

# 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 107 年 11 月 8 日環署授檢字第 1070007004 號公告

自中華民國 108 年 2 月 15 日生效

NIEA W660.51B

## 一、方法概要

水樣以二氯甲烷進行液相-液相萃取，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 C<sub>18</sub> 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，流洗液收集後進行濃縮，再以正己烷置換並定容，最後以氣相層析儀／電子捕捉偵測器檢測水中可氯丹之濃度。

## 二、適用範圍

本方法適用於飲用水、飲用水水源、地面水體、地下水體、廢(污)水及放流水中可氯丹之檢測(註 1)。

## 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，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，故在採樣及分析過程中，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，雜質之種類及含量依個別之水樣而異，通常可以矽酸鎂淨化管移去，但亦可能需要特別之處理。
- (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。
- (五) 如有干擾，濃縮液視需要選擇適當淨化方法進行。

## 四、設備與材料

- (一) 減壓濃縮裝置或其它濃縮裝置。
- (二) C<sub>18</sub> 固相萃取膜裝置：硼矽玻璃製，設備參考圖一。

(三) C<sub>18</sub> 固相萃取管柱裝置：設備參考圖二。

(四) 採樣瓶：1 L，棕色玻璃材質，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。使用前，玻璃瓶及瓶蓋內襯應事先清洗乾淨，並以丙酮淋洗後晾乾，以避免污染。

(五) 分液漏斗：硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓。

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

(七) 淨化玻璃管柱：300 mm × 20 mm（內徑），活栓不得使用潤滑油脂。

(八) 定量瓶：10 mL、100 mL 或其它適當體積，硼矽玻璃製。

(九) 天平：可精確稱至 0.1 mg。

(十) 微量注射器或自動注射器。

(十一) 氣相層析儀，附電子捕捉偵測器及數據處理功能。

(十二) 氣相層析管柱：

1. 管柱 DB-1（或同級品）：長度 30 m，內徑 0.53 mm，膜厚 1.5 μm。

2. 管柱 DB-608（或同級品）：長度 30 m，內徑 0.53 mm，膜厚 0.83 μm。

3. 其他性質相似之層析管柱。

## 五、試劑

(一) 試劑水：不含有機物之去離子水，或不含有機物之市售水。

(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。

(三) 無水硫酸鈉（Anhydrous Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）：純度大於 99% 者。若含干擾分析

之物質，使用前以二氯甲烷預洗或以 400°C 加熱約 4 小時，以除去干擾物質。

(四) 氮氣：純度為 99.99% 以上。

(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（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ）：顆粒狀，試藥級。

(八) 矽酸鎂（Florasil, Magnesium silicate, activated）：殘量級，60 至 100 mesh，購置經 680°C 活化且貯存於褐色玻璃瓶或避光玻璃瓶者（切勿購買貯存於塑膠瓶者）；使用前以 130°C 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°C 加熱約 3 小時，以除去干擾物質並活化之，或購置已經處理過之商業品。

(九) 異辛烷：殘量級或同級品。

(十) 儲備標準溶液：可由高純度可氯丹標準品配製或購置經確認濃度之標準品。

精確稱取約 10.0 mg（精稱至 0.1 mg）已知純度標準品，置於 10 mL 之定量瓶中，以異辛烷溶解後，稀釋至標示的刻度，貯存於棕色之試藥瓶（瓶蓋需有鐵氟龍內襯），4°C±2°C 冷藏，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) 內標準品(選用)

五氯硝苯(Pentachloronitrobenzene) 或 1-溴-2-硝苯(1-Bromo-2-nitrobenzene)可做為內標準品。配製濃度為 5,000 mg/L (或適當濃度)，在每 mL 的樣品萃液中添加 10 µL 此溶液。

## 六、採樣與保存

(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，集完之水樣須在  $4^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  暗處冷藏。

(二) 水樣須於 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，則應以氫氧化鈉溶液或硫酸溶液調整 pH 值介於 5.0 至 9.0，並於 7 天內完成萃取。

## 七、步驟

包括樣品前處理（萃取及淨化）、儀器分析方法設定、檢量線製備以及樣品分析，可依下述方式，並參考附錄進行之。

(一) 樣品前處理：

1. 萃取：參考本署公告以下三種方法使用：

(1) 分液漏斗液相—液相萃取法 (NIEA R106)

(2) 固相萃取方法 (NIEA M188) -固相萃取膜法

(3) 固相萃取方法 (NIEA M188) -固相萃取管柱法

2. 完成萃取後進行去水，將少許玻璃棉放入去水玻璃管柱底部，隨後加入適量之無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於濃縮裝置收集瓶中，並以適量二氯甲烷沖洗萃液收集瓶與玻璃管柱。

3. 淨化

(1) 合併洗液收集於濃縮裝置收集瓶中，以正己烷置換後再次進行濃縮，視需要再次進行淨化，淨化方式可參考本署公告「矽酸鎂管柱淨化法 NIEA M182」。

(2) 淨化不限於前述方法，如有其它可達到同樣效果之淨化步驟也可使用，例如使用本署公告「矽膠淨化法 (NIEA M183)」或「去硫淨化法 (NIEA M186)」等淨化方式，唯品管上須符合本方法之規範。

## (二) 儀器分析方法設定

儀器分析條件參考如下，可視實際需要適當調整之。

1. 載流氣體：氮氣。
2. 載流氣體流速：2.37 mL/min。
3. 補助氣體：氮氣。
4. 補助氣體流速：30 mL/min。
5. 注射口溫度：225°C。
6. 偵測器溫度：300°C。
7. 分流比：10：1。
8. 起始溫度：160°C 維持 1 分鐘。
9. 升溫設定：160°C 以每分鐘 10°C 升溫至 200°C，維持 5 分鐘。  
續以每分鐘 15°C 升溫至 250°C，維持 2 分鐘。  
再以每分鐘 15°C 升溫至 290°C。
10. 最終溫度：290°C，維持 1 分鐘。

## (三) 檢量線製備

1. 檢量線製備可使用內標準法或外標準法。
2. 配製至少 5 種不同濃度之檢量線標準溶液，最低一點濃度應宜與方法定量極限之濃度相當。或參考「層析檢測方法總則（NIEA M150）」中適當的校正規範，來做檢量線製備。檢量線製備過程，可使用內標準法或外標準法。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溶液（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準溶液）進行分析作確認，其分析結果應合於相對誤差值在  $\pm 15\%$  以內，確認不過時，應追

查原因。

3. 取五、(十)儲備標準溶液 1.00 mL 或適當體積置於 100 mL 之定量瓶，以所需之溶劑稀釋至刻度，貯存於棕色之試藥瓶(瓶蓋需有鐵氟龍內襯)，4°C±2°C 下冷藏，計算其濃度。
4. 建議檢量線標準溶液的注入體積為 1 μL 至 2 μL。
5. 檢量線校正法：

採用校正因子 ( Calibration factor ) 與感應因子 ( Response factor ) 之校正方法或線性迴歸校正法 ( Linear regression ) 採用外標準法校正時，以下列公式計算每一待測物，在各濃度下的校正因子、平均校正因子及校正因子的相對標準偏差 ( RSD ) ；採線性迴歸校正法，則利用統計技術，製備最適直線之檢量線，最常用者為最小平方法 ( Least squares method ) ，求得各測定值之最適迴歸線，此校正公式可使電腦化儀器能直接將濃度數據讀出。若採用內標準法校正，則依據「層析檢測方法總則 ( NIEA M150 ) 」計算感應因子。

#### 線性迴歸校正法

此為線性模式，利用統計技術，製備最適直線之檢量線 ( Best straight calibration line ) ，最常用者為最小平方法 ( Least squares method ) ，求得各測定值之最適迴歸線，此校正公式可使電腦化儀器能直接將濃度數據讀出，同時以校正之最適公式 ( Goodness-of-Fit equation ) 作為定量之量測。迴歸線之最適性，以其相關係數 ( Correlation coefficient ) r 評估，此值介於 1 和 0 之間，以 1 為最大之相關。原則上，上述迴歸線之線性相關係數 r 應大於或等於 0.995。

#### 外標準品校正 ( 校正因子校正法 )

( 1 ) 每一待測物在各濃度下的校正因子計算如下：

$$CF = \frac{\text{標準品中化合物的尖峰面積(或高度)}}{\text{所注入化合物的重量 (ng)}}$$

(2) 每一待測物的平均校正因子計算如下：

其中  $n$  是標準溶液的分析次數

$$\text{平均 } CF = \overline{CF} = \frac{\sum_{i=1}^n CF_i}{n}$$

(3) 每一待測物的校正因子的標準偏差 (SD) 及相對標準偏差 (RSD) 計算如下：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (CF_i - \overline{CF})^2}{n-1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\overline{CF}} \times 100$$

內標準品校正 (感應因子校正法)

(1) 每一待測物在各濃度下的感應因子計算如下：

$$RF = \frac{A_s/A_{is}}{C_s/C_{is}}$$

$A_s$ ：樣品或樣品萃取液中待測物所對應的尖峰面積或高度

$A_{is}$ ：樣品或樣品萃取液中內標準品所對應的尖峰面積或高度

$C_s$ ：每一校正標準品中待測物的量或濃度

$C_{is}$ ：內標準品的量或濃度

(2) 每一待測物的平均感應因子計算如下：

其中  $n$  是標準溶液的分析次數

$$\text{平均 } RF = \overline{RF} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n}$$

(3) 每一待測物的感應因子的標準偏差 (SD) 及相對標準偏差 (RSD) 計算如下：

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RF_i - \overline{RF})^2}{n-1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\overline{RF}} \times 100$$

若各待測物的 RSD 均小於或等於 20%，則儀器的感應視為線性，可用平均校正因子做樣品之定量，或線性相關係數 r 應大於或等於 0.995，以校正之最適公式作為定量之量測。

若 RSD 大於 20% 或線性相關係數 r 小於 0.995 則應檢查系統及檢討原因後，始可採取其他校正方法。

## 6. 滯留時窗 (Retention time window)

(1) 在建立滯留時窗前，須先確定氣相層析系統是在最適操作條件下。

(2) 滯留時窗的寬度定義為：在 72 小時之間分析含待測物之標準溶液，計算出 3 次標準品滯留時間的標準偏差，以三倍標準偏差當作是滯留時窗的寬度，或平均滯留時間  $\pm 0.03$  分鐘。

## (四) 樣品分析

1. 在進行樣品分析前，須配製一個檢量線中點濃度標準溶液來執行檢量線之查核，分析過程中，每 12 小時執行檢量線查核。

(1) 定量分析時，相對誤差百分比不應超過  $\pm 15\%$ 。



依檢量線校正方式選擇相對誤差百分比計算方式：

$$\text{相對誤差} = \frac{\text{計算所得濃度} - \text{配製濃度}}{\text{配製濃度}} \times 100$$

或

$$\text{相對誤差} = \frac{\overline{CF} - CF_v}{\overline{CF}} \times 100$$

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

$CF_v$ ：待測物的校正因子（面積/ng）

或

$$\text{相對誤差} = \frac{\overline{RF} - RF_v}{\overline{RF}} \times 100$$

$\overline{RF}$ ：由起始校正所得的平均感應因子

$RF_v$ ：待測物的感應因子

- (2) 若檢量線查核超過前述  $\pm 15\%$  標準時，須檢查儀器的操作條件或進行儀器的維護保養，假如需要，使儀器回復到起始設定，並取另一份查核標準溶液注入儀器分析之，若待測物的訊號，仍無法落在  $\pm 15\%$  以內，則該待測物須重新執行最初校正。
2. 將檢量線標準溶液中每一待測物的滯留時間與第七（三）5 節中所建立的滯留時窗加以比較。
  3. 取已知量的濃縮樣品萃出液注入 GC，建議注射量為  $1 \mu\text{L}$  至  $2 \mu\text{L}$ ，標準溶液和樣品應有相同注射量，除非有可被接受不同注射量的績效證明。記錄注入的體積和其相對之尖峰面積。
  4. 當樣品萃液之尖峰落在待測物的滯留時窗內時，得到此待測物存在的初步定性辨識（不論是單一成分或多成分）。若樣品組成無法確

認時，建議以另一支不同靜相的 GC 管柱或另一種技術（如 GC/MS）加以確認。

5. 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。順式及反式-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。圖三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) 可氣丹殘留物的層析圖和標準品的層析圖可能相當不同，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) 當可氣丹殘留物的層析圖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) 當殘留物的層析圖與工業可氣丹的類似時，分析員可以藉由與可氣丹層析圖比較總面積或比較 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氣丹總面積來計算。若飛佈達及（或）環氧飛佈達佔很大比率，則分別計算其面積，並且自可氣丹的總面積中扣除，以獲得修正的可氣丹面積。
- (4) 測定可氣丹層析圖的總面積時，注入一定量的工業級可氣丹標準品，使其所產生層析圖的主要尖峰大小與樣品層析圖者大約相同。在第一個和最後析出之可氣丹成分尖峰的滯留時間之間，建立工業級可氣丹標準品層析圖之基線。用此面積和標準品中可氣丹之質量計算其校正因子。在樣品層析圖中，建立類似之基線，量測其面積，並以校正因子計算樣品濃度（註 4）。

## 八、結果處理

### (一) 校正因子法

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：

$$\text{水中可氣丹濃度}(\mu\text{g/L}) = \frac{(A_s)(V_t)(D)}{(\overline{CF})(V_i)(V_s)}$$

其中：

$A_s$ ：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。

$V_i$ ：樣品注入氣相層析儀之體積（ $\mu\text{L}$ ）。樣品及檢量線標準品注入的體積必須相同。

$V_s$ ：水溶液樣品體積（ $\text{mL}$ ）。

### (二) 感應因子法

樣品濃度之計算公式如下：

$$\text{水中可氣丹濃度}(\mu\text{g/L}) = \frac{(A_s)(C_{is})(D)}{(A_{is})(\overline{RF})(V_s)}$$

其中：

$A_s$ ：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）。

$\overline{RF}$ ：待測物之平均感應因子。

$V_s$ ：水溶液樣品體積（mL）。

### (三) 線性迴歸法

$$\text{濃度}(\mu\text{g/L}) = A \times \frac{V_t}{V_i} \times \frac{1}{V_s}$$

$A$ ：由檢量線計算求得之化合物含量（ng）。

$V_t$ ：濃縮萃液之總體積（ $\mu\text{L}$ ）。

$V_i$ ：樣品注入氣相層析儀之體積（ $\mu\text{L}$ ）。樣品及檢量線標準品注入的體積必須相同。

$V_s$ ：水溶液樣品體積（mL）。

- (四) 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。
- (五) 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 管柱或以 GC/MS 定量。
- (六) 報告如為執行法規管制標準用時，其報告單位需和管制標準之單位一致。

## 九、品質管制

- (一) 空白樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行 1 次空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限值之 2 倍。
- (二) 重複樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行 1 次重複分析。

(三) 添加樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行 1 次添加標準品分析。

(四) 查核樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行 1 次查核樣品分析。

#### 十、精密度與準確度

(一) 單一實驗室以試劑水為樣品所測得本方法  $\gamma$ -可氯丹之方法偵測極限為 0.017  $\mu\text{g/L}$ ， $\alpha$ -可氯丹之方法偵測極限為 0.018  $\mu\text{g/L}$ 。

(二) 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一及表二。

#### 十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署，水中有機氯農藥檢測方法—液相-液相萃取/氣相層析儀/電子捕捉偵測器法，NIEA W605.53B，中華民國 97 年。

(二) 行政院環境保護署，土壤、底泥及事業廢棄物中有機氯農藥檢測方法—氣相層析儀法，NIEA M 618.05C，中華民國 105 年。

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

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

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

(六) 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.

(七) U.S.EPA, Organochlorine Pesticides by Gas Chromatography. Method

8081B, 2007.

(八) U.S.EPA, Determinative Chromatographic Separations, Method 8000D, 2014.

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

$\gamma$ -可氣丹 ( $\gamma$ - 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，配置可氣丹標準溶液時，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。

註 4：請參照水中有機氯農藥檢測方法-液相-液相萃取/氣相層析儀/電子捕捉偵測器法（NIEA W605），檢測飛佈達及環氧飛佈達。

表一 單一實驗室分析海水樣品添加可氣丹標準品之精密度與準確度

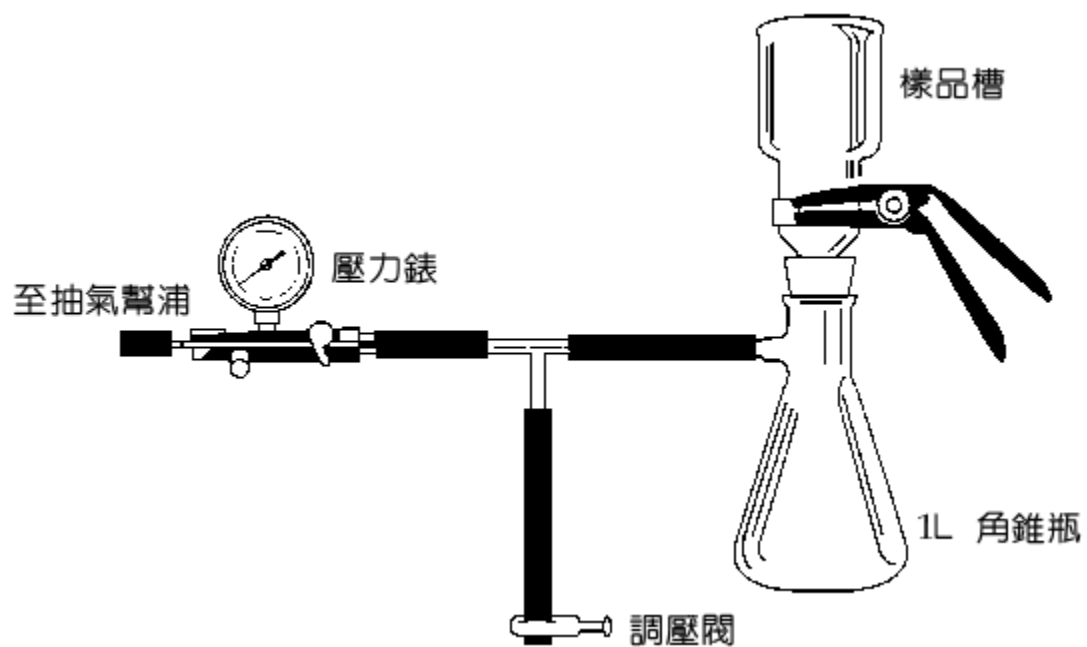
	水樣濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	添加濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	標準偏差 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 $\pm$ 標準偏差 (%)	精密度 (%)
$\gamma$ -可氣丹	ND	0.10	0.088	0.01	87.9 $\pm$ 10.3	11.7
$\alpha$ -可氣丹	ND	0.10	0.089	0.010	89.4 $\pm$ 9.4	10.5

註：分析次數為4次

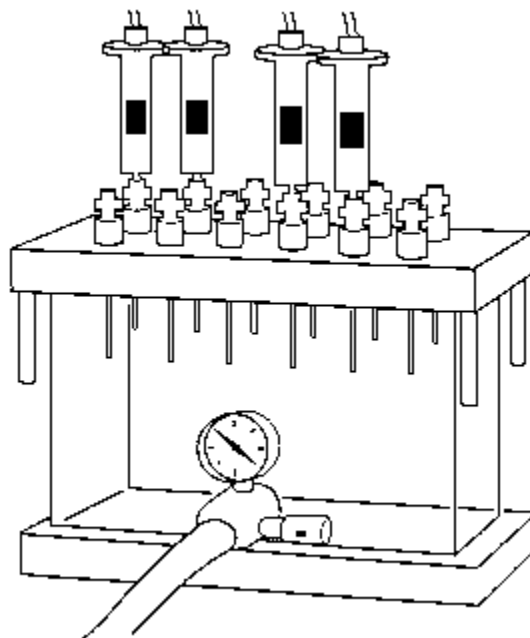
表二 單一實驗室添加可氣丹標準品於試劑水之精密度與準確度

	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 $\pm$ 標準偏差 (%)	精密度 (%)
$\gamma$ -可氣丹	ND	0.50	0.53	0.03	106 $\pm$ 6	5.8
$\alpha$ -可氣丹	ND	0.50	0.54	0.04	108 $\pm$ 8	7.0

註：分析次數為4次

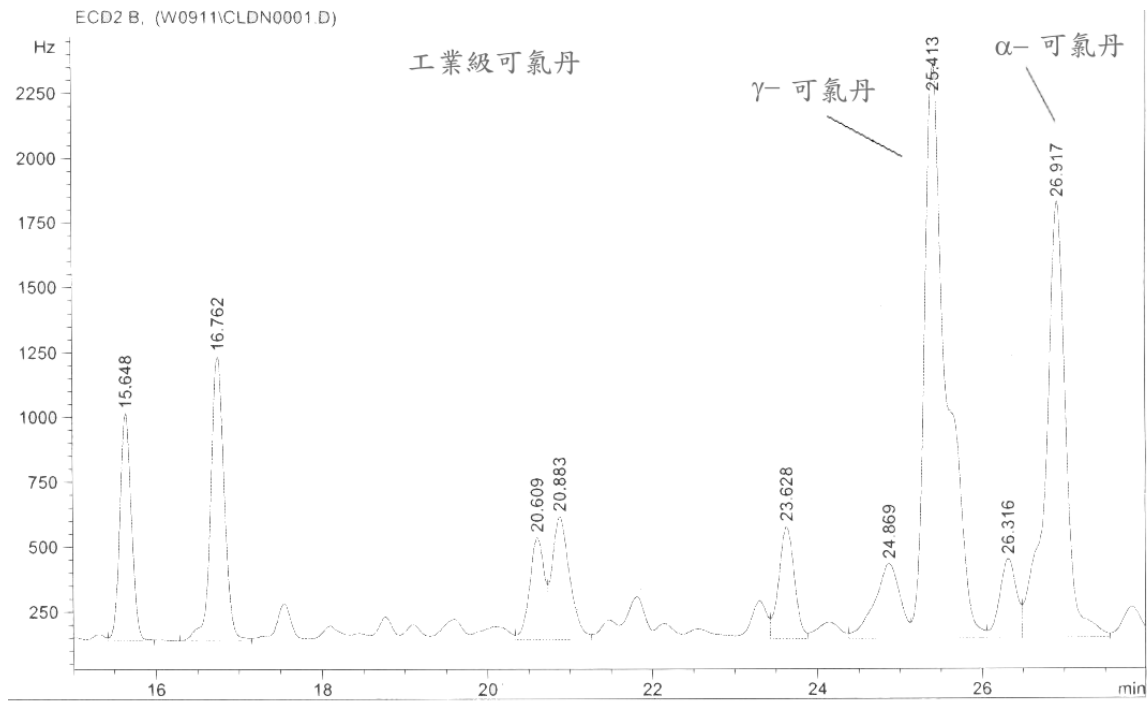


圖一 固相萃取膜萃取濃縮裝置參考圖



圖二 固相萃取管柱萃取濃縮裝置參考圖





圖三、4 µg/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) 之參考層析圖 (0.5 µg/L，注射量為 1 µL)。

## 附錄：前處理參考操作條件

### 一、萃取

#### (一) 液相-液相萃取法：

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 60 mL 二氯甲烷，倒入樣瓶沖洗然後將洗液倒入分液漏斗，搖動 1 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 2 次，有機層合併收集於三角燒瓶。

#### (二) 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 5 mL 之甲醇。依圖一之裝置，組合固相萃取膜裝置。夾取一片 C<sub>18</sub> 固相萃取膜置入固相萃取裝置，隨即以 10 mL 之二氯甲烷置入樣品槽，靜置約 2 分鐘後，以每分鐘 10 mL 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 10 mL 甲醇，依同樣之方式依序再加入 10 mL 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每分鐘 70 mL 至 100 mL，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濃縮裝置收集瓶以收集萃取液，重新組合固相萃取裝置。將 5 mL 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 3 次。待二氯甲烷完全流洗之後，再啟動抽氣幫浦抽乾流洗液。

#### (三) 固相萃取管柱法

依圖二之裝置，組合固相萃取管柱裝置。取一支 C<sub>18</sub> 固相萃取管柱置於固相萃取裝置上，隨即加入 10 mL 之二氯甲烷，靜置約 2 分鐘後，以每分鐘 5 mL 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 10 mL 甲醇，依同樣之方式依

序再加入 10 mL 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每分鐘 3 mL 至 5 mL。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。於固相萃尿管柱裝置內置入濃縮裝置收集瓶以收集流洗液，重新組合固相萃尿管柱裝置。加入 5 mL 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 cm 至 10 cm 高之無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於濃縮裝置或圓底燒瓶；再以 20 mL 至 30 mL 之二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管柱，合併洗液於濃縮裝置或圓底燒瓶。

## 三、濃縮與淨化

- (一) 以濃縮裝置將收集液濃縮至適量體積，隨後置於小試管中。
- (二) 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沈降後，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。
- (三) 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 mL 至 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。

## 四、沖洗收集

以 200 mL 含 15% 乙醚之正己烷溶液沖洗淨化管，調整流速為每分鐘 5 mL，收集洗液於濃縮裝置或圓底燒瓶。

## 五、濃縮

以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，隨後進行上機分析。