

壬基酚及壬基酚聚乙氧基醇檢測方法

— 高效液相層析儀/螢光偵測器法

中華民國 98 年 12 月 17 日環署檢字第 0980113857 號公告

自公告日起實施

NIEA T507.20B

一、方法概要

樣品秤取約 0.1 g，以含有 0.005 M 十二烷基硫酸鈉(Sodium dodecyl sulfate, SDS)之 50% 甲醇溶液溶解並調整 pH 值至 6，定容至 10.0 mL，使用高效液相層析儀/螢光偵測器在 222 nm 之激發波長、305 nm 放射波長測其螢光強度，以求得樣品中壬基酚及壬基酚聚乙氧基醇之濃度。

二、適用範圍

本方法適用於毒性化學物質、毒性有害事業廢棄物樣品或清潔劑中壬基酚 (Nonylphenol, CAS No.25154-52-3; 84852-15-3) 及壬基酚聚乙氧基醇 (Nonylphenol polyethylene glycol ether, CAS No.9016-45-9; 26027-38-3) 之檢測 (註 1)。

三、干擾

- (一) 本方法之干擾可能來自溶劑、玻璃器皿及其他處理過程所接觸器具之污染，這些干擾可能會產生假峰或基線偏高，必須以不含有機物之試劑水進行空白樣品分析，以確定在此分析條件下，所使用的物質及器具均未受到污染。
- (二) 玻璃器皿必須清洗以避免干擾。先以清潔劑清洗，再以自來水、試劑水或有機溶劑沖洗。玻璃器皿晾乾或風乾後，可以鋁箔紙封口，避免污染。
- (三) 試藥及溶劑宜使用殘量級，以減少干擾程度。
- (四) 當分析高濃度樣品後接著分析低濃度樣品時，可能會產生交叉污染。因此於高濃度樣品分析完成後，必須注射一針或數針空白溶劑，確認無殘留污染的情況。
- (五) 樣品中污染物之極性若與待測物類似，可能會造成干擾，其干擾程度依樣品基質不同而異，必要時以添加標準品或層析質譜儀分析結果再確認。

四、設備及材料

- (一) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- (二) 微量注射針或自動注射器。
- (三) 氬氣：純度為 99.999% 以上。
- (四) 廣用 pH 試紙：pH 0 到 14。
- (五) 量瓶：10 mL 或適當體積之棕色硼矽玻璃材質，附磨砂瓶塞。
- (六) 過濾膜：孔徑為 0.45 μm 之耐龍 (Nylon) 濾膜，或同級品。
- (七) 樣品瓶：鐵氟龍內襯之瓶蓋，容積約 100 mL 之棕色玻璃樣品瓶。
- (八) 高效液相層析儀建議機型：
 - 1. 樣品自動注入裝置：Waters 717 plus autosampler。
 - 2. 高壓幫浦：Waters 600 controller。
 - 3. 層析管柱：LiChrospher RP-18，粒徑 5 μm ，25 cm (長) \times 4.6 mm (內徑)；或同級品。
 - 4. 可調波長螢光偵測器：Waters 474 scanning fluorescence detector。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有機物之試劑水或純水製造系統製備不含有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。
- (二) 甲醇：HPLC 級，或同級品。
- (三) 十二烷基硫酸鈉(SDS)：試藥級。
- (四) 50% 甲醇溶液：取甲醇 500 mL，以試劑水定容至 1000 mL。
- (五) 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液：秤取 SDS 1.442 g，以 50% 甲醇溶液溶解，並定容至 1000 mL。
- (六) 5 N 之氫氧化鈉溶液：溶解 20 g 氫氧化鈉，於含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液中，定容至 100 mL。
- (七) 鹽酸溶液(1+19)：緩慢將 5 mL 的 37% 濃鹽酸，加入於 95 mL 含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液中。
- (八) 待測物儲備標準溶液：依檢測需要秤量約 0.01 g (精秤至 0.1 mg) 之已知純度待測物標準品，溶於含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液中，於 10 mL 量瓶中稀釋至標線，每年或更短時間內 (若例行的品管分析發現問題時) 更換；亦可選用市售經確認濃度之儲備標

準溶液。建議將標準溶液，儲存於鐵氟龍內襯瓶蓋密封之容器內，保存於 4°C 暗處。

六、採樣及保存

- (一) 產品：依包裝直接採集，同製造批次（號）採樣 3 件，以原包裝在室溫下保存，保存期限依廠商建議時間為原則。
- (二) 其他性質樣品依據本署公告之「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」及其他相關檢測方法之規定（註 2）。

七、步驟

(一) 高效液相層析儀建議條件：

移動相：甲醇：水（82:18，v/v），流速為 1.2 mL/min。

注射體積：20 μ L。

螢光偵測器波長：激發波長(Excitation wavelength) 222 nm，放射波長(Emission wavelength) 305 nm。

溫度：室溫。

(二) 檢量線製作

1. 以含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液，稀釋待測物儲備標準溶液，配製至少 5 種濃度之檢量線標準溶液，其中最低濃度宜與方法定量極限之濃度相當，涵括預期的真實待測樣品濃度，且在偵測器的線性濃度範圍內。建議之檢量線濃度範圍為 5 到 50 mg/L。
2. 分析完成後，記錄各化合物之滯留時間與波峰面積，繪製待測物濃度(mg/L)對應波峰面積之檢量線圖。
3. 檢量線確認：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進行確認（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品），其相對誤差值應在 $\pm 15\%$ 以內。

(三) 樣品分析

1. 秤取樣品約 0.1 g，精秤至 0.1 mg，以含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液溶解樣品，添加適量 5 N 氫氧化鈉溶液或鹽酸溶液(1+19)，調整 pH 值至 6，最後以含 0.005 M SDS 之 50% 甲醇溶液，定容至 10.0 mL。
2. 使用與檢量線相同條件之液相層析儀分析樣品。

八、結果處理

由檢量線求得待測化合物之檢出濃度 C，依下式計算樣品中壬基酚或壬基酚聚乙氧基醇之濃度：

$$\text{樣品中壬基酚或壬基酚聚乙氧基醇濃度}(\%, w/w) = \frac{C \times V \times D}{M \times 10000}$$

其中

C：由檢量線求得之化合物檢出濃度 (mg/L)

V：定量體積(mL)

M：樣品取樣量，單位為 (g)。

D：稀釋因子，無單位。若未經稀釋，D = 1。

九、品質管制

- (一) 檢量線：至少 5 點不同濃度，線性相關係數應大於或等於 0.995。
- (二) 檢量線查核：每批次或每 12 小時為週期之樣品分析時執行之，其相對誤差值應在 ±15% 以內。
- (三) 空白樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次空白樣品分析，空白樣品分析值應低於待測物方法偵測極限的 2 倍。
- (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，其回收率應在 75% 至 125% 範圍內。
- (五) 重複樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次重複樣品分析，其相對差異百分比應在 25% 範圍內。
- (六) 本方法不執行添加樣品分析。

十、精密度與準確度：

國內單一實驗室壬基酚及壬基酚聚乙氧基醇的偵測極限皆為 0.02 % (200 mg/kg)。分析查核樣品之精密度與準確度如表一。層析圖如圖一所示。

十一、參考資料

- (一) 行政院衛生署，食品用清潔劑中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類之檢測方法，署授食字第 0971800002 號公告，2008。

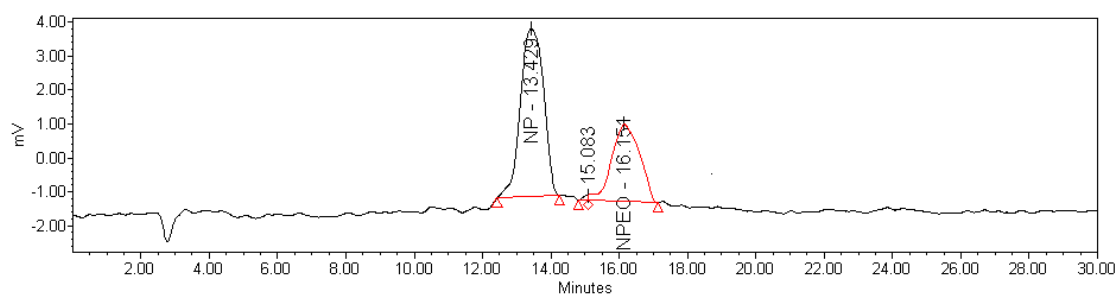
- (二) C.Y. Cheng, W.H. Ding, Determination of nonylphenol polyethoxylates in household detergents by high-performance liquid chromatography, J.Chromatogr.A.968:143-150, 2002.
- (三) M. Fountoulakis, P. Drillia, C. Pakou, A. Kampioti, K. Stamatelatou, G. Lyberatos, Analysis of nonylphenol and nonylphenol polyethoxylates in sewage sludge by high performance liquid chromatography following microwave-assisted extraction, J.Chromatogr.A.1089:45-51, 2005.
- (四) L. Nunez, E. Turiel, J.L. Tadeo, Determination of nonylphenol polyethoxylates in environmental solid samples by ultrasonic-assisted extraction and high performance liquid chromatography-fluorescence detection, J.Chromatogr.A.1146:157-163, 2007.

註：

1. 依「列管毒性化學物質及其運作管理事項」之規定：公告為第一類毒性化學物質，禁止使用於製造家用清潔劑。
2. 本方法所參考之其他公告之檢測方法編號，如未另規定，均以最新版次為主。
3. 本檢驗相關樣品廢液，依不含鹵素有機溶劑廢液處理。

表一 單一實驗室查核樣品之精密度與準確度

化合物	分析濃度 (mg/L)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
壬基酚	6	94.2	5.1	5
壬基酚聚乙氧基醇	6	90.6	3.4	5



圖一 1 mg/L 之壬基酚 (NP) 與壬基酚聚乙氧基醇 (NPEO) 液相層析圖譜