

水中總酚檢測方法—分光光度計法

中華民國94年8月2日環署檢字第0940060138號公告

自中華民國94年11月15日起實施

NIEA W521.52A

一、方法概要

水樣經蒸餾後，調整其 pH 值至 10.0 ± 0.2 之間，使之和 4-胺基安替吡啉(4-Aminoantipyrine) 作用，在鐵氰化鉀存在下，生成有顏色之安替吡啉(Antipyrine)，經氯仿萃取後，以分光光度計在 460 nm 波長處測其吸光度定量之。

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、放流水、地下水及廢(污)水中總酚之檢驗。採用 5 公分樣品槽時，方法偵測極限為 0.001 mg/L。

三、干擾

本方法受水樣中氧化性物質、還原性物質、金屬離子、油及焦油類等干擾，但大致上可以蒸餾方式除去大部分之干擾物質。

四、設備及材料

- (一) 分光光度計：使用波長 $460 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ 。吸光槽可選用 1、5、10 cm 以能檢測出正確數據為原則。
- (二) pH 計。
- (三) 加熱裝置。
- (四) 蒸餾設備：採硼矽玻璃製之燒杯及冷凝管。
- (五) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- (六) 移液管：5 mL、10 mL、20 mL、30 mL、40 mL、50 mL。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。
- (二) 無水硫酸鈉：殘量級或同級品。
- (三) 濃氨水：殘量級或同級品。
- (四) 三氯甲烷(氯仿)：殘量級或同級品。
- (五) 硫酸溶液(1+9)：取 10 mL 硫酸以試劑水稀釋至 100 mL，混勻備用。

- (六) 鐵氰化鉀溶液 $[K_3Fe(CN)_6]$ (80 g/L)：溶解 8.0 g 之鐵氰化鉀於 100 mL 之試劑水中。
- (七) 4-胺基安替吡啉溶液(20 g/L)：溶解 2.0 g 之 4-胺基安替吡啉於 100mL 之試劑水中，需於分析時配製。
- (八) 氯化銨溶液(20 g/L)：溶解 20.0 g 之氯化銨，於 1 L 試劑水。
- (九) 酚標準溶液：(註 1)
1. 酚儲備溶液：溶解 1.000 g 之酚（純度 99.5 % 以上，GC assay）於經煮沸後冷卻之試劑水中，並用此水稀釋至 1 L；此溶液 1.0 mL 相當於 1.0 mg 酚，視需要標定之（此溶液需每月製備）。
 2. 酚中間溶液：取儲備溶液 10.0 mL，再以煮沸冷卻之試劑水稀釋至 1000 mL；此溶液 1.0 mL 相當於 0.01 mg 酚。（此溶液每天製備）
 3. 酚標準溶液：取 50.0 mL 之中間溶液，再用經煮沸冷卻之試劑水稀釋至 500 mL；此溶液 1.0 mL 相當於 0.001 mg 酚。（此溶液須於測定前兩小時內製備）

六、採樣及保存

採集至少 1 L 之水樣於可密封之棕色玻璃瓶內，添加硫酸，使其 pH 值小於 2，並於暗處 4°C 冷藏，最長保存期限為 28 日。

七、步驟

(一) 水樣前處理

1. 用定量瓶精取水樣 500.0 mL(必要時可予以稀釋)於 500 mL 錐形瓶內，以硫酸溶液 (1+9) 調整 pH 值在 0.5 至 4 之間（若樣品保存時已添加硫酸使其 pH 值小於 2，則可免再調整 pH 值）。
2. 將上述之樣品移入 1 L 之蒸餾瓶內，添加少許之沸石後，連接冷凝管及有刻度之 500 mL 錐形接收瓶後開始蒸餾。
3. 樣品蒸出約 450 mL 時，暫時停止蒸餾，待沸騰停止後，加入 50 mL 之試劑水，再繼續蒸餾至蒸出液約為 500 mL 為止。
4. 假如蒸出液有混濁現象，可進行第二次蒸餾。先以硫酸溶液 (1+9) 酸化其混濁液至 pH 為 0.5 至 4 之間，再依前述 2.~3. 步驟蒸餾一次。
5. 於相同條件下處理空白樣品及品管樣品。

(二) 檢量線配製

1. 分別量取酚標準溶液 0、5.0、10.0、20.0、30.0、40.0 和 50.0 mL，或其他適當之系列體積，再稀釋至 500 mL。
2. 加入 25 mL 之氯化銨溶液。
3. 以濃氨水調整其 pH 值至 10.0 ±0.2 之間，並移入 1 L 之分液漏斗中。
4. 添加 3.0 mL 4-氨基安替吡啶溶液分液漏斗中，並混合之。
5. 再添加 3.0 mL 鐵氰化鉀溶液，混合均勻，靜置約 3 分鐘。
6. 取 25.0 mL 氯仿，加入分液漏斗中，振盪約 1 分鐘後，靜置待分層後，再振盪乙次，靜置使氯仿與水完全分層。
7. 氯仿層通過 5 g 之無水硫酸鈉管柱除水。並用棕色玻璃瓶（附鐵氟龍墊片螺旋蓋）接收氯仿層。
8. 以分光光度計於波長 460 nm 處測每一標準酚溶液之吸光度，以標準溶液濃度 (mg/L) 為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製一吸光度與酚濃度 (mg/L) 之檢量線。

(三) 水樣測定

1. 取蒸出液 500 mL 或適量之蒸出液（其酚類之含量不超過 0.05 mg）稀釋至 500 mL。
2. 依步驟七、(二) 2.~7. 操作，以分光光度計於波長 460 nm 處測其吸光度，並由檢量線求出濃度。

八、結果處理

由樣品溶液測得之吸光度，代入檢量線可求得溶液中總酚之濃度 (mg/L)，再依下式計算樣品中總酚之濃度。

$$A = A' \times F$$

A：樣品中總酚之濃度 (mg/L)。

A'：由檢量線求得樣品溶液中總酚之濃度 (mg/L)。

F：稀釋倍數。

九、品質管制

- (一) 檢量線：檢量線之相關係數應大於或等於 0.995，檢量線製備完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在±15%以內。
- (二) 空白分析：每十個樣品或每批次樣品至少執行一次空白樣品分析，空白分析值應小於方法偵測極限之二倍。
- (三) 重覆分析：每十個樣品或每批次樣品至少執行一次重覆分。

- (四) 查核樣品分析：每十個或每一批次之樣品至少執行一個查核樣品分析。
- (五) 添加標準品分析：每十個樣品或每批次樣品至少執行一次添加標準品分析。

十、精密度與準確度

兩實驗室以 0.04 mg/L 酚品管樣品分別進行二十次及五次分析，其標準偏差為 $\pm 2.09 \mu\text{g/L}$ 及 $\pm 2.11 \mu\text{g/L}$ ，平均回收率為 94.0% 及 94.8%。

十一、參考資料

- (一) American Society for Testing and Materials. Standard Test Method for Phenolic Compounds in Water. Annual Book of ASTM Standard, Vol. 11.02, pp56-62. ASTM Philadelphia, Pa, 1995.
- (二) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed. Method 5530B & 5530C, pp5-41~5-43. APHA, Washington, D. C., USA, 1998.

註 1：酚具有毒性，需非常小心使用。

註 2：廢液分類處理原則—本檢驗廢液依一般有機廢液處理。