下降至硫酸鈉層表面。

5. 以 40mL 正己烷溶液淋洗淨化管，棄置洗液。
6. 繼續以 40mL 含 2% 丙酮之正己烷溶液洗淨化管，棄置洗液。
7. 再以 60mL 含 10% 丙酮之正己烷溶液淋洗淨化管，收集洗液於圓底燒瓶。
8. 將收集液以減壓濃縮裝置濃縮至近乾，再以正己烷定量至適當體積（設為 V_1 mL）。
9. 依設備四、（十一）所述儀器分析條件，注入試樣 1.0~2.0 μ L（設為 V_2 μ L），比較其與標準品之滯留時間，以定性試樣是否含有欲測之化合物。

八、結果處理

由檢量線求得欲測化合物之檢出量 A (ng)，依下式計算水樣中拉草或丁基拉草之濃度：

$$\text{拉草或丁基拉草之濃度 } (\mu\text{g/ml}) = A \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{V} \times 10^3$$

A ：由檢量線求得之化合物檢出量 (ng)

V_1 ：定量之試樣總體積 (mL)

V_2 ：注入氣相層析儀之試樣體積 (μ L)

V ：水樣之體積 (mL)

九、品質管制

- （一）飲用水中拉草及丁基拉草之方法偵測極限分別為 24ng/L 及 90ng/L；農藥製造工廠廢水中拉草及丁基拉草之方法偵測極限分別為 168ng/L 及 276ng/L。
- （二）使用設備四、（十一）之儀器條件，分別注入一定體積之正己烷（濃縮 20 倍）、異辛烷，檢查層析圖譜有無雜質干擾，以確定溶劑之適用性。丙酮適用性之查核，可分別將 2~3mL 之丙酮置於小試管中，以氮氣吹至近乾，再以 1mL 之正己烷溶解殘留物，將所得之均勻溶液注入層析儀，檢核其層析圖譜有無雜質干擾。
- （三）從事水樣分析前，必須以 300mL 之試劑水依七、（二）步驟執行方法空白試驗，確定試劑及玻璃器皿均無污染之虞後方可進行分析。
- （四）為確保分析結果之可信度，必須以標準品及試劑水配製標準品之檢量

線含量範圍內之查核樣品，依七、（二）步驟檢驗，計算其標準偏差。從事水樣檢驗時，應添加適當濃度之標準溶液，以檢核回收率，回收率應涵括於 75-125% 範圍內。其檢核頻率至少為每批基質相同水樣之數目的 10%，若每批水樣之數目不超過 10 個，則至少每批需檢核 1 個。檢核回收率時，所添加標準品之濃度應為水樣中待測化合物濃度之 2 倍以上

（五）每一工作天均須查核檢量線之適用性，其方法如下：注射至少一種已知濃度之標準溶液，如所得化合物之波峰面積，與檢量線相對應之波峰面積差異在 15% 以上時，則須重新配製標準溶液及製備檢量線。

十、精密度與準確度

單一實驗室分析添加標準品之不同類別水樣之結果如下表所示：

添加標準品之不同類別水樣結果圖表

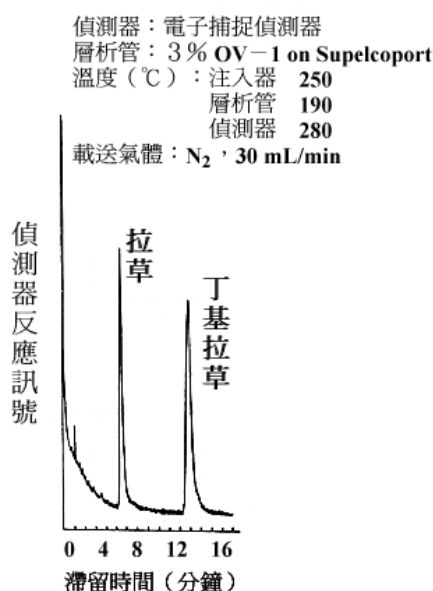
水樣類別	添加標準品類別	添加濃度 (ng/L)	標準偏差 (± ng/mL)	平均回收率 (%)	分析次數
試劑水 1	拉草	0.180	0.008	89.5	9
事業廢水 2	拉草	0.360	0.056	91.5	6
試劑水 1	丁基拉草	0.377	0.030	99.2	9
事業廢水 2	丁基拉草	0.755	0.092	96.9	6

1. 使用填充式層析管柱分析；2. 使用毛細管層析管柱分析

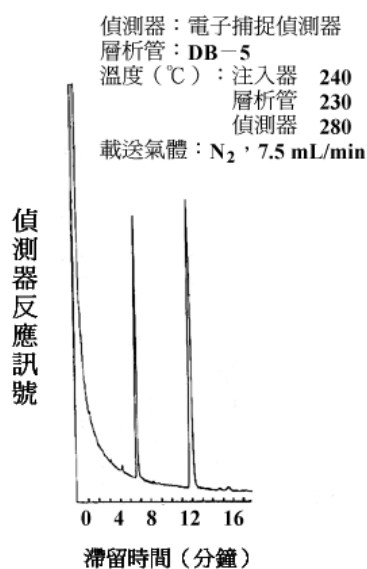
十一、參考資料

- （一）行政院衛生署環境保護局。1987。水中殘留農藥檢驗方法研究（一）。
- （二）李國欽、李泰林。1983。台灣常用農藥對水源污染之實況調查研究結果總報告。水污染防治所。

- (三) Cessna, A. J., Grover, R., Kerr, L. A. and Aldred, M. L. 1985. A multi-residue method for the analysis and verification of several herbicides in water. J. Agric. Food Chem. 33 : 504-507。



圖一、拉草與丁基拉草之氣相層析儀分析圖譜(填充式層析管柱)。



圖二、拉草與丁基拉草之氣相層析儀分析圖譜(毛細管層析管柱)。