

行政院環境保護署公告

中華民國 107 年 6 月 8 日

環署授檢字第 1070003575 號

主 旨：預告廢止「水中可氯丹檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W660.50B）」。

依 據：行政程序法第 151 條第 2 項準用第 154 條第 1 項。

公告事項：

- 一、廢止機關：行政院環境保護署。
- 二、廢止依據：土壤及地下水污染整治法第 10 條第 3 項。
- 三、廢止理由：旨揭公告已整併納入「水中可氯丹檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W660.51B）」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/niea/epa\\_www.asp](http://www.niea.gov.tw/niea/epa_www.asp)）「環境檢測方法草案預告」網頁及公共政策網路參與平台之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。
- 五、對於本草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 60 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@epa.gov.tw

署 長 李應元

## 水中可氯丹檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W660.50B）廢止 總說明

「水中可氯丹檢測方法—氣相層析儀/電子捕捉偵測器法（NIEA W660.50B）」（以下簡稱本方法）於九十二年一月十四日公告，九十二年四月十四日生效，因部分文字內容以及參考文獻已不符合檢測實務需求，且本方法已整併納入「水中可氯丹檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W660.51B）」草案，爰依土壤及地下水污染整治法第十條第三項規定廢止本方法。

## 水中可氯丹檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法

中華民國92年1月14日環署檢字第0920003818號公告  
自中華民國92年4月14日起實施  
NIEA W660.50B

## 一、方法概要

將水樣中所含的可氯丹以二氯甲烷進行液液萃取，萃取液去水濃縮後，將濃縮液中殘存之二氯甲烷以正己烷置換。或是採用 C18 材質之固相萃取管柱或膜進行固相萃取，再以二氯甲烷流洗，流洗液收集後，利用吹氮方式減容，再以正己烷置換並定容。如有干擾，減容後之萃取液可用管柱層析方式淨化，最後以氣相層析儀／電子捕捉偵測器檢測。

## 二、適用範圍

本方法適用於飲用水水質、飲用水水源水質、地面水體、地下水體及廢(污)水中可氯丹<sup>註1</sup>之檢驗。可偵測水樣中含  $0.1 \mu\text{g/L}$  以上之可氯丹水樣，在試劑水中方法偵測極限見表一。本方法限於對氣相層析法經驗豐富及熟悉氣相層析圖譜解析的分析員使用，或在其監督下使用。每位分析員必須證明其具有產生可接受的分析結果之能力。

## 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以使用殘量級 (Residue grade) 為原則。為確保試藥或溶劑之適用性，必須執行空白試驗。玻璃器皿使用完畢，應立即以方才使用之溶劑淋洗，然後以清潔劑洗，以水沖洗，繼之以去離子蒸餾水淋洗、晾乾，再以丙酮及正己烷淋洗，晾乾後以鋁箔紙封口，放置於乾淨地點，避免污染。
- (二)鄰苯二甲酸酯之污染為分析上之嚴重干擾，此類污染常源自塑膠器皿，故在採樣、分析過程中，不得使用塑膠器皿。
- (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，但亦可能需特別之處理。
- (四)水樣中如含多量之懸浮固體、藻類，需先以醋酸纖維材質之濾紙過濾之或採用液／液萃取。

## 四、設備及材料

## (二)濃縮裝置：

1.K.-D. (Kuderna-Danish) 濃縮及廢液回收裝置：如圖一。包括刻度

濃縮管（10.0 mL，容量應加以校正），蒸發瓶（500 mL），毛細玻璃管（內徑 1.0~1.5mm），史耐德管（Snyder column，3 球），冷凝管，廢液收集瓶。

2.減壓濃縮裝置（Rotary evaporator）。

(二) C-18 固相濃縮萃取膜裝置：硼矽玻璃製，設備參考圖二。

(三)C-18 固相濃縮萃取管柱裝置：設備參考圖三。

(四)樣品瓶：1 L，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，以避免陽光。

(五)分液漏斗：2 L，玻璃製，活栓材質為鐵氟龍，不得使用潤滑油脂。

(六)去水玻璃管柱：200mm ×20mm（內徑），活栓材質為鐵氟龍，不得使用潤滑油脂。

(七)水浴：可加熱至 90℃，溫度控制在 2℃以內者。

(八)淨化玻璃管柱：300 mm×20mm（內徑），活栓不得使用潤滑油脂。

(九)量瓶：10.0 mL，硼矽玻璃製。

(十)天平：可精確秤至 0.1 mg。

(十一)微量注射器：10.0μL。

(十二)氣相層析儀，附電子捕捉偵測器。儀器操作條件如下（供參考用，可視實際需要適當變化之）：

注射部溫度 225℃

分流比(split) 10：1

管柱溫度

最初 160℃保持 1 分鐘，次以每分鐘 10℃從 160℃升溫至 200℃，保持 5 分鐘，次以每分鐘 1.5℃從 200℃升溫至 250℃，保持 2 分鐘，再以每分鐘 15℃從 250℃升溫至 290℃，最後保持 1 分鐘。

偵測器溫度 300℃

載行氣體 氮氣，流速 2.37 mL/分

補助氣體 氮氣，流速 30 mL/分。

(十三) 層析管柱：

1. DB-1 30 m ×0.53 mm（內徑）×1.5μm(膜厚)之毛細管柱或同級品。

2. DB-608 30 m ×0.53 mm（內徑）×0.83μm(膜厚)之毛細管柱或同級品。

3. 其他性質相似之層析管柱。

## 五、試劑

(一)試劑水：不含有機物之試劑水，是指試劑水中干擾物之濃度低於方法

中待測物之偵測極限，此類試劑水可將自來水經由約 450 g 活性炭吸附床去除水中有機物而得，或亦可由純水製造系統製造而得到不含有有機物之去離子水。

- (二)正己烷、異辛烷 (Isooctane)、丙酮、二氯甲烷、乙醚 (Diethyl ether)：殘量級或同等級品，視需要以玻璃器皿蒸餾保存之。
- (三)無水硫酸鈉 (Anhydrous  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )：粒狀，殘量級。
- (四)氯氣：純度為 99.99% 以上，並需使用去水及去氧裝置淨化之。
- (五)氫氧化鈉溶液，10 N：溶解 40 g 氫氧化鈉於少量試劑水，稀釋至 100 mL。
- (六)硫酸溶液，(1+1)：緩慢將 50 mL 濃硫酸 (比重 1.84) 加入於 50 mL 試劑水中。
- (七)硫代硫酸鈉 ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )：粒狀。
- (八)矽酸鎂 (Florisil, Magnesium silicate, activated)：殘量級，60~100 mesh，購置經 680°C (1250°F) 活化且貯存於褐色玻璃瓶者 (切勿購買貯存於塑膠瓶者)；使用前在 130°C 活化至少 16 小時。
- (九)可氯丹標準品  
純度為 98% 以上。
- (十)儲備標準溶液：分別秤取約 10.0 mg (精確秤至 0.1 mg) 之試藥級可氯丹，置於 10.0 mL 之量瓶，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°C 冷藏，計算其濃度，本儲備標準溶液可保存六個月；亦可使用市售標準溶液。
- (十一)標準溶液  
各取上述各種有機氯儲備標準溶液 1.00 mL 置於 100 mL 之量瓶，以所需之溶劑 (正己烷) 稀釋至刻度，貯存於棕色之試藥瓶 (瓶蓋需有鐵氟龍內襯)，4°C 下冷藏，計算其濃度。以此溶液配製至少五種不同濃度之檢量線標準溶液，其中最低濃度須接近但稍高於方法偵測濃度。
- (十二)內標準品  
五氯硝苯 (Pentachloronitrobenzene) 若不是目標待測物，則可做為內標準品，1-溴-2-硝苯 (1-Bromo-2-nitrobenzene) 亦可做為內標準品。配製濃度為 5,000 mg/L (5,000 µg/L) 之五氯硝苯或 1-溴-2-硝苯溶液，在每 1 mL 的樣品萃液中添加 10 mL 此溶液。

## 六、採樣及保存

- (一)以乾淨之玻璃採樣瓶收集水樣約 1 L，但採樣瓶不得以擬採之水預洗。採集之水樣需 4°C 冷藏。

(二)於 72 小時內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。

(三)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（記錄使用酸、鹼的體積），並於 7 天內完成萃取。

## 七、步驟

### (一)萃取

以下三種方法可擇一使用：

#### 1. 液液萃取法：

在水樣瓶上標示水平刻度，俾以試劑水推算分析水樣之體積。將全部水樣倒入分液漏斗。量取 60mL 二氯甲烷，倒入樣瓶沖洗。然後將洗液倒入分液漏斗，搖動一分鐘，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角燒瓶，另外再以每次 60 mL 二氯甲烷萃取，萃取二次，有機層合併收集於三角燒瓶。

#### 2. 固相萃取膜法：

樣品瓶先經回溫至室溫後，於樣品瓶上註記水樣之液面高度俾以試劑水推算分析水樣之體積。再加入 5mL 之甲醇。依圖二之裝置，組合固相萃取膜裝置。夾取一片 C18 固相萃取膜置入固相萃取裝置，隨即以 10mL 之二氯甲烷置入樣品槽，靜置約 2 分鐘後，以 10 mL/分鐘之速率抽乾，待萃取膜上之二氯甲烷即將抽乾時，迅速再加入 10mL 甲醇，依同樣之方式依序再加入 10mL 之 0.5 % 之甲醇水溶液。在所有之預洗活化步驟中，萃取膜均應保持濕潤。最後在 0.5 % 甲醇水溶液即將抽盡時，迅速加入全量之水樣於樣品槽中，調整抽氣速率大約為 70~100 mL/分鐘，萃取過程中萃取膜仍應保持濕潤。萃取完畢之後，繼續抽氣約 10 分鐘，儘可能令萃取膜上之水分抽乾後，解除真空。於固相萃取裝置之三角錐瓶中置入 20mL 之 K-D 試管以收集萃取液，重新組合固相萃取裝置。將 5mL 之二氯甲烷置入萃取膜上，靜置之。令其以重力流洗待測物，重複此流洗步驟三次。待二氯甲烷完全流洗之後，再啟動抽氣幫浦抽乾流洗液。

#### 3. 固相萃取管柱法

依圖三之裝置，組合固相萃取管柱裝置。取一支 C18 固相萃取管柱置於固相萃取裝置上，隨即加入 10mL 之二氯甲烷，靜置約 2 分鐘後，以 5 mL/分鐘之速率抽乾，待在管柱內之二氯甲烷即將抽乾時，迅速再加入 10mL 甲醇，依同樣之方式依序再加入 10mL 之 0.5 % 之甲醇水溶液。在所有之預洗活化步驟中，管柱均應保持濕潤。最後在 0.5 % 甲醇水溶液即將抽盡時，迅速加入全量之水樣於

管柱中，調整抽氣速率大約為 3~5 mL/分鐘。萃取完畢之後，繼續抽氣約 10 分鐘，儘可能令管柱內之水分抽乾，解除真空。於固相萃取管柱裝置內置入 20mL 之試管以收集流洗液，重新組合固相萃取管柱裝置。加入 5mL 之二氯甲烷，靜置之。令其以重力流洗待測物，重複此流洗步驟三次。待二氯甲烷完全流洗之後，再啟動抽氣幫浦抽乾流洗液。

## (二) 去水

將少許玻璃棉放入去水玻璃管柱底部，然後加入 5~10 cm 高之無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於 K.-D.濃縮裝置或圓底燒瓶；再以 20~30 mL 之二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管柱，合併洗液於 K.-D.濃縮裝置或圓底燒瓶。

## (三) 濃縮（使用 K.-D.濃縮裝置或減壓濃縮裝置濃縮收集液體）

使用 K.-D.濃縮裝置濃縮收集液體時步驟如下：

- (1) 將連接管、冷凝管、收集瓶連接於蒸發器，置 K.-D.濃縮裝置於熱水浴（60~65℃），使濃縮管大部分浸於水浴，且蒸發瓶之下部浸於熱蒸氣中，蒸餾直至剩餘液體約為 1mL，冷卻約 10 分鐘，使蒸氣冷凝迴流。
- (2) 溶劑置換：加入 50 mL 正己烷至濃縮裝置，水浴加溫至約 85℃，蒸餾至剩餘液體至約 1 mL，冷卻，使蒸氣冷凝迴流。
- (3) 移去冷凝管，以 2~3 mL 正己烷淋洗蒸發瓶及毛細管，洗液收集於濃縮試管，再以氮氣緩慢吹至約 3 mL。使用減壓濃縮裝置濃縮收集液體：以減壓濃縮裝置（40℃，560 mmHg）濃縮收集液至近乾，然後加入約 10 mL 正己烷，繼續濃縮（40℃，260 mmHg）至近乾，以 2~3 mL 正己烷洗出殘留物，置於小試管中。

## (四) 淨化

1. 將少許玻璃棉放入淨化管柱之底部，秤取 21 g 矽酸鎂，加入約 30 mL 正己烷，攪拌成泥狀，迅速倒入裝有 10 mL 正己烷之淨化管，輕敲淨化管靜待矽酸鎂沉降後，開栓；加入約 2 cm 高之無水硫酸鈉於其上，繼續將正己烷流出，直至液面與無水硫酸鈉層表面平齊，閉栓，棄置洗液。
2. 將正己烷濃縮液慢慢加入淨化管上，開栓，使液面下降至無水硫酸鈉層表面後閉栓，以 2~3 mL 正己烷分數次洗試管，

洗液加入淨化管並開栓使液面下降至無水硫酸鈉層表面。

(五) 沖洗收集

1. 以 200 mL 含 15% 乙醚之正己烷溶液沖洗淨化管，調整流速為 5 mL/分，收集洗液於 K.-D. 濃縮裝置或圓底燒瓶。

(六) 濃縮

以 K.-D. 濃縮裝置或減壓濃縮裝置，濃縮收集液至近乾，再以正己烷定量至適當體積，記錄其體積。

(七) 氣相色層分析

1. 先建立可氣丹氣相層析儀附電子捕捉偵測器(GC/ECD)最佳分離操作條件。注入 1.0~2.0 $\mu$ L 之試樣濃縮液，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。定性時使用滯留時窗，即通常以標準品之尖峰平均滯留時間  $\pm 3 \times$  (標準偏差) 來界定滯留時間，並應以另一層析管分析或經由氣相層析質譜法確認。圖五與圖七分別為兩種不同管柱之層析分析結果。
2. 經決定試樣含有欲測之化合物，讀取並記錄該化合物在層析譜中之尖峰面積，圖二及圖三為在海水樣品及試劑水中添加可氣丹標準品之層析圖。
3. 可氣丹是一種工業用混合物，至少含有 11 種主要成分及 30 種以上的次要成分。反式-及順式-可氣丹（分別為  $\alpha$  及  $\gamma$ ）為其中 2 個主要成分。但其確切的含量百分比並未完全確定，且每一批次又不盡相同。圖八所示為一種工業級可氣丹標準品之層析圖。除此，為了製備特殊殺蟲劑配方，工業級可氣丹組成也可能產生變化。因此可氣丹的評估和報告通常取決於報告的最終用途及分析員對多成分殺蟲劑殘留量分析解釋能力。下段討論數種可氣丹報告方法以供選擇。

(1) 可氣丹殘留物的 GC 圖譜型態和標準品的 GC 型態可能相當不同，視樣品基質及其來源而定。可氣丹的殘留物可能包含由工業可氣丹、植物及/或動物代謝物，以及暴露於環境(如水或陽光)中所產生之分解產物。

(2) 當可氣丹殘留物的 GC 圖形和工業可氣丹不相似時，分析員應儘可能使用適當的參考物質來對  $\alpha$ -可氣丹及  $\gamma$ -可氣丹的尖峰做定量，並且個別報告其殘留含量。



- (3) 當殘留物的 GC 圖形與工業可氯丹的類似時，分析員可以藉由與可氯丹層析圖譜比較總面積或比較 5 個主要尖峰總面積來做定量。若環氧飛佈達的尖峰很小，則計算殘留量時將其併入可氯丹總面積來計算。若飛佈達及/或環氧飛佈達佔很大比率，則分別計算其面積，並且自可氯丹的總面積中扣除，以獲得修正的可氯丹面積。

## 八、結果處理

### (1) 外標準法

須決定樣品層析圖中對應於檢量線標準溶液中之各個成份尖峰的大小。選擇合適的基線以測定尖峰面積或尖峰高度，才能得到正確的定量結果。樣品濃度之計算公式如下：

$$\text{濃度} (\mu\text{g/L}) = \frac{(A_x)(V_t)(D)}{(\overline{CF})(V_i)(V_s)}$$

其中：

$A_x$ ：樣品中待測物的尖峰面積（或高度）

$\overline{CF}$ ：由起始校正所得的平均校正因子（面積/ng）

$V_t$ ：濃縮萃液的總體積（ $\mu\text{L}$ ）

$D$ ：稀釋因子，若樣品或萃液在分析前稀釋。若未經稀釋， $D=1$ 。稀釋因子沒有單位。

$V_i$ ：注入 GC 的萃液體積（ $\mu\text{L}$ ）。樣品及檢量線標準品注入的體積必須相同。

$V_s$ ：萃取之水樣體積，單位為 mL。若以升（L）為單位，其結果須乘以 1000。

### (2) 內標準法

樣品濃度之計算公式如下：

$$\text{濃度} (\mu\text{g/L}) = \frac{(A_x)(C_{is})(D)}{(A_{is})(RF)(V_s)}$$

其中：

$A_x$ ：樣品中待測物的尖峰面積（或高度）。

$C_{is}$ ：內標準品添加於樣品萃液之量（ng）。

$D$ ：稀釋因子，若樣品或萃液在分析前稀釋。若未經稀釋， $D=1$ 。稀釋因子沒有單位。

$A_{is}$ ：內標準品之尖峰面積（或高度）。

RF：待測物之平均感應因子。

$V_s$ ：水溶液樣品體積（mL）。

(3) 若感應超過系統的校正範圍，稀釋萃液，重新分析。當尖峰面積因尖峰之重疊而造成積分誤差時，建議採用尖峰高度做定量。

(4) 若發現尖峰有部分重疊或同時沖提出來現象時，須改用他種 GC 管柱或嘗試以 GC/MS 定量。

#### 九、品質管制

(一) 檢量線：至少五點均分不同濃度，線性相關係數應大於或等於 0.995。

(二) 空白分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限值之二倍。

(三) 重複分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次重覆分析。

(四) 添加標準品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次添加標準品分析。

(五) 查核樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次查核樣品分析。

#### 十、精密度及準確度

單一實驗室在海水樣品及試劑水中添加標準品之精密度與準確度如表二及表三。代表性層析圖分別如圖四及圖五所示。圖六為兩種主要可氣丹成分之檢量線。

#### 十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署環境檢驗所，水質檢測方法，水中有機氯農藥檢測方法—氣相層析儀/電子捕捉偵測器法，NIEA W605.51B，2000。

(二) U.S.EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, Method 505, Revision 2, 1989.

(三) U.S.EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, Method 525.1, 1988.

(四) U.S.EPA, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, Method 608, 1984.

(五) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Environment Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th edition, Method 6630. APHA, Washington, D.C., USA, 1998.

註 1：化合物 CAS No.  $\alpha$ -可氯丹 ( $\alpha$ -Chlordane) 5103-71-9

$\gamma$ -可氯丹 ( $\gamma$ -Chlordane) 5103-74-2

註 2：本方法所使用部分試劑具有毒性，對人體健康有害，故應儘量可能曝露於最低之濃度，實驗室應有勞工主管機關對於各化合物之安全操作規定，並將有關資料分送實驗操作人員遵守之。又為安全起見，配置可氯丹標準溶液時，均必需在排煙櫃中進行，以保護工作人員之眼睛、皮膚及衣物不要接觸這些物質。

註 3：本檢驗相關樣品廢液，依有機鹵素類溶劑（含氯有機溶劑）廢液處理。

表一 單一實驗室測得可氯丹殺蟲劑之方法偵測極限  
試劑水方法偵測極限( $\mu\text{g/L}$ )

$\gamma$ -可氯丹	0.017
$\alpha$ -可氯丹	0.018

表二 單一實驗室分析海水樣品添加可氯丹標準品之精密度與準確度

$\gamma$ -可氯丹

水樣濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率± 標準偏差(%)	精密度(%)	分析次數
ND	0.10	0.088	0.01	87.9±10.3%	11.7%	4

$\alpha$ -可氯丹

水樣濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率± 標準偏差(%)	精密度(%)	分析次數
ND	0.10	0.089	0.010	89.4±9.4%	10.5%	4

表三 單一實驗室添加可氯丹標準品於試劑水之精密度與準確度

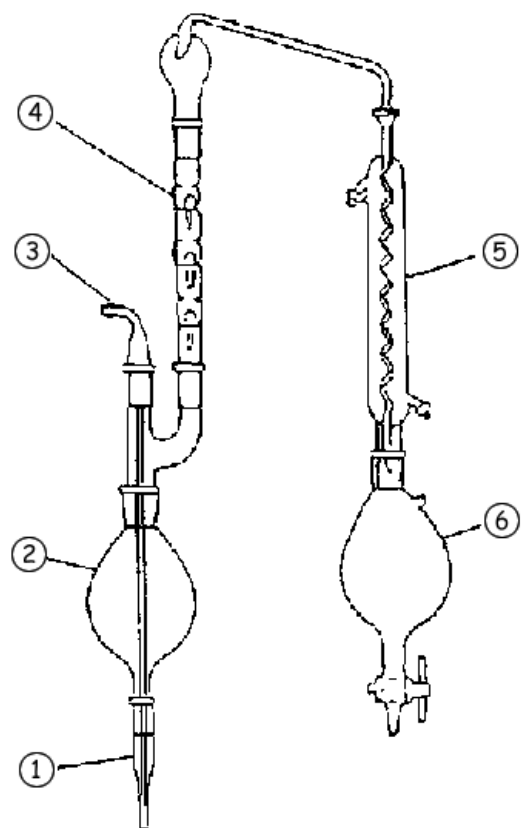
$\gamma$ -可氯丹

水樣濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率± 標準偏差(%)	精密度(%)	分析次數
ND	0.50	0.53	0.03	106±6%	5.8%	4

$\alpha$ -可氯丹

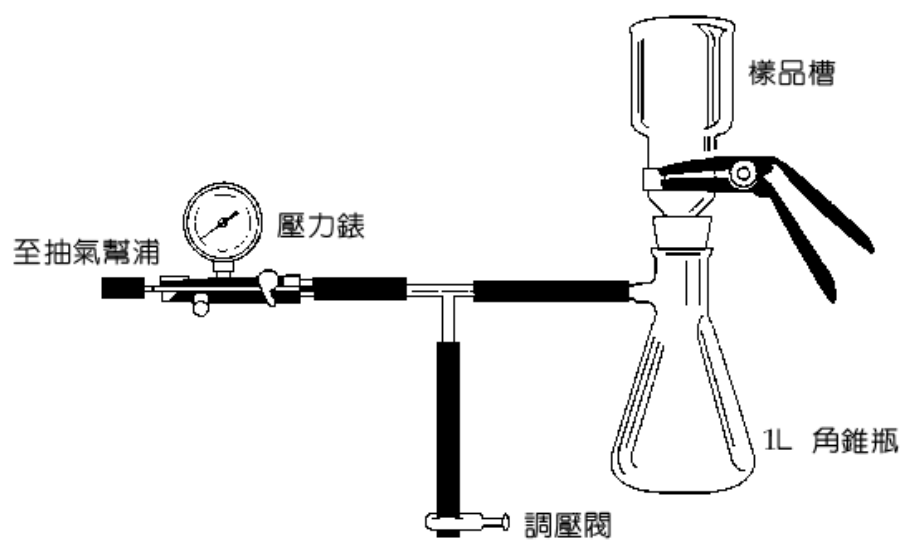
水樣濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率± 標準偏差(%)	精密度(%)	分析次數
ND	0.50	0.54	0.04	108±8%	7.0%	4

資料來源：環保署環境檢驗所驗證數據。

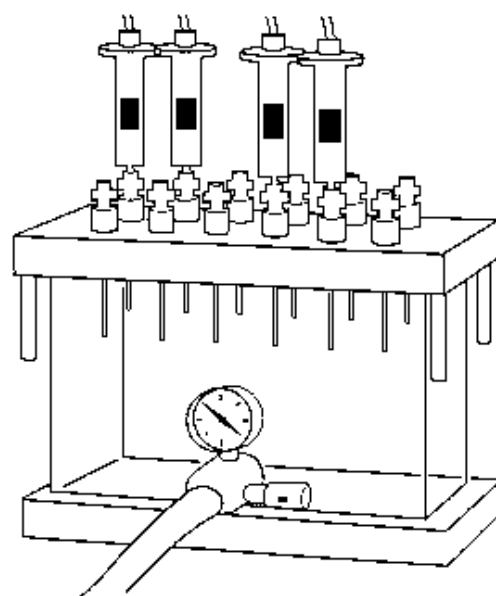


- |        |        |
|--------|--------|
| ①濃縮管   | ②蒸發瓶   |
| ③毛細玻璃管 | ④史耐德管  |
| ⑤冷凝管   | ⑥廢液收集瓶 |

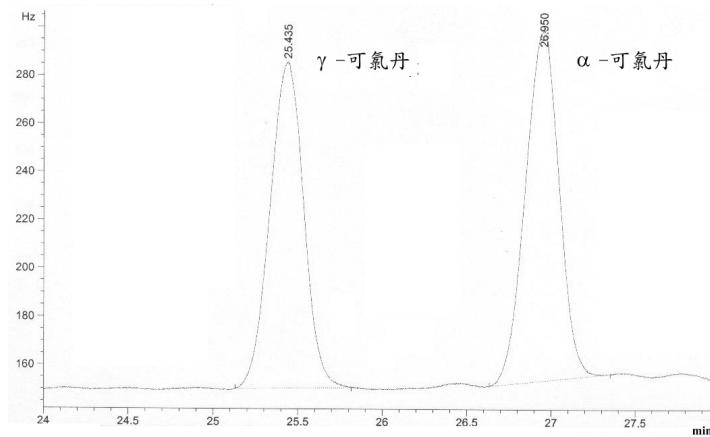
圖一 K - D濃縮裝置



圖二：固相萃取膜萃取濃縮裝置



圖三：固相萃取管柱萃取濃縮裝置

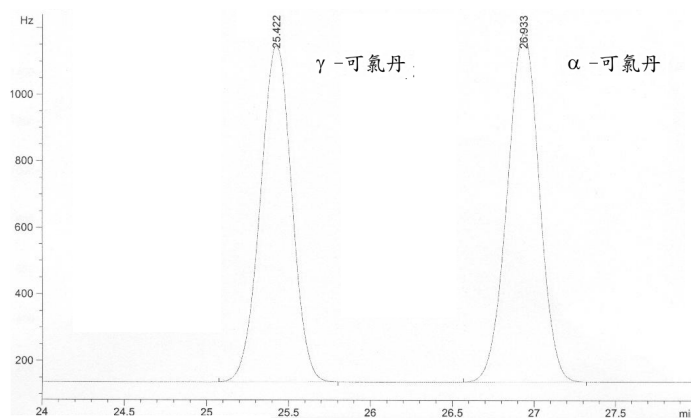


圖四：海水樣品添加可氯丹標準品之氣相層析儀附電子捕捉偵測器

(GC/ECD) 之層析圖 (添加量各為 0.1 µg/L, 注射量為 1 µL) 層析管柱：J&W DB-608 30m × 0.32mm(內徑) 0.25 µm(膜厚)之毛細管柱。操作條件(僅供參考)：載行氣體(氮氣)流量為 2.37mL/分，注射部溫度 225°C，偵測器溫度 300°C，管柱溫度最初 160°C 保持 1 分鐘，次以每分鐘 10°C 從 250°C，保持 2 分鐘，再以每分鐘 15°C 從 250°C 升溫至 260°C，最後保持 1 分鐘。分流比 (split) 為 10：1。補助氣體(氮氣)流量為 30mL/分

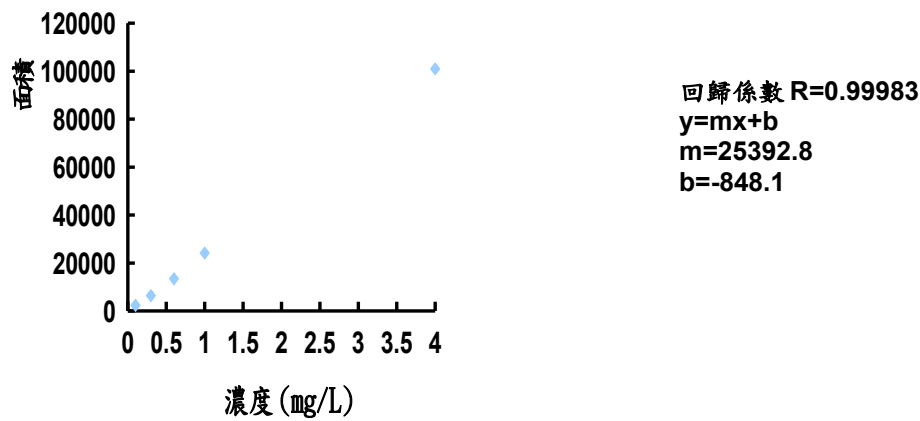
圖五：試劑水中添加可氯丹標準品之氣相層析儀附電子捕捉偵測器

(GC/ECD) 之層析圖 (添加量各為 0.5 µg/L, 注射量為 1 µL)

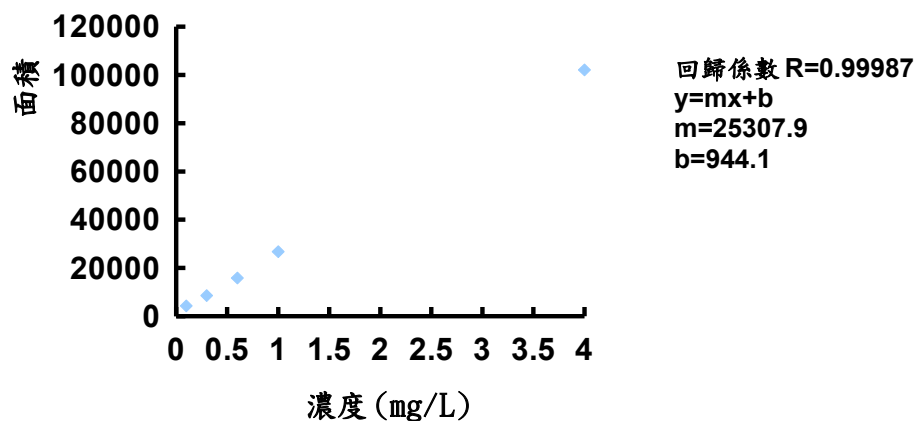


層析管柱：J&W DB-608 30m × 0.32(內徑) × 0.25µm(膜厚)之毛細管柱。操作條件與圖四相同。

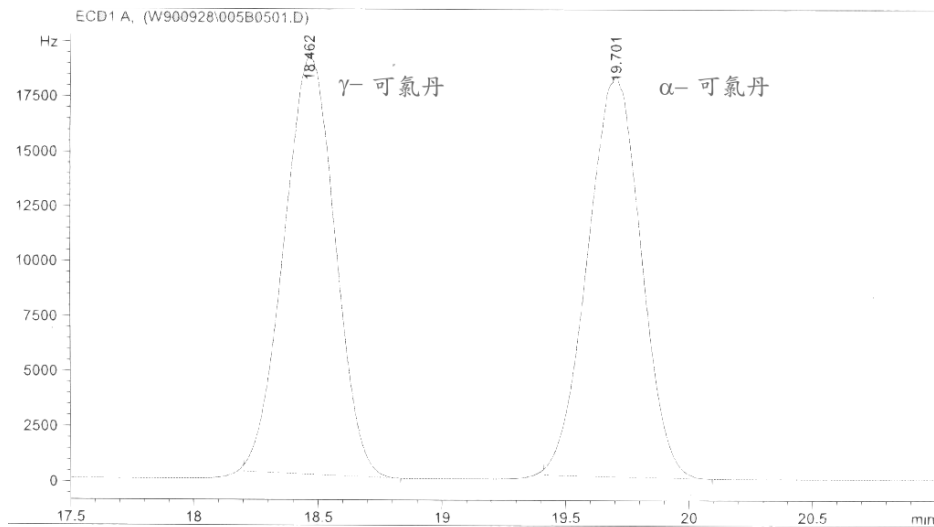
**Gamma- 可氯丹檢量線 RT=25.433 分鐘**



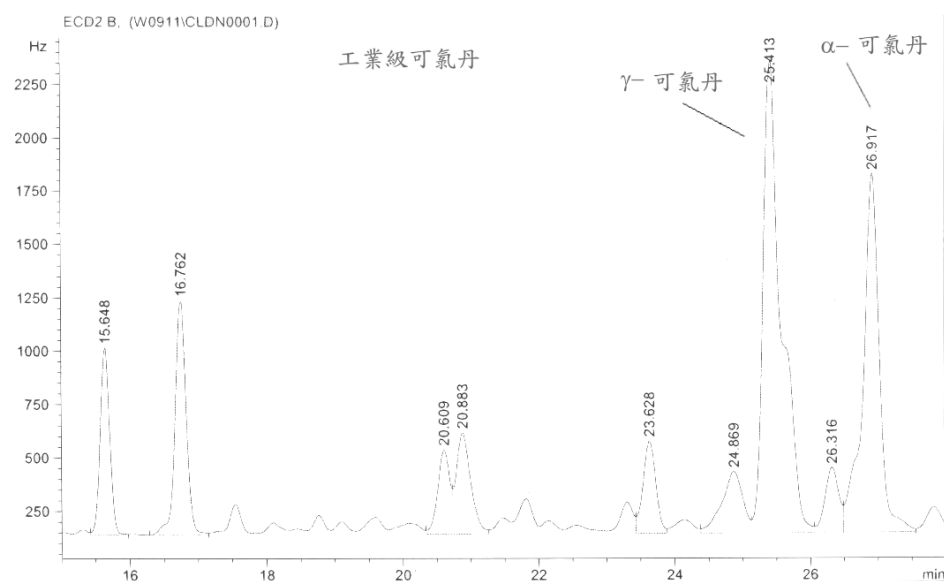
**Alpha- 可氯丹檢量線  
RT=26.945 分鐘**



圖六：可氯丹標準品之氣相層析儀附電子捕捉偵測器（GC/ECD）之檢量線。  
 配製標準品正己烷濃度  
 0.05mg/L，0.10mg/L，0.30mg/L，0.50mg/L，1.0mg/L。層析管柱及儀器操作  
 條件同圖四及圖五。



圖七、試劑水中添加可氣丹標準品之氣相層析儀附電子捕捉偵測器 (GC/ECD) 之層析圖 (添加量各為 0.5  $\mu\text{g/L}$ , 注射量為 1  $\mu\text{L}$ ) 層析管柱: J&W DB-1 30m  $\times$  0.32(內徑)  $\times$  0.25 $\mu\text{m}$ (膜厚)之毛細管柱。操作條件與圖五相同。



圖八、4 $\mu\text{g/mL}$  工業級可氣丹標準品溶液之氣相層析儀附電子捕捉偵測器 (GC/ECD) 之層析圖 (0.5  $\mu\text{g/L}$ , 注射量為 1  $\mu\text{L}$ ) 層析管柱及操作條件與圖五相同。