

...

# 硫酸/高錳酸鉀淨化法

中華民國86年12月18日(86)環署檢字第74303號公告

NIEA R117.00C

中華民國91年3月5日 環署檢字第0910014627號公告

修正為NIEA M187.00C

...

## 一、方法概要

萃液經由溶劑置換為正己烷後，依序先以濃硫酸處理並視需要繼以高錳酸鉀溶液處理，處理淨化後視需要將溶液濃縮待進行分析。

## 二、適用範圍

本方法適用於基質複雜之多氯聯苯樣品萃液，於層析分析時基線升高或層析譜定量困難時，使用本方法作徹底的淨化。本方法不適用於其它化合物萃液之淨化，因其會分解大部份的有機化合物如阿特靈、地特靈、安特靈、安殺番（I 或 II）及安殺番硫酸鹽（Endosulfan sulfate）。

## 三、干擾

本方法不會分解氯苯、氯萘（鹵蠟類 Halowaxes）及一些有機氯殺蟲劑，無法去除其干擾。

## 四、設備

- （一）注射針或 A 級移液管：玻璃製，1.0、2.0 及 5.0 mL。
- （二）樣品瓶（vials）：1、2 及 10 mL，有鐵氟龍襯墊的螺旋瓶蓋或夾壓式密封蓋（crimp tops）。
- （三）機械振盪或混合器：Vortex Genie 或同級品。
- （四）濃縮裝置：
  - 1.微量 Kuderna-Danish（K-D）裝置：
    - (1)2 mL 具有刻度之濃縮管。
    - (2)40 mL 蒸發瓶。以彈簧或其它品連接於濃縮管上。
    - (3)二球或三球史耐得管柱。
  - 2、減壓濃縮裝置。

## 五、試劑

- （一）所有檢測時使用的無機化合物必須是試藥級，除非另有說明，否則所有無機試藥必須符合化學試劑的規格。若須使用其它等級試藥，則在使用前必須確認該試藥的純度，使檢測結果的準確度不致降低。

- (二) 試劑水：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 克活性碳吸附床去除水中有機物而得，或亦可由純水製造系統製造而得到不含有機物之去離子水。
- (三) 硫酸溶液（1：1，v/v）：緩慢將 50 mL 濃硫酸加入於 50 mL 不含有機物之試劑水中。
- (四) 正己烷，C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>：殘量級或同級品。
- (五) 高錳酸鉀溶液，5%：溶解 5 g 高錳酸鉀於試劑水中，並稀釋至 100 mL。

## 六、採樣與保存

參考各相關檢測方法。

## 七、步驟

流程圖見附錄，各步驟詳述如下：

### (一) 硫酸淨化：

1. 使用注射針或移液管，將 1.0 或 2.0 mL 之正己烷萃液移入 10 mL 之樣品瓶，在煙廚中 小心加入 5 mL 1：1 硫酸溶液。正己烷萃液之體積由層析儀之自動注射器決定，若自動注射器能可靠地操作 1 mL 之樣品時，則使用 1 mL 萃液否則使用 2 mL 萃液。
2. 蓋緊樣品瓶蓋並振盪 1 分鐘（確定在進行前無放熱反應或氣體釋放），振盪時必須能 看到有效的混合。若樣品瓶洩漏立即停止振盪，避免皮膚接觸滲出液以免灼傷。
3. 靜置至少 1 分鐘使相分離，檢視上層正己烷液，此層不得為深色亦不得有可見的乳 化或混濁。
4. 若得到乾淨的分離相，直接進行步驟七、（一）、7。
5. 若正己烷液有顏色或乳化持續數分鐘，將樣品瓶中硫酸層棄置，再加入 5 mL 1：1 硫 酸溶液。
6. 振盪樣品 1 分鐘，靜置待相分離。
7. 將正己烷層移入 10 mL 樣品瓶。
8. 於硫酸層中加入 1 mL 之正己烷，蓋緊樣品瓶蓋後振盪（本次之萃取係為確保多氯聯 苯及毒殺番之定量萃取）。
9. 將正己烷層移入七、（一）、7 之樣品瓶中。

### (二) 高錳酸鉀淨化

1. 於七、（一）、9 之萃液中，加入 5 mL 5% 高錳酸鉀溶液（確定在進行前無放熱反應 或氣體釋放）。
2. 將樣品瓶瓶蓋蓋緊並振盪 1 分鐘（確定在進行前無放熱反應或氣體釋放），振盪時必 須能看到有效的混合。若樣品瓶洩漏立即停止振盪，避免皮膚接觸滲出液以免灼傷。
3. 靜置至少 1 分鐘使相分離，檢視上層正己烷液，此層不得為深色亦不得有可見的乳 化或混濁。
4. 若得到乾淨的分離相，直接進行步驟七、（二）、7。
5. 若正己烷液有顏色或乳化持續數分鐘，用玻璃移液管移去高錳酸鉀層並棄置之，再加 入 5 mL 之高錳酸鉀溶液。
6. 再振盪樣品 1 分鐘，靜置待相分離。
7. 將正己烷層移入 10 mL 樣品瓶。
8. 加入 1 mL 之正己烷於高錳酸鉀層中，蓋緊樣品瓶蓋後振盪（此次萃取係為確保多氯 聯苯及毒殺番之萃取效率）。

9.將正己烷層移入七、(二)、7之樣品瓶中。

### (三) 最終樣品製備

- 1.使用適當的濃縮技術如減壓濃縮或 K-D 濃縮，將正己烷萃液濃縮至 1.0 或 2.0 mL。
- 2.使用矽酸鎂淨化法或矽膠淨化法除去剩餘之有機氯系殺蟲劑。
- 3.萃液使用多氯聯苯檢測方法 ( NIEA R611.20C ) 或適當方法分析之，若萃液不立即分析，將濃縮液移入具備有鐵氟龍襯墊之螺旋瓶蓋樣品瓶中蓋緊，儲存於冰箱中。

## 八、結果處理

略

## 九、品質管制

- (一) 分析者限為有經驗者或在有經驗分析員監督下執行，分析員須證明其有能力能得到可接受之結果。
- (二) 空白及重覆分析樣品，必須同時以此方法淨化處理。

## 十、精密度與準確度

略

## 十一、參考資料

- (一) US EPA. Sulfuric Acid / Permanganate Cleanup, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3665A, Jan. 1995.
- (二) US EPA. Cleanup, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3600C, Jan. 1995.
- (三) US EPA. Florisil Cleanup, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3620B, Jan. 1995.
- (四) US EPA. Silica Gel Cleanup, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3630C, Jan. 1995.
- (五) 有機物萃取及樣品製備法 (一)，NIEA R112.00C，行政院環境保護署公報，86 年 1 月。
- (六) 多氯聯苯檢測方法－毛細管柱氣相層析法，NIEA R611.20C，行政院環境保護署公報，86 年 9 月。

### 硫酸/高錳酸鉀淨化法

