

環境用藥檢測方法—樣品製備法（一）

中華民國 98 年 3 月 12 日環署檢字第 0980021446 號公告
自中華民國 98 年 6 月 15 日起實施
NIEA D901.01B

一、方法概要

本方法為針對各種不同的環境用藥藥劑，如不同劑型的液劑、乳劑、懸浮劑、粒劑、片劑、粉劑、糊狀劑、餌劑、噴霧劑及其他劑型等，以適當的有機溶劑及處理方式進行樣品之萃取或稀釋，將所得之萃液或稀釋液，提供氣相層析儀或高效能液相層析儀檢測「環境用藥檢測方法—層析法，NIEA D902」之用的樣品製備法。

二、適用範圍

本方法適用於處理環境用藥劑型中有效成分為有機物，且可溶於一般有機溶劑之樣品。本方法不適用一般有機溶劑不溶解之成分處理，對於有效成分以外之不純物檢測處理亦不適用。

三、干擾

- (一) 分析過程所使用之玻璃器皿、溶劑及試劑等可能導入未知污染，干擾分析結果。玻璃器皿使用完畢後可使用適當溶劑淋洗，以避免殘留。玻璃器皿清洗方式為浸入清潔劑後以超音波洗淨，再以水沖洗，繼之以去離子蒸餾水淋洗、晾乾，放置於乾淨地點備用，器皿使用前以適當溶劑淋洗。
- (二) 實驗室中常用的塑膠製品極易造成鄰苯二甲酸酯的污染。因鄰苯二甲酸酯常被用做可塑劑，且極易自塑膠物質中被萃取出來，檢測過程中避免使用塑膠製品。

四、設備

- (一) 分析天平：可精秤至 0.0001 g。
- (二) 磨碎裝置。
- (三) 索氏萃取設備。
- (四) 超音波振盪器。

(五)恆溫水浴裝置。

(六)加壓流體萃取裝置。

(七)減壓濃縮裝置。

(八)吹氮濃縮裝置。

(九)錐形瓶：250 mL，附螺旋蓋或磨砂瓶蓋。

(十)分液漏斗：500 mL，1000 mL，附磨砂瓶蓋。

(十一)圓底燒瓶：250 mL，500 mL，附磨砂瓶蓋。

(十二)定量瓶：5 mL，10 mL，25 mL，50 mL，100 mL，附磨砂瓶塞。

(十三)冷凍離心機：具有溫控裝置，轉速須可有效分離固液混合物。

(十四)開罐器。

五、試劑

(一)試劑水：使用不含待測物之去離子水，其製法請參照「事業廢棄物
檢測方法總則 (NIEA R101)」相關規定。

(二)無水硫酸鈉：試藥級或同級品。

(三)氯化鈉：試藥級或同級品。

(四)甲醇、丙酮、二氯甲烷、氯甲烷、正己烷或其他適用之溶劑：試藥
級或同級品。

六、採樣與保存

採樣時應依據採樣檢測目的，採取足夠供給檢測及保存之樣品數量。樣品為已包裝完善且密封完整之環境用藥成品時，則以原包裝在室溫保存。

七、步驟

環境用藥之樣品製備，須要依據藥劑包裝樣式與待檢測有效成分特性而選擇適當之處理方式。

(一)包裝拆除處理

- 1、片劑、粒劑、蚊香及餌劑樣品：先將環境用藥藥劑之外包裝拆除，隨機挑選數個樣品件。再以適當粉碎裝置將樣品粉碎，進行樣品萃取處理。
- 2、噴霧罐樣品：先將樣品外包裝、瓶蓋及壓鈕頭拆除，秤取樣品總重 (W_1)，置於冰箱冷凍 (約 -17°C) 4 小時以上，取出樣品在抽風櫥中以無火花工具打一小孔 (一般於罐身接縫線與罐肩交處，以細釘打孔)，使罐中充填之易揮發物 (如液化石油氣) 慢慢逸出，並以超音波震盪數分鐘以排除盡罐內殘氣，待穩定後，秤取其重量 (W_2)。再以開罐器切開罐身 (小心金屬粉屑)，將罐內液體倒入試藥瓶中，再稱取空罐重量 (W_0)。依照試藥瓶中液體特性 (水溶性或油溶性)，選擇適當方法進行萃取或其他處理。
- 3、電蚊香片拆除外包裝取整數片，其他樣品直接拆除外包裝或依實際情況適當處理。

(二)樣品處理

檢測環境用藥之樣品處理方式，大致可依據各種劑型及有效成分與實際情況，加以選擇適用的處理方式，而分析員如能證明其他處理方式足以定性及定量待測物，便可改變這些條件。1、直接稀釋：適用於原體、液劑、電蚊香液、油性噴霧罐等；2、液相—液相萃取：適用於乳劑及水溶性噴霧罐；3、索氏萃取：適用於電蚊香片、片劑、粉劑、粒劑與含或不含蠟質之餌劑等；4、加壓流體萃取：適用於蚊香、片劑、粉劑、與不含蠟質之餌劑等；5、超音波萃取：適用於片劑、粉劑、與含或不含蠟質之餌劑等；6、含蠟質餌劑除蠟法：適用於含蠟質餌劑經索氏萃取或超音波震盪萃取後去除蠟質。附表為常見環境用藥劑型與一般樣品處理方式，通常樣品中待測物之濃度應於檢量線最高濃度之 20% 至 80% 間較為適當。以下分別敘述之。

- 1、直接稀釋：樣品經步驟 七、(一)節包裝拆除處理後，秤取適量樣品，以丙酮、甲醇或其他適當溶劑稀釋定容。
- 2、液相—液相萃取法：樣品經步驟 七、(一)節包裝拆除處理後，秤取適量樣品，置於適當體積之分液漏斗內，加入飽和食鹽水約 40 mL 及二氯甲烷 80 mL 或更多二氯甲烷，蓋上瓶蓋，洩氣後劇烈震盪 30 秒洩壓，再重覆震盪，直至無壓力釋出後靜置分層 (如

樣品分層不明或產生乳化現象時，再加過量之飽和食鹽水，或二氯甲烷，或改以圓弧方式搖盪萃取)。將二氯甲烷層收集於燒瓶中，水層重覆再以兩次 80 mL 二氯甲烷或更多二氯甲烷萃取，合併二氯甲烷層經無水硫酸鈉脫水，並以二氯甲烷定容至適當體積。請參照「分液漏斗液相-液相萃取法 (NIEA R106)」相關規定。

- 3、索氏萃取：樣品經步驟 七、(一)節包裝拆除處理後，秤取適量樣品，置於索氏萃取裝置之圓筒濾紙中，圓底燒瓶中量取約 180 mL 丙酮(若有效成分須以 HPLC 分析者，則溶劑須使用甲醇)，將索氏萃取裝置安裝妥當，設定水浴約在 80°C，以每小時 4 至 6 循環萃取 4 小時以上，請參照「索氏萃取法 (NIEA M165)」相關規定。收集圓底燒瓶中之萃取液，以減壓濃縮裝置減容後，再以丙酮(或甲醇)定容至適當體積。
- 4、加壓流體萃取：樣品經步驟 七、(一)節包裝拆除處理後，秤取適量樣品，置於加壓萃取裝置之金屬圓筒中，使用約 40 mL 丙酮萃取(若有效成分須以 HPLC 分析者，則溶劑須使用甲醇)。

建議設定條件

儀器：Dionex ASE 200 型或同等級

SAMPLE CELL：22 mL

HEAT：5 min

PRESSURE：1500 psi

STATIC：5 min

TEMPERATURE：100°C

FLUSH：60%

PURGE：60 sec

CYCLE：3

樣品萃取後收集，以吹氮濃縮裝置減容，再以丙酮(或甲醇)定容至適當體積。請參照「加壓流體萃取方法(NIEA M189)」相關

規定。

- 5、超音波萃取：樣品經步驟 七、(一)節包裝拆除處理後，取適量樣品，於 150 mL 錐形瓶中，加入約 100 mL 丙酮（若有效成份須以 HPLC 分析者，則溶劑須使用甲醇），以超音波震盪 30 至 60 分鐘後，將萃液經濾紙過濾於圓底燒瓶中，以減壓濃縮裝置減容後，再以丙酮（或甲醇）定容至適當體積。請參照「超音波萃取法 (NIEA M167)」相關規定。
- 6、含蠟質之餌劑除蠟：樣品經步驟 七、(二) 3 節索氏萃取之萃液，先減壓濃縮至 50 mL 以下，再以甲醇（或適當溶劑）洗至離心管中，置於冰箱冷藏 4°C 以下 1 小時以上，取出離心數分鐘，取上層澄清液至圓底燒瓶中，離心管中再加入適量甲醇（或適當溶劑）重覆潤洗、離心共 3 次。收集萃液再以甲醇（或適當溶劑）定容至適當體積。

八、結果處理

噴霧罐樣品，須計算重量校正因子。

$$\text{重量校正因子 (f)} = (W_2 - W_0) / (W_1 - W_0)$$

W₁：噴霧罐未洩壓前樣品總重。

W₂：噴霧罐洩壓後重量。

W₀：噴霧罐空罐重量。

記錄此校正因子，計算樣品含量時使用。

九、品質管制

(一)本方法分析批次是指以相同前處理方式或處理同一類劑型視為同一批次。

(二)執行每批次樣品或每 10 個樣品分析時，須同時進行方法空白樣品分析。

(三)執行每批次樣品或每 10 個樣品分析時，須同時進行重複樣品分析。

十、精密度與準確度

略。

十一、參考資料

(一)行政院環保署環境檢驗所，環境用藥檢測方法－層析法，NIEA D902.04B，2008。

(二)行政院環保署環境檢驗所，事業廢棄物檢測方法總則，NIEA R101.02C，2003。

(三)行政院環保署環境檢驗所，分液漏斗液相－液相萃取法，NIEA R106.01C，2002。

(四)行政院環保署環境檢驗所，索氏萃取法，NIEA M165.00C，2002。

(五)行政院環保署環境檢驗所，加壓流體萃取方法，NIEA M189.00C，2004。

(六)行政院環保署環境檢驗所，超音波萃取法，NIEA M167.00C，2002。

註：本方法所產生之廢液，請依各實驗室之安衛環保規定處理。

表 環境用藥劑型與一般樣品處理方式

環境用藥劑型 ^A	適用前處理方法	適用萃取溶劑
原體	直接稀釋	丙酮、甲醇
電蚊香液	直接稀釋	丙酮、甲醇
液劑	直接稀釋	丙酮、甲醇
粉劑	索氏萃取、超音波萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
膏劑	索氏萃取、超音波萃取	丙酮、甲醇
懸浮劑	液相-液相萃取、超音波萃取、直接稀釋	丙酮、甲醇、二氯甲烷
錠劑	索氏萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
油劑	直接稀釋	丙酮、甲醇
噴霧劑	液相-液相萃取、直接稀釋	丙酮、二氯甲烷
蚊香劑	索氏萃取、超音波萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
片劑	索氏萃取、超音波萃取	丙酮、甲醇
餌劑	索氏萃取、超音波萃取(不含臘)、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
燻煙劑	索氏萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
煙霧劑	液相-液相萃取、直接稀釋	丙酮、二氯甲烷
固體	索氏萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
砂粒	索氏萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇
粒劑	索氏萃取、加壓流體萃取	丙酮、甲醇

凝膠劑	索氏萃取、超音波萃取	丙酮、甲醇
乳劑	液相-液相萃取、直接稀釋	丙酮、甲醇
糊狀劑	索氏萃取、超音波萃取	丙酮、甲醇

A: 依據毒管處環境用藥許可證及病媒防治業網路查詢系統所刊載之劑型予以分類。網址：<http://flora2.epa.gov.tw/posn/>