

土壤中多氯聯苯篩檢方法－氯離子電極法

中華民國 96 年 12 月 25 日環署檢字第 0960099578C 號公告

自中華民國 97 年 4 月 15 日起實施

NIEA S604.60C

一、方法概要

土壤樣品以有機溶劑萃取，再將萃液過濾，以去除水分及無機鹽類，並濃縮之，濃縮之萃液在觸媒催化下與金屬鈉反應，置換樣品中多氯聯苯（PCB）之氯離子，氯離子再被萃取於水相之緩衝溶液中，然後以偵測氯離子之選擇性電極檢測，並由標準曲線推估土壤樣品中多氯聯苯之濃度。

二、適用範圍

本方法用以篩檢土壤樣品，探討其多氯聯苯的濃度是否落於 2 至 2000 mg/kg 濃度範圍。本方法適用於污染場址調查、污染場址整治範圍規劃，可在野外現場執行，篩選高濃度或低濃度部分；但法規管制值附近之樣品，需送至實驗室執行定量分析。

本方法限由受過訓練之分析員，親自操作或在其監督下，方可執行。每一分析人員，需證明其具有使用本方法，並可產生可信結果的能力。

三、干擾

（一）本方法對於易溶於非極性溶劑之任何含氯化合物，都會造成干擾。當分析多氯聯苯時，任何其他含氯有機物將造成正偏差。化合物中若含顯著量之溴及碘，亦將會影響到結果。由表一結果顯示，本方法有 1.4% 偽陰性。

（二）假如樣品以有機溶劑萃取，無機氯將不會干擾本方法。

四、設備與材料

電化學 PCB 測試套組：L2000 PCB/Chloride Analyzer（Dexsil Corporation, One Hamden Park Drive, Hamden, CT）或具同等功效之產品。

五、試劑

請參考每一商品化的檢測試劑套組，所提供或說明成功的資訊，以了解並準備完成該試驗，所需之相關試劑。

六、採樣及保存

(一)採樣方法請參考本署公告 NIEA S102。

(二)由於土樣可能已遭受污染，因此必須以危害物質處理規範之要求處置。

七、步驟

請遵循檢測試劑套組製造商的說明書進行，這些檢測試劑套組，必須符合或優於表一至表二所列之效能。

八、結果處理

略

九、品質管制

(一)請遵循檢測試劑套組製造商的說明，進行品質管制措施。

(二)檢測結果若樣品濃度接近行動基準 (action level) 時，請利用重複分析來再次確認篩檢結果。

(三)切勿使用已過期的檢測試劑套組。

(四)切勿使用其他檢測試劑套組所配備的試劑與試管。

(五)請依產品規範，控制檢測試劑套組保存與使用的溫度。

(六)本方法適用於室內及野外試驗，需有適當之品質保證措施來保證檢測數據之品質。

十、精密度與準確度

(一) 分析來自於多氯聯苯污染區之 146 個土壤樣品，其中含 114 個土壤樣品及 32 個現場重複樣品。每個樣品都使用 L2000 和 GC/MS 兩種方法來分析。L2000 分析方法是在現場進行且多氯聯苯含量是以 Aroclor 1242 來表示；而 GC/MS 方法於實驗室進行。實驗結果見表一。

- (二) 以統計方法來評估 L2000 和 GC/MS 兩種方法之偵測極限差異，並評估 L2000 分析方法可接受性。以 L2000 及 GC/MS 檢測數據進行配對 t-test 評估，得到的 t 值是 0.2141，查 t 檢定表，得知在 0.05 顯著水準下，其 t 值是 1.645，由於 0.2141 遠小於 1.645，表示 L2000 和 GC/MS 兩種方法偵測極限，在統計上無差異。其中 2 筆數據因大於 3 倍標準偏差而刪除，兩種方法所得之檢測數據經線性迴歸得到相關係數 0.95，截距為 10.98 $\mu\text{g/g}$ ，斜率 0.985，此斜率在統計上和 1 無差異，且此截距也和 0 無差異。
- (三) 以大於 L2000 方法偵測極限 (2 $\mu\text{g/g}$) 之樣品重複分析數據，計算相對差異百分比。L2000 方法得到之平均相對差異百分比是 19%，GC/MS 方法得到之平均相對差異百分比是 43%。經以 Dunnett's 評估，顯示兩種方法重複分析之相對差異百分比，在統計上有顯著差異。
- (四) 另一真實樣品分析之案例，樣品來自一受 Aroclor 1260 污染場址，檢測結果以 Aroclor 1260 表示。樣品經分樣；一份送至實驗室以 US EPA, SW-846, Method 8082 分析，一份在採樣現場以 L2000 方法分析。結果見表二。二種方法檢測數據經線性迴歸，得到相關係數 0.995，斜率 1.048，截距為 -1.48 $\mu\text{g/g}$ ，顯示 L2000 方法和 GC/MS 方法準確性相當。但 L2000 方法較 GC/MS 方法可獲得較低的相對差異百分比，即有較好之再現性。

十一、參考資料

- (一) USEPA, SW-846, Method 9078 " Screening Test Method for Polychlorinated Biphenyls in Soil." 1996.
- (二) Griffin, Roger D. Application of a New PCB Field Analysis Technique for Site Assessment. Proceedings of Hazmacon '92 March - April 1992.

表一 L2000 及 GC/MS 測試結果^註

樣品編號	L2000	GC/MS	結果一致性
1	ND	0.593	Yes
3	ND	0.114	Yes
4	23.6	6.71	Yes
6	ND	0.679	Yes
7	ND	0.552	Yes
8	3.9	2	Yes
9	6.9	1.3	Yes
10	5.1	0.172	Yes
11	2.7	1.15	Yes
15	9.4	9.13	Yes
15D	12.5	9.84	Yes
16	484	2110	Yes
17	6.5	2.55	Yes
18	382	45.4	Yes
19	71.1	6.7	偽陽性
23	48.8	20.8	Yes
25	3.5	11.7	Yes
32	36	47.6	Yes
33	ND	6	Yes
34	14.4	34	Yes
36	> 2000	816	Yes

表一 L2000 及 GC/MS 測試結果 (續)

樣品編號	L2000	GC/MS	結果一致性
38	778	1030	Yes
40	5.7	4.25	Yes
43	4.1	1.69	Yes
43D	3.6	1.74	Yes
50	ND	3.6	Yes
50D	ND	4.4	Yes
52	9.3	4.21	Yes
53	25.7	0.958	偽陽性
54	5.1	0.516	Yes
55	4.4	2.4	Yes
59	ND	7.9	Yes
60	2.3	0.624	Yes
60D	4.4	0.577	Yes
61	54.9	580	Yes
62	111	2.35	偽陽性
64	172	19	Yes
65	ND	3.1	Yes
66	2.1	1.98	Yes
67	7.5	0.081	Yes
68	8	0.504	Yes
69	5.8	ND	Yes

表一 L2000 及 GC/MS 測試結果 (續)

樣品編號	L2000	GC/MS	結果一致性
69D	4.4	ND	Yes
73	37	15.8	Yes
74	22	13.3	Yes
75	61	23	Yes
76	82	46.7	Yes
78	21	2.27	Yes
79	148	42.8	Yes
80	ND	3.8	Yes
84	7.6	1.16	Yes
84D	10.9	1.08	偽陽性
85	593	428	Yes
85D	596	465	Yes
88	ND	2.7	Yes
88D	ND	1.77	Yes
89	ND	45	偽陰性
90	2	1.01	Yes
90D	ND	1.4	Yes
91	1650	1630	Yes
91D	1608	1704	Yes
92	3.14	1.21	Yes
92D	3.4	ND	Yes
95	20.6	17.5	Yes

表一 L2000 及 GC/MS 測試結果 (續)

樣品編號	L2000	GC/MS	結果一致性
95D	20.1	31.2	Yes
100	384	177	Yes
100D	363	167	Yes
101	8.3	1.21	Yes
102	6.3	293	偽陰性
102D	5	1.77	Yes
103	75.2	40.3	Yes
104	4.1	7.66	Yes
107	161	14.1	Yes
108	6.1	3.84	Yes
109	P	ND	Yes
109D	10.3	ND	偽陽性
111	20	ND	偽陽性
112	240	315	Yes
113	21.8	14.9	Yes
114	107	66.3	Yes

註：檢測之 146 個樣品，其中 75 個樣品未列於表一中，係因該樣品以 L2000 方法與 GC/MS 方法，分析結果均未檢出。針對 L2000 方法判定偽陰性，係建立在行動基準 10 $\mu\text{g/g}$ ；假若改變行動基準下，偽陰性比率可能會不同。同樣地，針對 L2000 方法判定偽陽性，係建立在行動基準 10 $\mu\text{g/g}$ 之上且 GC/MS 結果是未檢出或低於 10 $\mu\text{g/g}$ 下；另當 L2000 方法結果遠高於 GC/MS 方法 100 倍時，亦被判定為偽陽性。

ND=未檢出

6 偽陽性：ND-14.1 ppm 以 GC/MS 分析

2 偽陰性：2.7-293 ppm 以 GC/MS 分析

71 未檢出：ND-2.5 ppm 以 GC/MS 分析

表二 L2000 及 GC/ECD 測試結果

樣品編號	Method 8082 (μ g/g)	L2000 (μ g/g)
1	83	79/76
2	21	22
3	12	14
4	300/375	357/326/327
5	29	27
6	106/134	116/117
7	3	7.6
8	9.3	7.2
9	1.5	5.2
10	99	93
11	7/9	13
12	3.6	12
13	4.2/6.2	2.9
14	290	254/265