

行政院環境保護署公告

中華民國 107 年 6 月 29 日

環署授檢字第 1070004003 號

主 旨：預告廢止「水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵檢器法（NIEA W783.50B）」。

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：水污染防治法第 68 條。
- 三、廢止理由：旨揭公告已整併納入「水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W783.51B）」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）「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

水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵檢器法（NIEA W783.50B）廢止 總說明

「水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵檢器法（NIEA W783.50B）」（以下簡稱本方法）於八十六年十二月十六日公告，因方法中單位區間表示不同與未明訂檢量線之線性相關係數要求等規範，且本方法已整併納入「水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀／電子捕捉偵測器法（NIEA W783.51B）」草案，爰依水污染防治法第六十八條廢止本方法。

水中五氯硝苯检测方法—氣相層析儀／電子捕捉偵檢器法

中華民國 86 年 12 月 16 日 (86) 環署檢字第 74307 號公告
NIEA W783.50B

一、方法概要

本法是用乙醚/正己烷或二氯甲烷/正己烷混合溶液萃取水樣，萃取液以減壓濃縮方式減容，若必要，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

本方法適用於水中五氯硝苯之含量檢測，以試劑水為基質之方法偵測極限值為 0.07 µg/L。

三、干擾

- (一) 某些化合物 (如含氯化物) 會對電子捕捉偵測器有反應，有時植物或動物之萃取物會隱蔽五氯硝苯之尖峰，這些干擾物通常可經由通過矽酸鎂管柱方式予以淨化去除。
- (二) 多氯聯苯是分析五氯硝苯時常見之干擾；若圖譜上出現許多分離不完全之尖峰時，表示可能受到多氯聯苯的干擾，建議採用特別之分離程序去除之。
- (三) 使用塑膠容器可能會產生鄰苯二甲酸酯之干擾，此干擾通常可經由通過矽酸鎂管柱方式予以淨化去除。

四、設備與材料

- (一) 樣品瓶：1 L，附鐵氟龍內襯螺旋蓋之棕色玻璃瓶。
- (二) 減壓濃縮裝置。
- (三) 分液漏斗：2 L，附鐵氟龍蓋。
- (四) 量筒：1 L。
- (五) 漏斗：125 mL。
- (六) 淨化管柱：300 mm x 20 mm (內徑)，底部附有 Pyrex 玻璃棉並配有鐵氟龍栓。
- (七) 移液管：巴斯德移液管。
- (八) 微量注射針：1 至 5 µL。
- (九) 水浴：可加熱至 90 °C，溫度控制在 ± 2 °C 以內。

(十) 烘箱：使用溫度 400 °C。

(十一) 分析天平：可精秤至 0.1 mg 者。

(十二) 氣相層析儀：附電子捕捉偵測器及內襯玻璃之注射器。

層析管柱：

1. 30 m × 0.53 mm DB - 608 膜厚 1.5 μm (或其它相當性質之管柱)。
2. 30 m × 0.53 mm DB - 5 膜厚 0.83 μm 或 1.5 μm (或其它相當性質之管柱)。
3. 30 m × 0.53 mm DB - 1701 膜厚 1.0 μm (或其它相當性質之管柱)。

(十三) 使用管柱 1 之分析條件 (僅供參考用，可視實際狀況調整之)：

注射溫度：200 °C

管柱昇溫條件：最初溫度設定在 100 °C，再以每分鐘 6 °C 昇溫至 260 °C 保持 1 分鐘。

偵測器溫度：300 °C

載流氣體：N₂，流量 4 mL/min

補充氣體：Ar / CH₄，流量 30 mL/min

五、試劑

(一) 正己烷：分析級。

(二) 乙醚：須用條狀試紙 (EM Quant 產品或同級品) 測試乙醚中是否含有過氧化物，若含有過氧化物時則可參考條狀試紙說明去除過氧化物的步驟去除之；亦可於玻璃製之系統中，加入鈉鉛合金迴流 8 小時後加以蒸餾，然後於每 1 L 的乙醚中加入 20 mL 乙醇並立即使用，若經貯存則須於使用前測試過氧化物是否存在。

(三) 石油醚：分析級，沸點在 30 至 60 °C。

(四) 甲醇：分析級。

- (五) 二氯甲烷：分析級。
- (六) 矽酸鎂：PR 級，60 至 100 mesh，購買已經活化且存於棕色玻璃容器（玻璃蓋或內襯鋁箔之螺旋蓋）者。使用前置於玻璃容器中並以鋁箔封口，再於 130 °C 活化一夜。
- (七) 無水硫酸鈉顆粒：不可存於塑膠瓶中，使用前若有需要置於烘箱內以 400 °C 加熱烘一晚，以去除干擾。
- (八) 載流氣體：氮氣，純度為 99.99 % 以上。
- (九) 補充氣體：氫氣/甲烷，比例為 95：5，經純化不含水氣及氧氣。
- (十) 五氯硝苯標準品：分析級，純度至少需 96% 以上。
- (十一) 儲備標準溶液：溶解 100 mg 五氯硝苯標準品於甲醇中，並定量至 100 mL，此時 1.00 mL=1.00 mg。
- (十二) 中間標準溶液：精取 1.0 mL 儲備標準溶液以甲醇定量至 100 mL，此時 1.0 mL =10 µg。

六、採樣與保存

以乾淨之褐色玻璃採樣瓶採集水樣至少 1 L，樣品至萃取前須保存於 4 °C 下。樣品最好能在接到時立即分析，否則應在 7 天內完成萃取，萃取液應保存於 4 °C 下，並於 40 天內完成分析。

七、步驟

- (一) 檢量線製備：分別精取適量中間標準溶液，以甲醇為溶劑配製五種不同濃度之檢量線溶液（如 0.1，0.2，0.5，1.0，2.0 mg/L），並依四（十三）所述分析條件製備檢量線。
- (二) 樣品萃取：充份搖晃樣品瓶，以量筒量取 1 L 樣品，置於 2 L 分液漏斗中，以 60 mL 15 % 乙醚 / 正己烷混合溶液淋洗量筒，再將之倒入分液漏斗中，劇烈振搖 2 分鐘後，靜置 10 分鐘使相層分離。將水層導入一新的樣品瓶，而有機層經內徑 2 cm 含 8 至 10 cm 高無水硫酸鈉之管柱，收集於 500 mL 圓底燒瓶中。將水層樣品再倒回分液漏斗。以 60 mL 混合溶液淋洗樣品瓶重覆上述步驟，最後再以 60 mL 混合溶液進行第三次萃取。以少量正己烷沖洗硫酸鈉管柱，並收集於 500 mL 圓底燒瓶中。將萃取液使用減壓濃縮裝置濃縮至體積為 2 至 3 mL，冷卻後，取下濃縮管以正己烷沖洗接頭，將萃取液移至 10 mL 定量濃縮管中，以氮氣吹除方式，減容至約 1 mL，以此溶液進行淨化步驟。

(三) 樣品淨化：取 10 g 活化之矽酸鎂置入淨化管柱並加以輕敲，使其均勻，在矽酸鎂上充填約 1.3 cm 高之無水硫酸鈉。先以 50 至 60 mL 石油醚流洗管柱，丟棄此流洗液待液面降至硫酸鈉表面時，將定量之萃取液移入淨化管中，並以至多約 5 mL 石油醚流洗，再以 200 mL 6 % 乙醚/石油醚流洗。以 500 mL 圓底瓶承接流洗液，流洗速度宜控制在 5 mL/min，最後以 50 至 100 mL 石油醚流洗。

(四) 注射適量樣品於氣相層析儀/電子捕捉偵測器中檢測之。若樣品濃度超出檢量線時，須重新稀釋萃液再重新上機分析。

八、結果處理

$$\text{濃度}(\mu\text{g/L}) = A \times V_1/V_2 \times 1/V$$

A = 由檢量線計算求得之化合物含量，ng

V₁ = 萃取液體積，μL。

V₂ = 樣品注入氣相層析儀之體積，μL。

V = 萃取水樣之體積，mL。

九、品質管制

(一) 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，如所得化合物之尖峰面積，與檢量線相對應之尖峰面積差異在 15 % 以上時，則須重新配製標準溶液及製備新檢量線。

(二) 每 10 個樣品或同一批次樣品（小於 10 個樣品），應執行空白分析、重覆分析、品管樣品分析及添加分析各一次。

(三) 品管樣品分析之回收率，應落在 80 至 120 % 範圍內；添加分析之回收率應在 75 至 125 % 範圍內。其查核頻率至少為每批基質相同水樣之數目的 10 %。添加方式是取適量的標準品或品管查核標準品至 1 L 的水樣中，使五氯硝苯濃度為 0.5 ppb，並經過相同於樣品的萃取、淨化及上機之步驟，測其回收率，其計算方式如下：

$$R \% = (A - B) / T \times 100 \%$$

其中

A：為樣品添加分析值

B：為樣品分析值

T：為添加濃度。

十、精密度與準確度

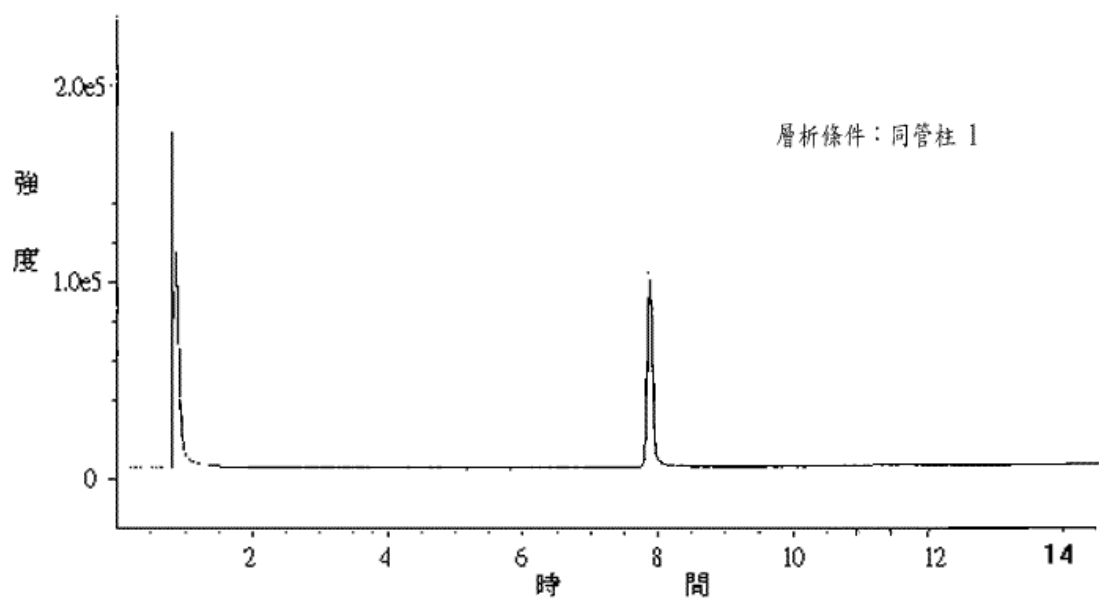
單一實驗室分析添加標準品之不同類別水樣之結果如下表所示：

添加標準 品 類 別	添加標準品 濃 度	精密度 (相對標準偏差) (ppb)	準確度 (平均回收率) (RSD)	分析 次數 (%)
五氯硝苯	0.50	7.78	88.48	32

十一、參考資料

- (一) 水中污染物檢驗方法之驗證與開發-水體中五氯硝苯、揮發性有機物、總有機碳檢驗方法之建立，EPA - 84 - E3S3 - 09 - 04 - 01，行政院環境保護署，1995。
- (二) APHA, Standard Method for the Examination of Water and Wastewater, 18th ed., Method 6630, pp.6 - 101 ~ 6 - 116., Washington, DC., 1992.

註：採樣及分析所用之玻璃器皿用後須儘快清洗，依序以最後一次使用之溶劑淋洗、以清潔液清洗、以自來水沖洗，最後以試劑水沖洗，再於 150 °C 下烘 1 小時，使用前以殘量級正己烷沖洗（亦可以萃取用溶劑沖洗）。若玻璃器皿受嚴重污染，則將之置入高溫爐中以 400 °C 烘 15 至 30 分鐘，若受高沸點物質如多氯聯苯污染則須以 500 °C 烘過夜，但非硼矽玻璃不可超過此溫度。定容器皿不可加熱，清洗時以特殊之溶劑沖洗，再以水沖洗，然後以殘量級之正己烷沖洗，乾燥後，倒置並用鋁箔封口方式置於不受污染之環境中。



圖一 五氯硝苯之氣相層析圖

水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀 / 電子捕捉偵測器法流程圖

