

土壤中十六烷萃取物內可吹氣捕捉之有機化合物篩選測試方法 — 氣相層析儀/火焰離子化偵測器法

中華民國 96 年 12 月 25 日環署檢字第 0960099578B 號公告
自中華民國 97 年 4 月 15 日起實施
NIEA S704.60C

一、方法概要

本方法是將樣品以十六烷萃取後，以氣相層析儀-火焰離子化偵測器進行篩選分析。依分析結果來決定樣品在進行吹氣捕捉氣相層析儀或氣相層析質譜儀分析前，是否需進行樣品稀釋或甲醇萃取步驟。

二、適用範圍

本方法可作為水樣、土壤、底泥樣品在進行吹氣捕捉氣相層析儀或氣相層析質譜儀分析前之篩選步驟，其分析結果只能作為定性分析，不可作為準確定量方法。

三、干擾

- (一)溶劑所含之雜質或玻璃器皿之污染，可能干擾分析結果，應執行空白樣品分析，以確認系統未遭受任何污染。基質干擾可能來自於樣品萃取時的共萃效應所產生之污染物而造成干擾。一般基質干擾情形會隨著樣品特性及多樣性而有所不同。
- (二)火焰離子化偵測器之靈敏度會隨著芳香族類、鹵化甲烷類及鹵化乙烷類化合物之不同而感度不同。通常芳香族類之靈敏度是鹵化甲烷類的 20 倍，是鹵化乙烷類的 10 倍。低分子量、水溶性溶劑（例如：醇類和酮類）無法由水樣中被萃出，因此不會被氣相層析儀-火焰離子化偵測器偵測到。

四、設備及材料

- (一)天平：分析用，可精確秤重至 0.0001 g。
- (二)氣相層析儀：儀器操作條件如下（供參考用，可視實際需要適當變化之）
 1. 偵測器：火焰離子化偵測器（FID）
 2. 氣相層析管柱：長度 60 m ，內徑 0.25 mm ，膜厚 1.4 μm 之

DB-624 管柱或效能相當之氣相層析管柱。

3. 升溫條件 (參考條件): 在 40 °C, 維持 10 分鐘, 以 8 °C/min 速率升溫至 200 °C 後, 維持 5 分鐘。

(三) 離心機: 可容納 50 mL 玻璃試管者。

(四) 自動進樣器樣品瓶: 2 mL, 附有鐵氟龍密封墊片之螺旋蓋或壓蓋式的褐色玻璃瓶。

(五) 定量瓶: 10 mL 和 50 mL 附玻璃磨砂口或鐵氟龍螺旋瓶蓋之定量瓶。

(六) 離心管: 50 mL 附玻璃磨砂口或鐵氟龍蓋子之離心管。

(七) 巴斯德吸管: 可丟棄式吸管。

(八) 標準溶液儲存樣品瓶: 附鐵氟龍墊片之螺旋蓋。

五、試劑

(一) 十六烷及甲醇: 殘量級或同級品。

(二) 試劑水: 不含任何可量測到目標待測物或干擾物質之純水。

(三) 儲備標準溶液 (1.00 mg/mL): 儲備標準溶液可由購買已被確認濃度之標準品或由純的標準物質來配製。

1. 儲備標準溶液之配製方法: 精秤 0.0100 g 之純物質, 將之溶於含有甲醇之 10 mL 定量瓶中, 再以甲醇定量至刻度 (較大體積之儲備標準溶液配製可能被使用, 將視分析者之方便性而定)。假如化合物之純度是 96 % 或 96 % 以上時, 則所秤重之重量可被使用來計算儲備標準溶液濃度而不需要再校正之, 亦可使用市售經製造商確認過之儲備標準溶液。

2. 將儲備標準溶液轉移至附有鐵氟龍墊片之螺旋蓋之樣品瓶內, 儲存於 4 °C 下並避免照光。這些標準品應定期檢查是否被分解或揮發跡象。

(四) 混合標準溶液 #1: 混合標準溶液 #1 應包含苯、甲苯、乙苯和二甲苯, 以甲醇將上述儲備標準溶液稀釋為每個化合物之濃度為

100 ng/ μ L 之工作標準溶液。

- (五) 混合標準溶液 #2：混合標準溶液 #2 應包含正壬烷和正十二烷，以甲醇將上述儲備標準溶液稀釋為每個化合物之濃度為 100 ng/ μ L 之工作標準溶液。

六、採樣及保存

參考各相關檢測方法。

七、步驟

(一) 樣品製備：

1. 水樣：

(1) 將水樣回溫至室溫，快速將 40 mL 水樣轉移至 50 mL 定量瓶中，加入 2.0 mL 十六烷，蓋上蓋子劇烈搖晃 1 分鐘，讓水相與有機相分層，打開瓶蓋並加入適量試劑水，使上層有機相中的十六烷液面往上提昇到定量瓶的頸部。

(2) 量取約 1 mL 十六烷層之溶液，並置於 2 mL 分析用樣品瓶中，假如水樣在搖晃後有乳化現象時，可使用下列方式來去除乳化現象。

① 將乳化層流經填充有 Pyrex 玻璃棉之移液管，或

② 將乳化層轉移至離心管中離心幾分鐘。

2. 萃取標準溶液（查核樣品）製備：分別加入 200 μ L 之混合標準溶液 #1 和 #2 於兩個含有 40 mL 試劑水之定量瓶中，混合均勻後，加入 2.0 mL 十六烷並依七、(一)、1 步驟進行混合標準溶液萃取至十六烷層之步驟。

3. 底泥/土壤樣品：

(1) 稱取約 10 g 底泥或土壤樣品，置於內含 40 mL 試劑水之 50 mL 離心管中，蓋上蓋子並劇烈震盪 1 分鐘，短暫地離心樣品，快速轉移上層水樣至 50 mL 定量瓶中。

(2) 加入 2.0 mL 十六烷並依七、(一)、1 進行樣品萃取步驟。

(二) 樣品分析：

1. 檢量線製作：配製單一濃度，製作通過原點之檢量線。
2. 查核：每 12 小時以混合標準品 #1 和 #2 (五、(四) & 五、(五) 節) 查核 GC/FID 感度。
3. GC/FID 分析：注入與檢量線相同注射量之十六烷萃取樣品及查核樣品，以相同的分析條件進行樣品分析。
4. 分析步驟：

(1) 水樣：比較十六烷萃取標準品之層析圖譜與十六烷萃取水樣之層析圖譜。

- ① 假如在正十二烷之前無任何顯著波峰存在，或是所有波峰感度是小於 3 % 正壬烷波峰感度時，則可直接使用吹氣捕捉方法分析 5 mL 水樣。
- ② 假如在正十二烷之前有任何波峰感度是大於 3 % 正壬烷波峰感度時，則測量主要波峰面積並依下面公式計算需要稀釋之因子：

$$\text{稀釋因子} = 50 \times \frac{\text{樣品中主要波峰面積}}{\text{正壬烷波峰面積}}$$

水樣稀釋倍數可於吹氣捕捉氣相層析儀或氣相層析質譜儀分析前由上述計算公式來估算稀釋因子。

(2) 土壤/底泥樣品：比較十六烷萃取標準品之層析圖譜與十六烷萃取土壤/底泥之層析圖譜。

- ① 假如無任何顯著波峰存在，則使用低濃度吹氣捕捉方法分析 5 g 土壤或底泥樣品。
- ② 假如在正十二烷波峰之前有顯著波峰存在，依據下列方程式來計算樣品 X 因子：

$$X \text{ 因子} = \frac{\text{樣品中主要波峰面積}}{\text{正壬烷波峰面積}}$$

正壬烷波峰面積

使用表一所提供之資料來決定樣品以氣相層析質譜儀分析時之處理方式。

③假如由層析圖譜顯示是高濃度樣品時，可由表二所提供之資料來決定 5 mL 試劑水中需使用多少體積之甲醇萃取液。

八、結果處理

萃取標準溶液中化合物濃度之估算：

$$\text{濃度 (mg/L)} = A \times \frac{V_1}{(V_2)(V)}$$

A=由檢量線計算求得之化合物含量 (ng)。

V_1 =萃取液體積 (mL)。

V_2 =樣品注入氣相層析儀之體積 (μ L)。

V=萃取水樣之體積 (mL)。

九、品質管制

(一) 空白樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次空白樣品分析。

(二) 查核樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次查核樣品分析，其回收率應在 70% 至 130% 之間。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

USEPA, Hexadecane Extraction and Screening of Purgeable Organics, Method 3820, 1986.

表一 吹氣捕捉－氣相層析質譜儀分析方法之 X 因子判定

X 因子	濃度範圍 ^a	分析方式
0-1.0	0-1,000 $\mu\text{g/kg}$	低濃度分析方法
>1.0	>1,000 $\mu\text{g/kg}$	高濃度分析方法

^a此濃度範圍是由 GC/FID 測試結果之芳香族類化合物感度計算所得值，若以 GC/FID 測試鹵化甲烷感度來計算時需乘於 20 倍，以鹵化乙烷感度來計算時需乘於 10 倍。

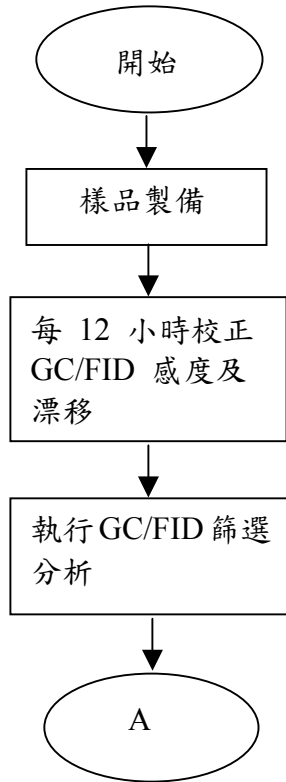
表二 高濃度土壤/底泥樣品分析時所需之甲醇萃取液體積

X 因子	濃度範圍 ^a	甲醇萃取液體積 ^b
0.25-5.0	500-10,000 $\mu\text{g/kg}$	100 μL
0.5-10.0	1,000-20,000 $\mu\text{g/kg}$	50 μL
2.5-50.0	5,000-100,000 $\mu\text{g/kg}$	10 μL
12.5-250	25,000-500,000 $\mu\text{g/kg}$	稀釋 50 倍再取 100 μL ^c

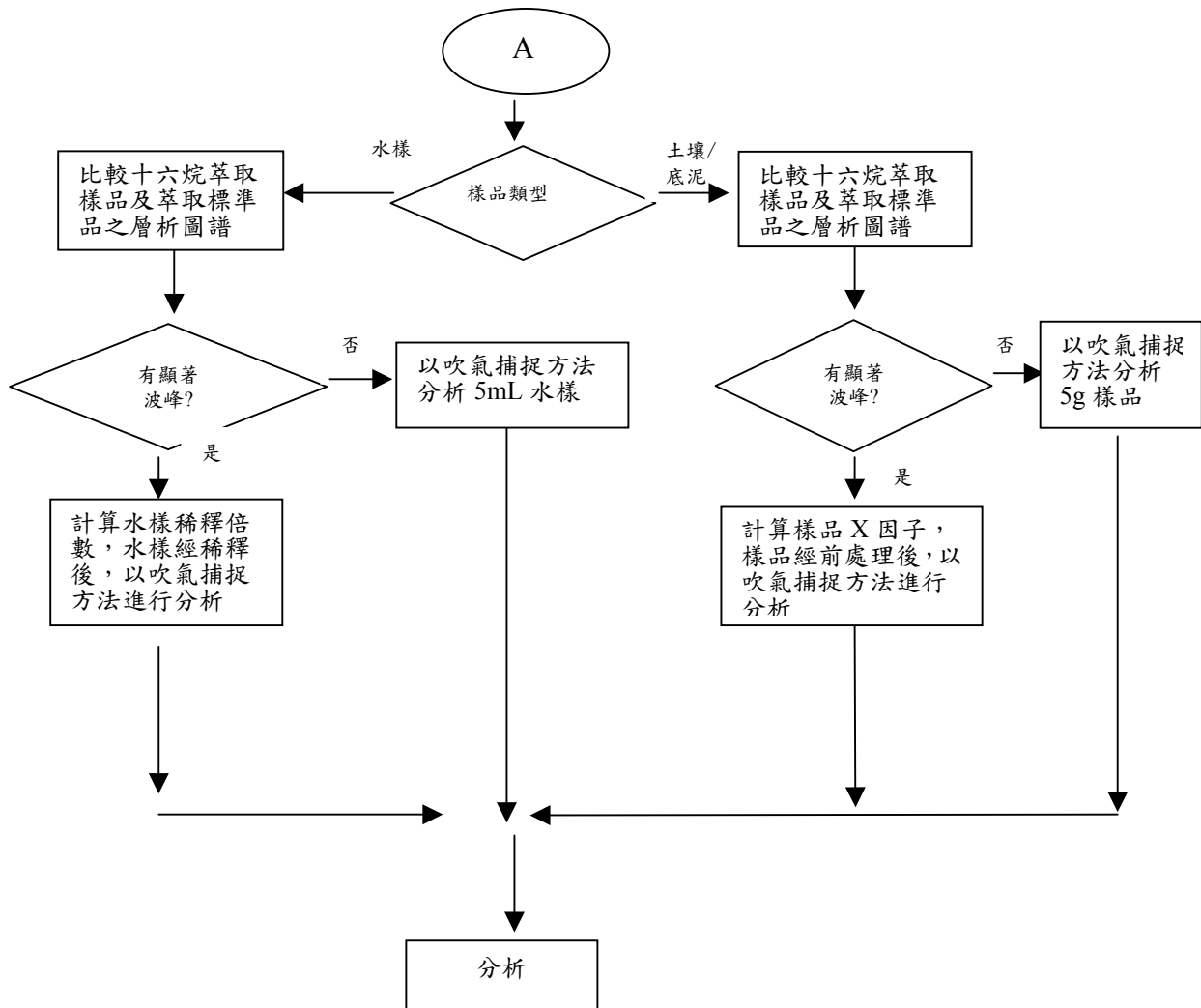
^a假如是以 GC/FID 測試鹵化物感度來估算時，確實濃度範圍可能比上述濃度範圍高 10~20 倍。

^b甲醇被加到 5 mL 試劑水吹除之體積應為 100 μL ，假如甲醇萃取液被加入試劑水的量小於 100 μL 時，需另外加入甲醇以維持甲醇的體積為 100 μL 。

^c稀釋甲醇萃取液後再取 100 μL 分析。



可吹氣有機化合物之十六烷萃取與篩選流程圖



可吹氣有機化合物之十六烷萃取與篩選流程圖（續）