

水中戴奧辛及呔喃採樣方法

中華民國 98 年 12 月 11 日環署檢字第 0980113388 號公告
自中華民國 99 年 3 月 15 日起實施
中華民國102年11月12日環署檢字第1020097616號公告修正
自中華民國102年12月15日生效
NIEA W790.50B

一、方法概要

本方法係使用前濃縮水質採樣器，以約 1 L/min 的流量採集足夠量的水樣，利用玻璃纖維濾紙（膜）及泡棉（Polyurethane foam, PUF）捕集吸附水樣中懸浮態及溶解態戴奧辛(Polychlorinated dibenzo-para-dioxins, PCDDs)及呔喃(Polychlorinated dibenzofurans, PCDFs)待測物後，送實驗室進行樣品分析。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於飲用水、飲用水水源、地表水、地下水及放流水等水質中戴奧辛及呔喃檢測（PCDDs/PCDFs）之採樣。
- (二) 一般水中之戴奧辛及呔喃濃度極低，需採集足量體積，以提昇待測物偵測靈敏度樣品可定量範圍通常視樣品體積、最終定量體積及樣品受干擾程度而異，單一實驗室在無干擾情況下，採集100 L，最終定量體積 20 μ L，至少可偵測值四~五氯 PCDD/Fs 為 0.046 pg/L、六~七氯 PCDD/Fs 為 0.035 pg/L 及八氯 PCDD/Fs 為 0.286 pg/L，17種同源物最低檢出量值參考如表一。

三、干擾

一般水體中 PCDDs 和 PCDFs 濃度極低，所以干擾的排除是必要的，採樣器具必需保持清潔，所有材料如泡棉、濾紙（膜）、過濾裝置、泡棉套筒，要確實進行清洗，以避免污染（註1）。

四、設備及材料

- (一) 前濃縮水質採樣器（註2）：包括採樣頭(含過濾裝置及泡棉套筒)、水泵、壓力控制開關、液位感應器、緩衝液位槽及流量計量器等單元如圖一；或其他同等級功能裝置。
- (二) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D，或同級品。

- (三) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50，直徑 142 mm、0.5 μm 孔徑；或同級品。
- (四) 泡棉 (PUF)：TISCH TE1010 3 英吋或同級品。3 英吋厚圓柱形之聚胺基甲酸乙酯泡棉 (密度大於 0.022 g/cm^3)，圓柱形 PUF 之直徑 (約 6.3 公分) 應該略大於套筒之內徑。或將 PUF 置於索氏萃取裝置內，以甲苯每小時迴流四個循環以上，萃取 4 小時，萃取完成再以丙酮淋洗 PUF，將甲苯置換後，放到真空烘箱中，在小於 60°C 溫度下真空乾燥，以乾淨玻璃罐密封備用；可使用市售已預先淨化之泡棉。
- (五) 水質採樣瓶：2.5 L 以上棕色玻璃瓶，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避光。
- (六) 玻璃密封罐：500 mL 之廣口瓶或冷凍乾燥瓶，棕色玻璃製，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避光，供保存濾紙及泡棉之用。
- (七) 鋁箔：使用前以正己烷淋洗。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有機物質之去離子水。
- (二) 丙酮：殘量級，或同級品。
- (三) 正己烷：殘量級，或同級品。
- (四) 甲苯：殘量級，或同級品。

六、採樣與保存

(一) 採樣頭準備

1. 將濾紙 (膜) 放置於乾淨容器中，或放置於備妥之過濾裝置內備用。
2. 將泡棉放置於乾淨玻璃罐密封，或直接置入泡棉套筒，一併攜帶至現場。
3. 採樣頭以經正己烷淋洗過之鋁箔紙包覆，置於已標示之夾鏈袋

中。

(二) 採樣器組裝

- 1.採樣系統如圖一，使用0.5 μm 孔徑濾膜，視需要可多串聯一組濾紙前過濾裝置。
- 2.採樣頭如圖二，包含過濾裝置及泡棉套筒，主要是用來捕集水樣中懸浮態及吸附溶解態的戴奧辛及呔喃。
- 3.使用拋棄式無塵手套，謹慎的將過濾裝置及泡棉套筒旋緊固定，確保無洩漏現象。

(三) 採樣

- 1.飲用水直接以前濃縮水質採樣器採集樣品1,000 L(含)以上，一般環境水體採集水樣約50 L ~ 300 L，以有效提昇偵測靈敏度。
- 2.採取水樣時，應注意避免擾動下層底質，事業放流水樣品可直接以經清洗乾淨之褐色玻璃樣品瓶，採集水樣至少 20 L 以上，室溫下送至實驗室，以圖一設備進行濃縮。
- 3.當樣品濃度太低，或分析時需進行分樣 (Archive)，或分析時定量體積較大時，應考慮增加採樣體積。
- 4.採取水樣時，應適時更換濾紙 (膜)，更換時，使用乾淨鑷子，小心地自過濾裝置取出濾紙 (膜)，置於玻璃密封罐內。
- 5.若水質樣品懸浮固體含量大於 1% 時，則取相當於 10 g 乾基懸浮固體之水樣量，分析其固體部分即可(註3)。
- 6.所有樣品的裝卸載，必須在一可控制的環境下進行，以期將潛在污染降至最低。
- 7.每批次採樣前，抽取 4 L 左右之試劑水，作為現場空白樣品，以監測採樣系統有無交叉污染。
- 8.確認採樣器組裝完整，檢查採樣器之流量計並記錄讀值或歸零，記錄時間、採樣器序號、樣品編號、 PUF 套筒編號於現場採樣紀錄表上(表二)，依採樣設備標準作業程序進行採樣。

9.採樣開始5分鐘後，觀察流量是否穩定，捕集流量以約 1 L/min 或小於1 L/min，採樣過程中有任何異常。均需在現場採樣紀錄表上（表二）加註說明。

10.採樣系統壓力過高時，可適時依六.(四).3.4.節更換濾紙(膜)後繼續進行採樣。更換濾紙(膜)前，應於表二採樣現場環境及過程陳述記錄流量計讀值等資訊。(註4)。

(四) 樣品回收

- 1.採樣結束關閉電源後，謹慎地將採樣頭移至潔淨區域。
- 2.使用拋棄式無塵手套，取出套筒內之泡棉，置於玻璃密封罐內。
- 3.使用乾淨鑷子，小心地自過濾裝置取出濾紙(膜)，置於玻璃密封罐內。
- 4.將濾紙(膜)朝內對摺兩次，置於玻璃密封罐內。
- 5.罐上貼上樣品標籤及封條，以鋁箔紙包妥後，置於樣品冷藏箱內。
- 6.每一樣品須有樣品監視鏈。樣品運送期間，需冷藏 10°C 以下，同時需防止光線照射以避免光解。樣品必須在採樣後 30 天內萃取，並在萃取後 45 天內完成分析。

七、步驟

(略)。相關檢測方法參考 NIEA M801「戴奧辛及呋喃檢測方法」執行。

八、結果處理

(略)

九、品質管制

現場空白：係指採樣組裝後抽取 4 L 左右之試劑水，同樣品回收步驟所收集的樣品，其測值應低於 5 倍方法偵測極限，每一批次或每 10 件樣品應有一現場空白。

十、精密度與準確度

(略)

十一、參考資料

- (一) Yasumoto M, Takako A, Masanori A, Masatoshi M, Hiroyasu I, Yoshie S, and Tohru M, Determination of Low Dioxins and PCBs Concentration in Ambient Water using Large Volume “IN SITU” Preconcentration System. Organohalogen Compounds Vol.40 (1999)。
- (二) 行政院環境保護署，戴奧辛及呔喃檢測方法 NIEA M801.11B，中華民國九十四年十一月三十日。
- (三) 行政院環境保護署，水質檢測方法總則 NIEA W102.51C，中華民國九十四年三月二日。
- (四) 翁英明、陳元武、蔡清蘭，「環境水體中戴奧辛檢驗方法研究」，行政院環境保護署環境檢驗所，環境調查研究年報第十一號，中華民國九十三年十二月。

註1：器皿清洗過程產生之廢液，依有機溶劑廢液處理。

註2：流量計量器需備有校正文件，以證明其計量功能之準確性。

註3：懸浮固體含量之執行方式，取20 g水樣經GF/D濾紙過濾，以110 ±5°C烘4小時後，移入乾燥箱內冷卻，依下列計算式，計算其懸浮固體含量。

$$\text{懸浮固體含量 \%} = \frac{W_d - W_f}{20 \text{ g}} \times 100 \%$$

W_d ：濾紙及樣品乾重 W_f ：濾紙重

註4：當壓力過高時，需特別注意濾紙（膜）之完整性。

表一 戴奧辛待測物與對應同位素標幟物最低檢出量值

待測物	對應同位素標幟物	最低檢出量值 ^a
		水(pg/L;ppq)
2,3,7,8-TeCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	0.204
2,3,7,8-TeCDD	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	0.046
1,2,3,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	0.203
2,3,4,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	0.455
1,2,3,7,8-PeCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	0.170
1,2,3,4,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.214
1,2,3,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.252
1,2,3,7,8,9-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.035
2,3,4,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.289
1,2,3,4,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.102
1,2,3,6,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.142
1,2,3,7,8,9-HxCDD	— ^b	0.108
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.561
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.201
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.400
OCDF	¹³ C ₁₂ -OCDD	0.286
OCDD	¹³ C ₁₂ -OCDD	0.508

a 最低檢出量值(Minimum detection level)：是樣品經由完整之前處理分析程序後，其待測物訊號判定符合定性、定量準則者，所測得最低可定量濃度值，水取100 L 分析，最終定量體積 20 μL。

b 1,2,3,7,8,9-HxCDD 是以 ¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-HxCDD 與 ¹³C₁₂-1,2,3,6,7,8-HxCDD 感應強度平均值為定量基準。

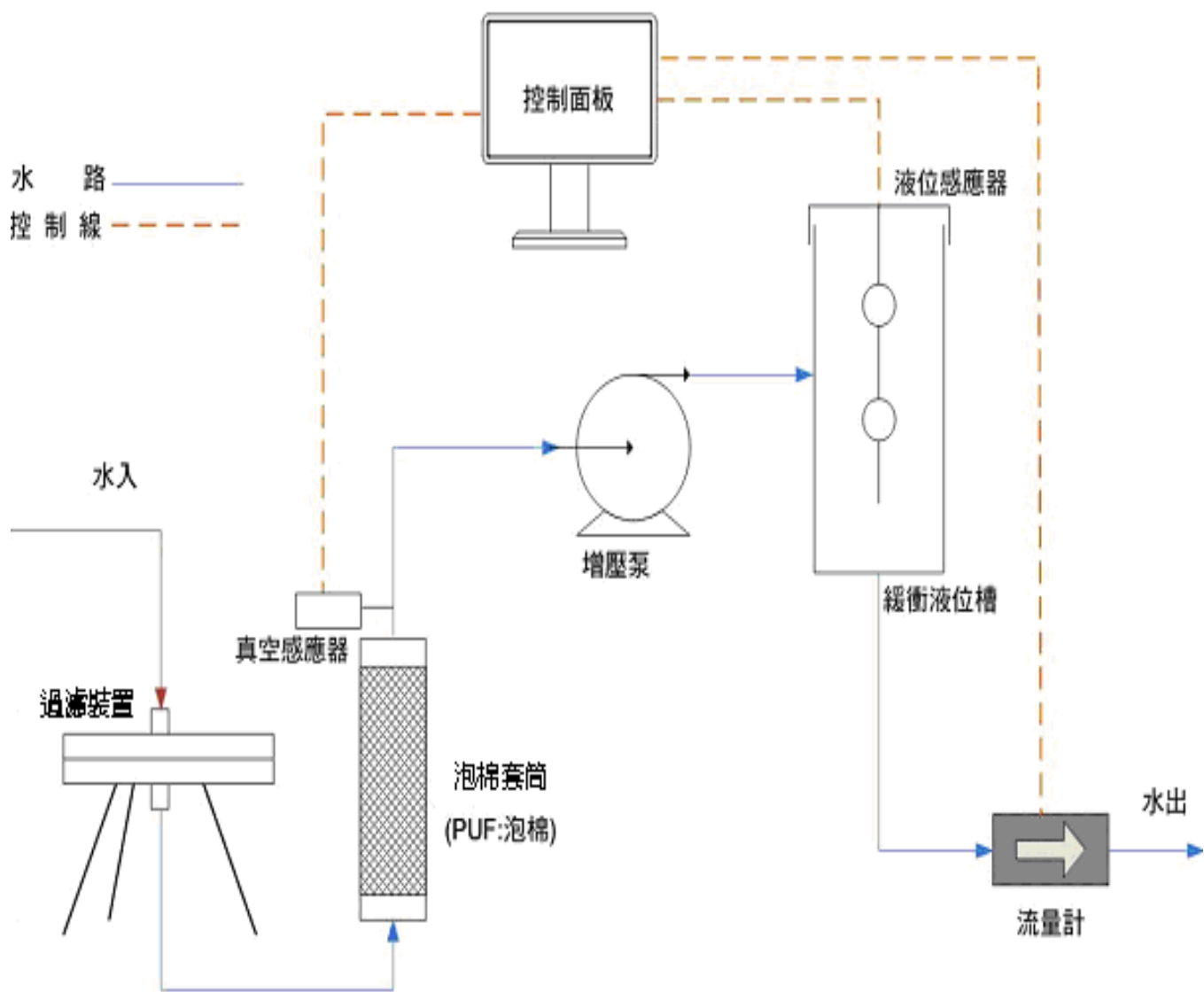
表二 水質樣品戴奧辛採樣紀錄表

採樣地點：_____ 採樣人員：_____

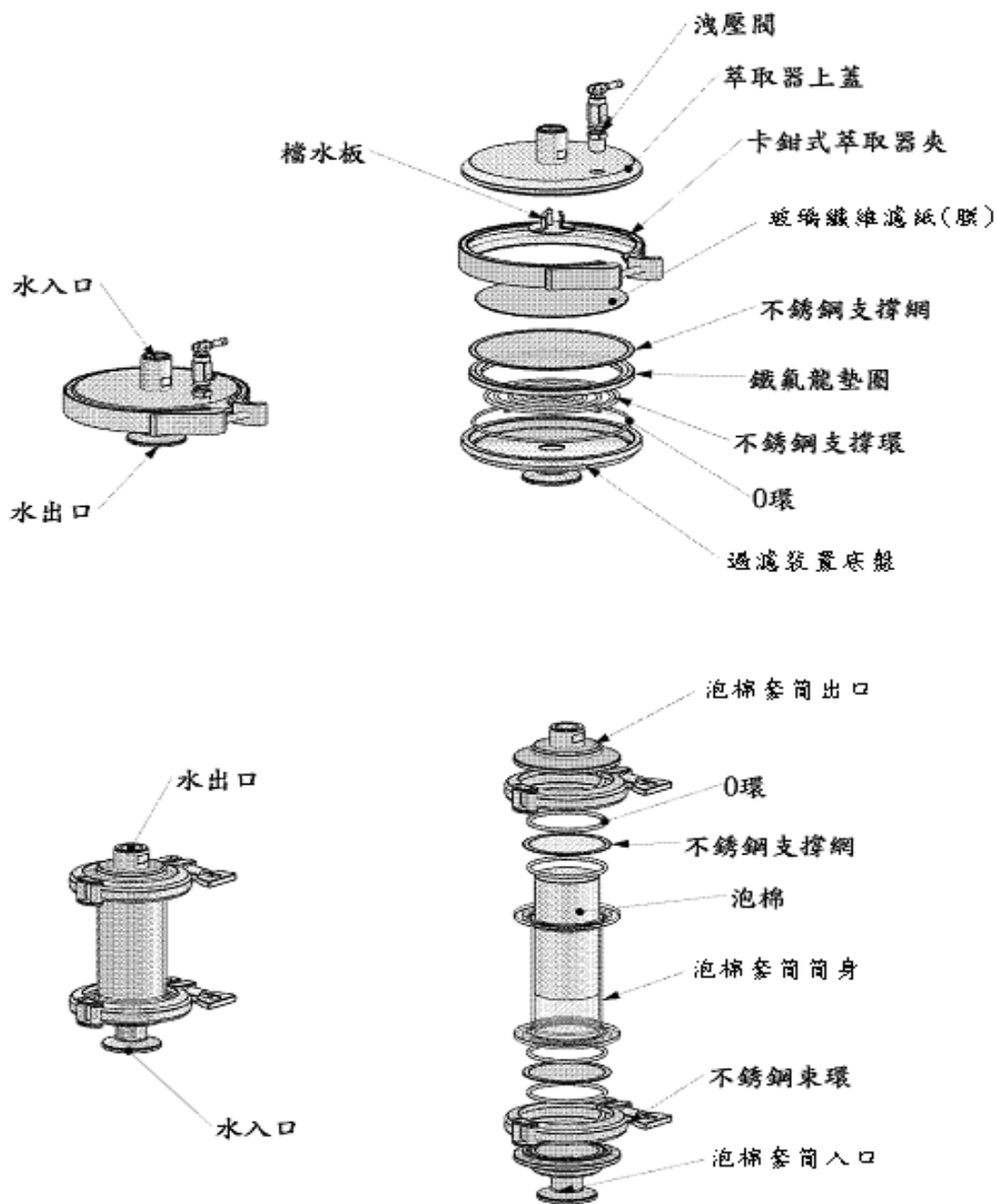
採樣日期：_____ 審核人員：_____

採樣時間：_____ 天氣狀況：晴 陰 其他

採樣器序號			
樣品編號			
泡棉套筒編號			
系統測試			
過濾（濃縮） 時間	開始		
	結束		
捕集過濾濃縮 速率（L/mim）			
流量計讀值	採樣前		
	採樣後		
採樣體積（L）			
玻璃纖維濾紙（膜）		0.5 μm_____張	0.5 μm_____張
		其他_____μm_____張	其他_____μm_____張
泡棉（PUF/組）			
採樣現場環境及過程陳述			



圖一 前濃縮水質採樣器示意圖



圖二 採樣頭示意圖(含過濾裝置及泡棉套筒)