

毒性化學物質鄰苯二甲酸二丁酯及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯檢測方法—氣相層析儀/火焰離子偵測器法

中華民國94年10月11日環署檢字第0940080873號公告

自中華民國95年1月15日起實施

NIEA T505.30B

一、方法概要

樣品以乙酸乙酯溶劑稀釋，將稀釋後之樣品直接注入氣相層析儀進行分析，利用火焰離子偵測器（FID）測定鄰苯二甲酸二丁酯（Dibutyl phthalate；DBP）及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯（Di(2-ethylhexyl phthalate；DEHP)含量。

二、適用範圍

本方法適用於毒性化學物質鄰苯二甲酸二丁酯及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯之檢測。DBP之方法偵測極限為 1.51 mg/kg，DEHP之方法偵測極限為 2.58 mg/kg。

三、干擾

- (一) 試藥、溶劑或玻璃器皿等所均可能為鄰苯二甲酸酯類污染，而造成干擾。可藉由定期執行實驗室空白樣品分析，以確認所使用之試藥、溶劑或玻璃器皿等不致造成干擾。
- (二) 分析過程中避免使用塑膠器皿，以防止鄰苯二甲酸酯類的污染。

四、設備

- (一) 微量注射針：1.0、10.0 及 25.0 μL 。
- (二) 氣相層析儀：
 - 1. 附有不分流注射口，控溫程式及火焰離子偵測器。
 - 2. 分離管柱：DB-5，30 m \times 0.53 mm（內徑） \times 1.5 μm （膜厚），或同級品。
 - 3. 數據處理系統：具量測尖峰面積、高度與滯留時間功能之資料處理系統。
 - 4. 自動送樣系統（選用）或手動注射。
- (三) 定量瓶：10 mL 及 100 mL 硼矽玻璃製品。
- (四) 樣品瓶：1.8 mL 及 5 mL，棕色附鐵氟龍墊片之螺旋蓋。
- (五) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。

(六) 採樣瓶：125 mL，棕色附鐵氟龍墊片之螺旋蓋。

五、試劑

(一) 除非另有說明，所有檢測時使用的試劑或溶劑必須是試藥級。
若需使用其他等級試劑，在使用前必須確認該試劑的純度足夠高，使檢測結果的準確度不致降低。

(二) 乙酸乙酯：殘量級，或同級品。

(三) DBP：純度 96% 以上。

(四) DEHP：純度 96% 以上。

(五) 儲備標準溶液：

製備 1000 $\mu\text{g/mL}$ 之儲備標準溶液，精確稱量 100 mg 之 DBP 及 DEHP 標準品，溶於乙酸乙酯中，於 100 mL 定量瓶中，定容至標線。儲存於 4°C，並避免光線照射，或購買市售濃度經確認過之標準溶液。

(六) 中間標準溶液：

取 5 mL 儲備標準溶液，置於 10 mL 定量瓶中，以乙酸乙酯定容至標線，為 500 $\mu\text{g/mL}$ 標準液。

六、採樣與保存

應依據檢測目的，採集足夠供檢測與保存之樣品數量，所採集的樣品宜使用棕色採樣瓶保存之。

七、步驟

(一) 樣品製備及分析步驟

1. 稱取適量樣品並記錄重量 (W ，精確至 0.1 mg)，置於 100 mL 定量瓶內，以乙酸乙酯定容至標線；測定時樣品濃度若超過檢量線範圍，應稀釋至適當濃度，使落入檢量線範圍內為止。
2. 若待測物有基質干擾之現象時，建議使用氣相層析質譜儀定性確認。

(二) 檢量線製備

1. 以中間標準溶液配製至少五種不同濃度之檢量線標準溶液，最低一點濃度應與方法定量極限相當。樣品注入氣相層析儀後，以尖峰面積（高度）與濃度建立檢量線。
2. 檢量線製備完成後，應即以第二來源標準品，製備相當於檢量線中點濃度之標準溶液進行分析作確認，其相對誤差值超過 \pm

15% 時，應重新製備檢量線。

(三) 檢量線查核

完成初始檢量線製備後，每一工作日，應另以標準溶液來查核初始檢量線的續用性，否則即須重新製備檢量線；查核程序為分析初始檢量線中間濃度的標準溶液，與初始檢量線之作比較，若其相對誤差值落在 $\pm 15\%$ 以內，則分析員仍可使用初始檢量線執行樣品中待測物的定量

(四) 建議之層析條件

1. 注入埠溫度：240°C。
2. 注入量：1.0 μL 。
3. 偵測器溫度：300°C。
4. 載送氣體（氦氣）流速：7.5 mL/min。
5. 層析溫度：最初溫度：180°C，保持 1 分鐘。
升溫速率：10°C/min。
最終溫度：300°C，保持 2 分鐘。

八、結果處理

一般樣品以重量百分比計量者：

$$\text{待測物}\%(w/w) = \frac{C \times V \times 10^{-6}}{W} \times 100$$

C ：由檢量線求得待測物之濃度 ($\mu\text{g/mL}$)。

V ：樣品製備總體積 (mL)。

W ：所取樣品重 (g)。

九、品質管制

- (一) 檢量線：檢量線之線性 r 值須在 0.995 以上。
- (二) 空白樣品分析：每 10 個或每批樣品（當該批樣品少於 10 個時）至少執行一次空白樣品分析，空白樣品分析值應小於方法偵測極限之二倍。
- (三) 重複樣品分析：每批樣品至少執行一次重複樣品分析，相對差異百分比為 $\pm 10\%$ 以內。
- (四) 查核樣品分析：每批樣品至少執行一次查核樣品分析，回收率範圍介於 80% 至 120%。

(五) 添加樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次添加樣品分析，回收率範圍為 80% 至 120%。

十、精密度及準確度

本方法經單一實驗室分析，所得之精密度及準確度如表一所示。

十一、參考資料

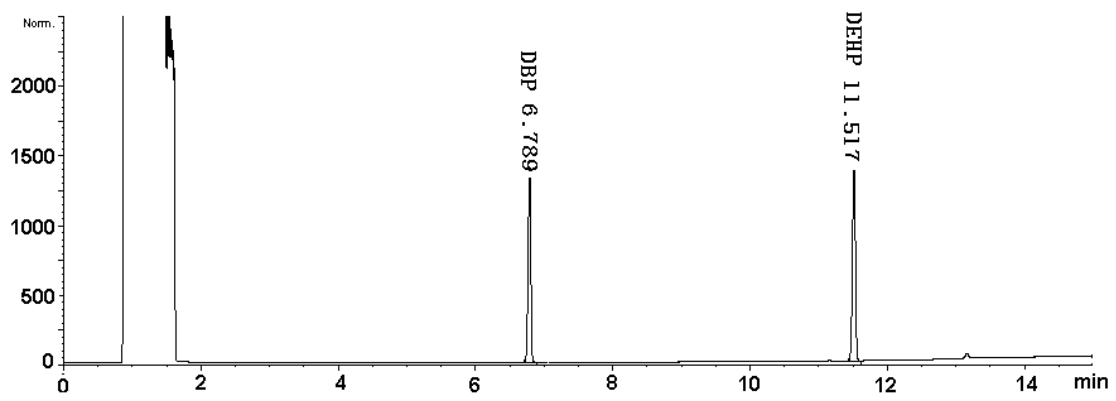
- (一) 行政院環境保護署，層析檢測方法總則，NIEA M150。
- (二) 行政院環境保護署環境檢驗所，毒性化學物質中鄰苯二甲酸二丁酯及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯之檢測方法之建立，93年自行驗證研究計畫報告。
- (三) Phthalates Dr. Stefan Heise and Dr. Norbert Litz German Federal Environmental Agency, Berlin, Germany February 2004.

註 1：廢液分類處理原則—相關樣品廢液，依有機非鹵廢液處理。

註 2：本方法所參考之檢測方法，如未另規定，均以最新版為主。

表一、單一實驗室鄰苯二甲酸二丁酯 (DBP) 及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) 查核樣品回收率

待測物名稱	DBP			DEHP		
	50	100	150	50	100	150
配製濃度(μ g/mL)	50	100	150	50	100	150
檢測次數	分析值			分析值		
1	51	102.3	151.2	49.3	100.3	145.7
2	51	101.7	151.3	48.9	97.6	145
3	49.9	101.6	151.9	48	97.9	145.8
4	52.2	102	151.7	49.9	97.6	145.5
5	49.9	103	154			147.6
				48		
6	50.3	102.6	151.9	98.5		145.8
7	49.9	103.7	150.9	47.7	99.4	144.6
平均值	50.6	102.4	151.8	48.5	98.6	145.7
標準偏差	0.86	0.75	1.02	0.86	1	0.95
RSD (%)	1.7	0.73	0.67	1.76	1.02	0.65
平均回收率	101.2	102.4	101.2	97	98.6	97.1



圖一、鄰苯二甲酸二丁酯(DBP)，
鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)之氣相層析圖