

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 1050062785 號

主 旨：預告廢止「水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W642.50A）」。

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、土壤及地下水污染整治法第 10 條第 4 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「水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W642.51A）」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](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

## 水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W642.50A） 廢止總說明

行政院環保署於八十二年公告「水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W642.50A）」並於九十一年公告修正前開方法 W642.50A 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、土壤及地下水污染整治法第十條第四項、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，並依據前開法源辦理「水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W642.50A）」之廢止事宜。

## 水中二、四—地檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法

中華民國 82 年 11 月 27 日（82）環署檢字第 56899 號公告

NIEA W642.50A

### 一、方法概要

水樣以二氯甲烷萃取，萃取液經脫水後濃縮至近乾，加甲醇及酸反應形成酯類衍生物，然後經過矽酸鎂淨化管除去雜質，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二、四—地（2,4-Dichlorophenoxyacetate，簡稱 2,4-D）之濃度。

### 二、適用範圍

本方法適用於飲用水、地面水、地下水及放流水中二、四—地之檢驗。

### 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、再結晶等方法純化之。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，但亦可依需要特別處理之。

### 四、設備

- (一) 採樣瓶：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，以避免照光。
- (二) 分液漏斗：500 mL，硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓。
- (三) 圓底燒瓶：300 mL，硼矽玻璃材質。
- (四) 減壓濃縮裝置或 KD 濃縮裝置。
- (五) 水浴裝置：可加熱至 90℃，溫度控制在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以內者。
- (六) 脫水用玻璃管柱：300 mm X 20 mm（內徑），或其他性質相當者。若使用玻璃活栓，不得使用潤滑油脂。
- (七) 淨化用玻璃管柱：300 mm X 20 mm（內徑），附鐵氟龍活栓。若使用玻璃瓶活栓，不得使用潤滑油脂。
- (八) 量瓶：10.0 mL，棕色，硼矽玻璃材質。
- (九) 刻度試管：10 mL，硼矽玻璃材質。
- (十) 天平：可精秤至 0.1 mg。
- (十一) 微量注射器（10.0  $\mu\text{L}$ ）或自動注射器。
- (十二) 氮氣：純度為 99.999%以上，並須使用去水及去氧裝置淨化之。
- (十三) 氮氣吹乾裝置。
- (十四) pH 計。

- (十五) 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，可視實際需要適當調整之）：層析管：30 m X 0.53 mm（內徑）X 0.83  $\mu$ m 之 DB-608 毛細管柱（或同級品）。注入器溫度：240℃。偵測器溫度：280℃。層析管溫度：180℃。載送氣體（氮氣）流速：7.5 mL/min。

## 五、試劑

- (一) 試劑水。
- (二) 濃硫酸。
- (三) 正己烷、二氯甲烷、甲醇、丙酮：殘量分析級或同等級品，視需要以玻璃器皿蒸餾保存之。
- (四) 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℃加熱約 3 小時，以除去干擾物質。
- (五) 矽酸鎂（Florisil）：60-100 mesh，經 680℃活化且貯存於棕色玻璃瓶者。使用前以 130℃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℃加熱約 3 小時，以除去干擾物質並活化之。
- (六) 儲備標準溶液：分別秤取約 10.0 mg（精秤至 0.1 mg）已知純度之二、四—地標準品，置於 10 mL 之量瓶，以丙酮溶解後，稀釋至刻度，貯存於棕色之試藥瓶（瓶蓋需有鐵氟龍內襯），於 4℃冷藏。在計算儲備標準溶液之濃度時，若該化合物的純度 96%為或更高時，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 6 個月。

## 六、採樣與保存

以乾淨之玻璃採樣瓶收集水樣約 1 L（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，應調整水樣之 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、分別精取適當體積之二、四—地儲備標準溶液，置於刻度試管中，以氮氣吹乾後，加入甲醇並定容至 5 mL，添加 1 滴濃硫酸，置於 60℃水浴中反應 1 小時。反應後將甲醇以氮氣吹乾，以適當體積之正己烷溶解反應後之二、四—地酯類衍生物。依適用範圍製備檢量線。適用於飲用水、地面水及地下水之檢量線，其二、四—地酯類衍生物含量約為 0,10,20,40,80 及 100 pg；適用於放流水之檢量線，其二、四—地酯類衍生物含量約為 0,100,200,400,800 及 1,000 pg。
- 2、依設備四、(十五)所述儀器分析條件，注入前述標準溶液 1.0-2.0  $\mu$ L，所得之層析圖應與圖一相似。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 300 mL（設為 V mL）水樣，以濃硫酸調整水樣 pH 值達 1.0。置於 500 mL 之分液漏斗中，以二氯甲烷萃取三次，每次使用量分別為 100 mL、50 mL

及 50 mL，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 20 mL 正己烷，加入約 5 g 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減壓濃縮用之圓底燒瓶。

- 2、以減壓濃縮裝置（40℃，560 mmHg）將收集液濃縮至近乾，以甲醇將殘留物洗入刻度試管中，定容至 5 mL，加入 1 滴濃硫酸，置於 60℃ 水浴中反應 1 小時。反應後將甲醇以氮氣吹乾，加入 5 mL 之二氯甲烷待淨化用。
- 3、將少許玻璃棉放入淨化管柱之底部，閉栓，倒入 10 mL 正己烷，加入約 2 g 無水硫酸鈉，輕敲使無水硫酸鈉沉降。
- 4、取小燒杯，內裝含 8% 蒸餾水之去活化矽酸鎂 6 g（註），倒入 30 mL 正己烷，攪拌之，以除去氣泡。迅速倒入前述裝有 10 mL 正己烷之淨化管後，再加入約 2 g 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後閉栓，棄置洗液。輕敲淨化管柱使填充物達適當緊密度。以 50 mL 二氯甲烷預先淋洗，棄置洗液。
- 5、將上述七、(二) 2、之濃縮液徐徐倒入淨化管，開栓，使液面下降至無水硫酸鈉層表面後閉栓，以 2-3 mL 二氯甲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無水硫酸鈉層表面。
- 6、以 100 mL 二氯甲烷淋洗淨化管，收集洗液於減壓濃縮用之圓底燒瓶。
- 7、將收集液以減壓濃縮裝置濃縮至近乾，先以氮氣吹乾後，再以正己烷定容至適當體積（設為  $V_1$  mL）。
- 8、依設備四、(十五)所述儀器分析條件，注入試樣 1.0-2.0  $\mu$ L（設為  $V_2$   $\mu$ L），比較其與標準品之滯留時間，以定性試樣是否含有待測之化合物。

#### 八、結果處理

由檢量線求得待測化合物之檢出量 A（ng），依下式計算水樣中二、四—地之濃度：

$$\text{水樣中二、四—地濃度 (ng/mL)} = A \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{V} \times 10^3$$

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（ $\mu$ L）

V：水樣之體積（mL）

#### 九、品質管制

- (一) 飲用水中二、四—地之方法偵測極限為 0.213 ng/mL；地面水中二、四—地之方法偵測極限為 0.272 ng/mL。
- (二) 使用設備四、(十五)之儀器條件查核有機溶劑之適用性。取 200 mL 二氯甲烷濃縮至近乾，以氮氣吹乾後，再以 1 mL 正己烷溶解殘留物，取部份注入氣相層析儀，檢查層析圖有無雜質干擾，以確定溶劑之適用性。丙酮及甲醇適用性之查核，可分別將 2-3 mL 之丙酮及甲醇置於小試管中，以氮氣吹至乾，再以 1 mL 之正己烷溶解殘留物，將所得之均勻溶液注入氣相層析儀，檢核其層析圖有無雜質干擾。

- (三) 從事水樣分析前，必須以 300 mL 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樣的 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

(一) 國內單一實驗室分析添加二、四—地標準品水樣之結果如下表所示：

水樣類別	水樣中添加標準品之濃度 (ng/mL)	回收濃度 (ng/mL)	回收率±標準偏差 (%)	分析次數
地面水	8.30	7.80	94.3±2.8	6
地面水	25.0	23.5	94.1±9.9	6

資料來源：同本文參考資料

(二) 國內單一實驗室分析添加二、四—地標準品水樣之結果如下表所示：

水樣類別	水樣中添加標準品之濃度 (ng/mL)	回收濃度 (ng/mL)	回收率±標準偏差 (%)	分析次數
查核樣品	1.00	0.92	92.0±6.0	4
試劑水	0.50	0.41	81.4±5.5	6

資料來源：行政院環境保護署環境檢驗所

#### 十一、參考資料

行政院環境保護署。1989。水中殘留農藥檢驗方法研究（三）-殺草劑（巴拉刈、二、四-地、全滅草、嘉磷塞）之檢驗方法。EPA-78-008-05-059，20 頁。

註：必要時可調整矽酸鎂去活化時添加之蒸餾水百分比，以因應廢水基質之差異。

圖一 二、四—地酯類衍生物之氣相層析圖。

