



水中培丹檢測方法－氣相層析儀／火焰光度偵測器法

中華民國 87 年 3 月 13 日 (87) 環署檢字第 13918 號公告
NIEA W657.50B



一、方法概要

水樣以氨水及氯化鎳將培丹 (Cartap) 反應成為衍生物，以二氯甲烷萃取，經減壓濃縮後，注入氣相層析儀，利用火焰光度偵測器 (波長：393 nm，濾光片：硫片)，偵測其中培丹衍生物含量。

二、適用範圍

本方法適用於地下水及自來水原水中培丹之檢測，其方法偵測極限約為 $5.2 \mu\text{g/L}$ 。

三、干擾

- (一) 本方法之干擾可能來自於溶劑、試劑、玻璃器皿、塑膠器皿，及其他處理過程所接觸器具之污染。因此，必需以試劑水進行分析程序空白試驗，以確定在此分析過程中，所用的物質及器具均未受污染。
- (二) 玻璃器皿必需徹底地清洗以避免干擾。使用後之玻璃器皿應儘快以最終使用之溶劑淋洗，並立即以清潔劑清洗乾淨，再以自來水和試劑水沖洗。玻璃器皿涼乾後，以鋁箔紙封口，放置於乾淨地點，避免污染。
- (三) 使用殘量分析級或高純度的試劑及溶劑可減少干擾。
- (四) 水中之餘氯會嚴重干擾培丹之分析，本分析方法不適用於經氯處理過之水樣。

四、設備

- (一) 採樣瓶：附鐵氟龍內襯螺旋蓋之 1,000 mL 褐色玻璃瓶。
- (二) 分液漏斗：500 mL，玻璃製。
- (三) 濃縮瓶：100 mL，硼矽玻璃製。
- (四) 減壓濃縮裝置。
- (五) 三角瓶：100 mL，硼矽玻璃製。
- (六) 量瓶：5 mL 及 100 mL。
- (七) 分析天平：精稱至 0.1 mg。
- (八) 微量注射器：10 μL 。
- (九) 垂直振盪器。
- (十) 分析儀器
 - 1. 氣相層析儀附火焰光度偵測器 (波長：393 nm，濾光片：硫片)。
 - 2. 層析管：DB - FFAP (Nitroterephthalic Acid Modified Polyethylene Glycol) 毛細管柱，30 m \times 0.53 mm \times 1 μm ，或同級品。

3.儀器操作條件如下：

注入器溫度：250 °C。

層析管溫度：初溫：180 °C，1min。

溫度上升速率：10 °C / min。

終溫：230 °C，2 min。

偵測器溫度：245 °C。

載送氣體：氮氣 (N₂：純度99.9995 %) 流速：5 mL / min。

輔助氣體：氮氣 (N₂：純度99.9995 %) 流速：55 mL / min。

氫氣：50 mL / min。

空氣：80 mL / min。

4.確認用層析管：DB - 608（為分析有機氯農藥及多氯聯苯專用），毛細管柱，30 m × 0.53 mm × 1 μm，或同級品。

五、試劑與藥品

- (一) 不含有機物之試劑水：方法中所用的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 公克活性碳之吸附床去除水中有機物而得，或亦可由純水製造系統製造不含有機物之去離子水。
- (二) 濃鹽酸：12N，G.R. 級。
- (三) 鹽酸：5N。
- (四) 鹽酸：0.02N。
- (五) 氨水：25 %，G.R.級。
- (六) 氯化鎳：NiCl₂ · 6H₂O，G.R.級。
- (七) 二氯甲烷：CH₂Cl₂，超純級。
- (八) 無水硫酸鈉：殘量級。
- (九) 培丹儲備標準溶液：精稱 100 mg（精確至0.1mg）之分析級培丹標準品置於 100 mL 之量瓶，以 0.02 N 鹽酸水溶液溶解後，稀釋至刻度，貯存於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之褐色玻璃瓶內，4 °C 下冷藏。

六、採樣與保存

以洗淨之玻璃瓶採樣，每升水樣中需加入4mL 5N鹽酸之樣品保持試劑，於 4 °C 暗處保存，在 7 天內完成分析。

七、步驟

(一) 檢量線製備

- 1.用 0.02 N 鹽酸水溶液稀釋儲備標準溶液，製備 5 種不同濃度之檢量標準溶液（10，20，40，60，100 μg / mL），最低濃度需接近但高於方法偵測極限，其他濃度則需涵蓋樣品中待測物之濃度，或在偵測器的偵測濃度範圍內。各取 1.0 mL 之檢量線標準溶液加入 300 mL 之 0.02 N 鹽酸水溶液中，依水樣分析步驟進行前處理。
- 2.分別注射一定體積（1 μL）之上述步驟 1 所得之定量液（其濃度以水中培丹之起始濃度表示：分別為 33.3 μg / L、66.7 μg / L、133.3 μg / L、200 μg / L 及 333.3 μg /

L)，記錄波峰之滯留時間與面積，以面積之平方根對水中培丹起始濃度製備檢量線。

- 3.在每一工作日之開始和結束時，均需查核檢量線之適用性，其方法如下：注射至少兩種以上之不同濃度的檢量溶液（其一為檢量線範圍中間濃度之品管 溶液），如所得之波峰面積平方根與檢量線相對應之波峰平方根差異在 20 % 以上時，以新製作之檢量溶液再重複一次查核工作，若仍未能通過 $\pm 20\%$ 之查核標準時，則需重新製作檢量溶液並製備檢量線。

（二）水樣分析

- 1.設定如四（十）之氣相層析儀條件。
- 2.萃取：將水樣混合均勻後，取 300 mL 水樣於 500 mL 之分液漏斗中，加入 6 mL 25 % 氨水及 0.6 mL 2 % 氯化鎳，以垂直振盪器在 300 rpm. 條件下振盪 5 分鐘。其後分別加入 30 mL 之二氯甲烷二次，在 300 rpm. 條件下振盪 5 分鐘進行萃取。
- 3.合併兩次 30 mL 之二氯甲烷，並以 20 g 之無水硫酸鈉脫水，在減壓下濃縮至 2 ~ 3 mL（不可濃縮至乾，且水浴溫度不可高於 35 °C），最後以二氯甲烷定量至 5 mL。取 1 μ L 注入氣相層析儀進行分析。

八、結果處理

由檢量線所求得培丹之濃度（ $\mu\text{g/L}$ ），即為水樣中培丹之濃度（ $\mu\text{g/L}$ ）。

九、品質管制

- （一）檢量線：檢量線點數應至少五點且相關係數不得小於 0.995，確認誤差不得大於 20 %。
- （二）空白分析：每 10 個或每批樣品（當該批樣品少於 10 個時）至少執行一次空白分析，空白值應小於方法偵測極限之二倍。
- （三）重覆分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次之重覆分析，其差異百分比應在 80 - 120 % 範圍內。
- （四）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，其回收率應涵括於 80 - 120 % 範圍內。
- （五）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，其回收率應涵括於 80 - 120 % 範圍內。

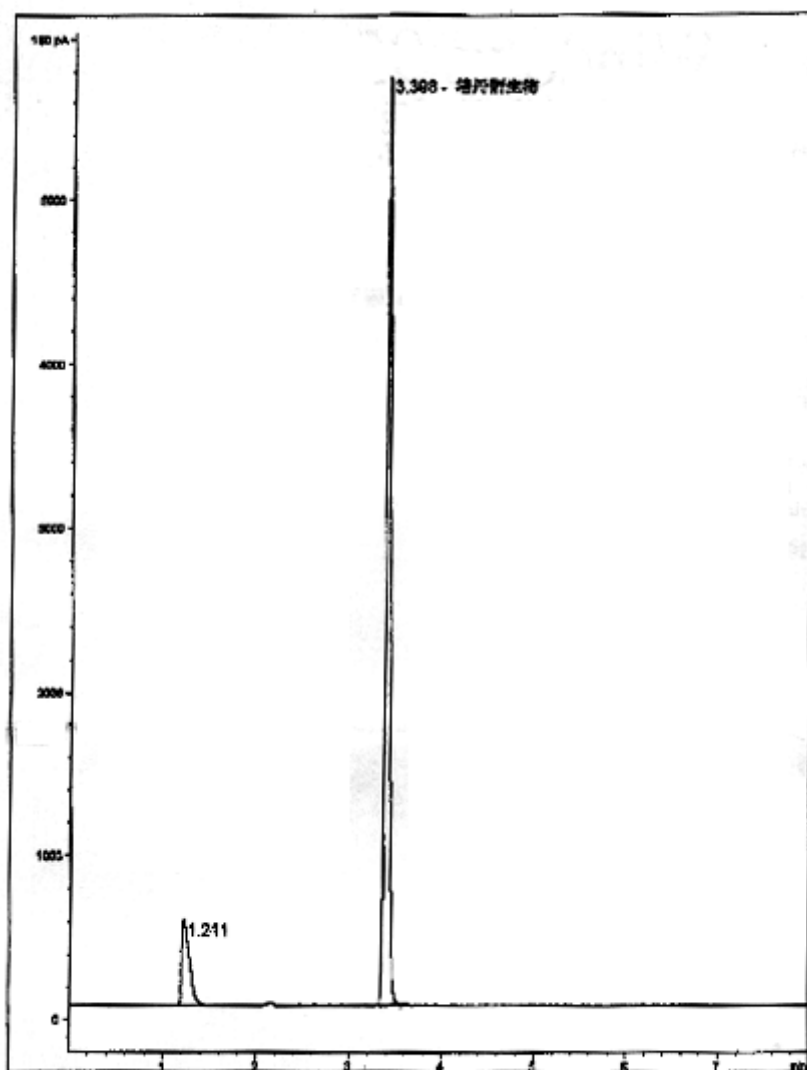
十、精密度及準確度

- （一）單一實驗室分別對試劑水及地下水進行添加分析。該二水樣中原含有之培丹均極低（在方法偵測極限之下），經添加 66.13 $\mu\text{g/L}$ 後，得到如下表所示的結果：

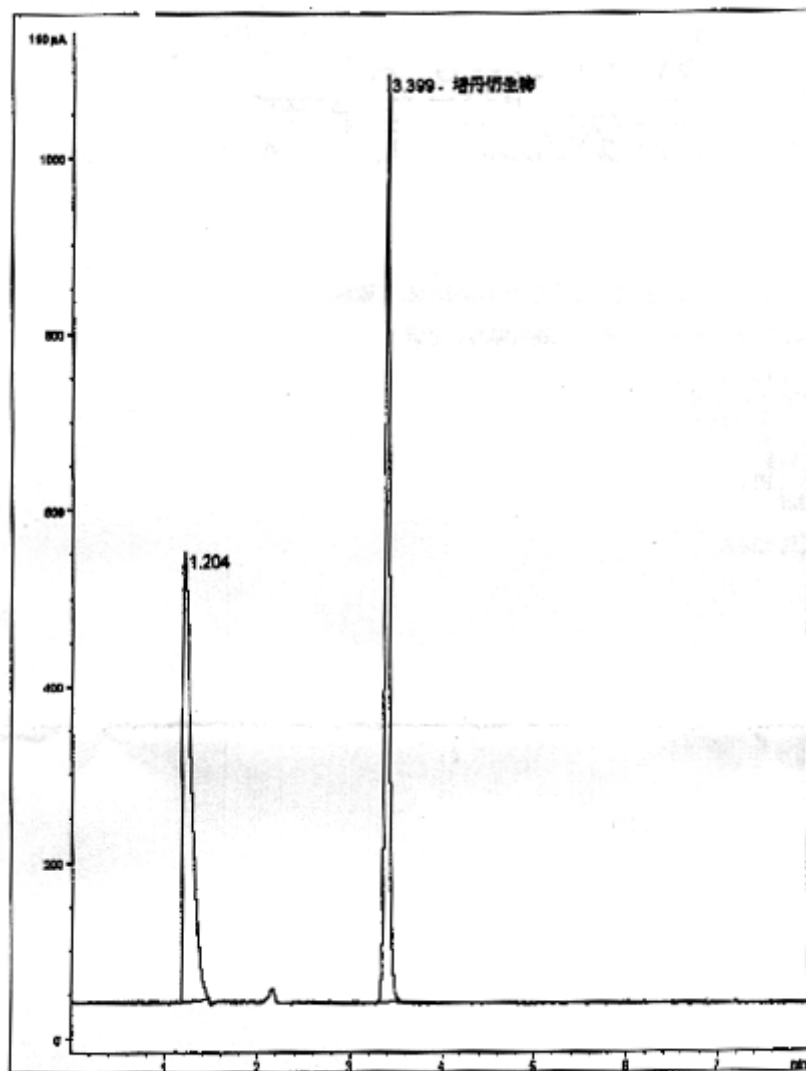
水樣類別	水樣中添加標準之濃度 ($\mu\text{g/L}$)	回收濃度 ($\mu\text{g/L}$)	標準偏差 (\pm)	回收率 (%)	分析次數
試劑水	66.1	61.0	2.3	92.2	7
地下水	66.1	65.8	2.3	99.5	7
原水	33.1	30.7	3.5	92.6	6

十一、參考資料

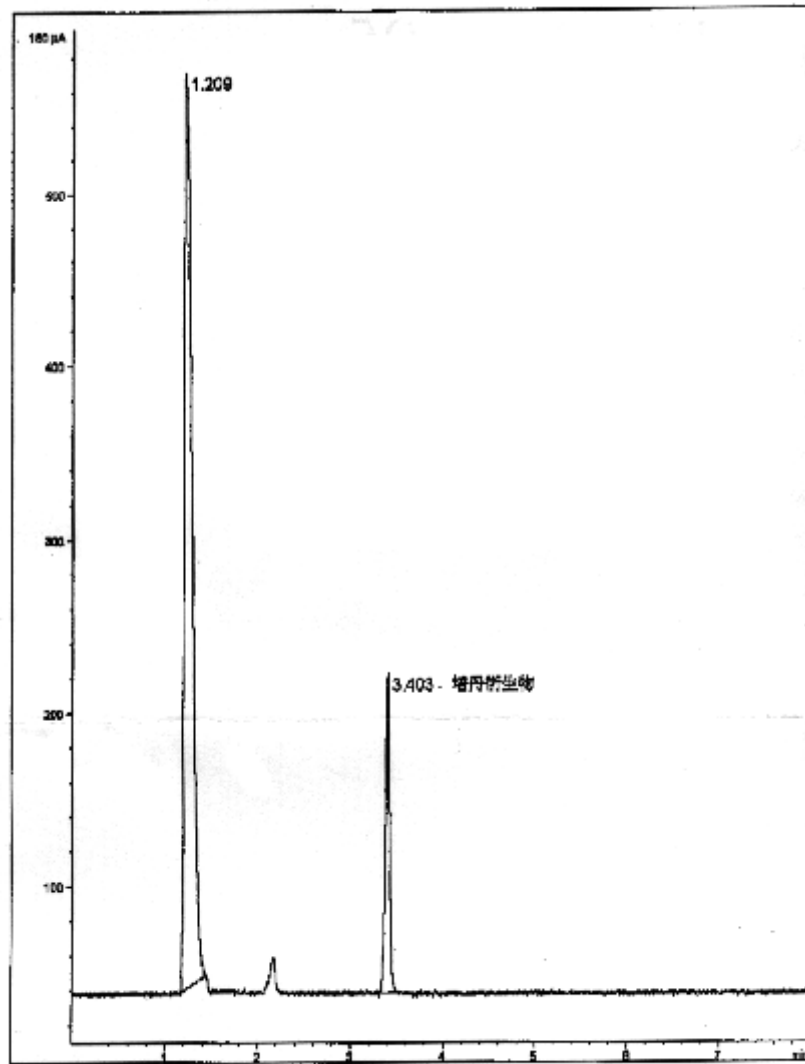
- (一) 行政院環境保護署。1997。水中培丹殺蟲劑殘留量分析方法建立。EPA - 86 - 1302 - 09 - 02。
- (二) K. Nishi, K. Konishi and N. Tan. 1974. Anal. Methods Pesticide Plant Growth Regul. 7, 371-384.
- (三) K. Nishi, K. Funakoshi, N. Tan and M. Hattori. 1979. Microdetermination of an Insecticide, Cartap Hydrochloride 2 - Dimethyl-aminotrimethylene S,S'- bis(thiocarbamate)hydrochloride in Soil. J. Pesticide Sci. 4, 29 - 35.
- (四) K. Nishi, I. Kodo and N. Tan. 1979. Absorption and Translocation of 2 - Dimethylaminotrimethylene S,S'- bis (thiocarbamate) (Cartap) in Rice Plant. J. Pesticide Sci. 4, 37 - 44.
- (五) S. Endo and T. Masuda. 1981. Cartap Concentrations in Rice Plant Treated with Three Formulation Types and Toxic Effect to the Rice Leafroller, *Chaphalocrocis medinalis* Guenee. J. Pesticide Sci. 6, 287 - 292.



圖一、試劑水樣品中培丹衍生物之氣相層析圖



圖二、地下水樣品中培丹衍生物之氣相層析圖



圖三、原水樣品中培丹衍生物之氣相層析圖