

飲用水處理藥劑聚氯化己二烯二甲基胺中氯化己二烯二甲基胺檢測方法—液相層析儀/紫外光偵測器

中華民國94年10月12日環署檢字第0940081028號公告
自中華民國95年1月15日起實施
NIEA D502.20B

一、方法概要

飲用水處理藥劑聚氯化己二烯二甲基胺 (Poly (Diallyldimethyl Ammonium Chloride, 簡稱 DADMAC)) 樣品加入經磷酸調為 pH = 2.8 之酸性試劑水中，攪拌溶解過濾後，直接注入液相層析儀 (HPLC) 中，以紫外光偵測器測量 195 nm 波長吸收強度，以測定其中氯化己二烯二甲基胺之含量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑聚氯化己二烯二甲基胺中氯化己二烯二甲基胺之檢測，其方法偵測極限為 3.0 mg/kg。

三、干擾

- (一) 溶劑、試劑、玻璃器皿及其他樣品處理過程中所接觸器具，皆可能對樣品分析造成誤差或干擾。所有這些物質必須在設定的分析條件下，進行方法空白樣品分析，證明其無受到干擾。
- (二) 氯化己二烯二甲基胺之檢測干擾，可能來自於飲用水處理藥劑原來之 pH 值。樣品加入經磷酸調為 pH=2.8 之酸性試劑水後，其 pH 值必須確認小於 3。

四、設備與材料

(一) 液相層析儀

梯度泵送系統：等位沖提 (Isocratic elution)。

層析管柱：RP18，5 μ m (粒徑)，4.6 mm (內徑) \times 250 (長) mm 或同等級管柱。

偵測器：紫外光偵測器，其檢測波長應可涵蓋 195 \pm 2 nm 範圍。

自動注射系統（選用）。

記錄器：具量測尖峰面積、高度與滯留時間功能之資料處理系統。

(二) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。

(三) 定量瓶：50 mL，100 mL，200 mL 及 1.0 L 之硼矽玻璃製品。

(四) 過濾膜：孔徑為 0.45 μm 之耐龍（Nylon）濾膜。

(五) 玻璃攪拌棒或電磁攪拌器。

(六) 吸量管：5 mL、10 mL 及 25 mL 之硼矽玻璃製品。

五、試劑

(一) 氯化己二烯二甲基胺標準品：純度 97 % 以上。

(二) 試劑水：不含有機物之試劑水，是指試劑水中干擾物之濃度低於方法中待測物之偵測極限，此類試劑水可將自來水經由約 450 g 活性炭吸附床去除水中有機物而得，或亦可由純水製造系統製造而得到不含有機物之去離子水。試劑水如作為液相層析之沖提液時，應經 0.45 μm 過濾膜過濾。

(三) 氫氣：純度 99.999 % 以上。

(四) 磷酸：分析試藥級。

(五) 氯化己二烯二甲基胺儲備標準溶液：秤取 0.1 g（精秤至 0.1 mg）已知純度氯化己二烯二甲基胺標準品，以磷酸調為 pH = 2.8 之酸性試劑水溶液定容至 50.0 mL，配製成儲備溶液濃度為 2000 mg/L；或市售經確認濃度之標準品。將配製完成之儲備標準溶液，移至附有鐵氟龍墊片螺旋蓋之棕色試藥瓶中，於 4°C 保存，避免光線照射。

六、採樣及保存

固態與液態之飲用水處理藥劑取樣方法，區分為散裝樣品與包裝樣品之取樣。

(一) 液態樣品

1.散裝樣品之取樣

在貯存大量樣品的容器中，以玻璃吸量管由不同深度或區域取 5 份個別樣品，各約 100 mL，將它們均勻混合成約 500 mL 的單一組成樣品。組成樣品均勻混合後，倒入 3 個約 125 mL 可緊密的玻璃容器中並密封。每個玻璃容器上，應清楚的標明樣品名稱、型式、製造者名稱、取樣日期、製造地點、取樣地點、批號。

2.包裝樣品之取樣

在大批樣品中，取約 5% 的包裝樣品，至少 5 個包裝樣品，至多不超過 15 個。如果有效樣品少於 5 個，則取樣方式與散裝樣品之取樣方法相同。組成樣品均勻混合後，倒入 3 個約 125 mL 可緊密的玻璃容器中並密封。每個玻璃容器上，應清楚的標明樣品名稱、型式、製造者名稱、取樣日期、製造地點、取樣地點、批號。

(二) 固態樣品

1.散裝樣品之取樣

在貯存大量樣品的容器中，由不同深度或區域取 5 份個別樣品，各約 100 克，將它們均勻混合成約 500 克的單一組成樣品。組成樣品均勻混合後，分成 3 份各約 160 克，置入可緊密的玻璃容器中並密封。每個玻璃容器上，應清楚的標明樣品名稱、型式、製造者名稱、取樣日期、製造地點、取樣地點、批號。

2.包裝樣品之取樣

在大批樣品中，取約 5% 的包裝樣品，至少 5 個包裝樣品，至多不超過 15 個。如果有效樣品少於 5 個，則取樣方式與散裝樣品之取樣方法相同。組成樣品均勻混合後，分成 3 份各約 160 克，置入可緊密的玻璃容器中並密封。每個玻璃容器上，應清楚的標明樣品名稱、型式、製造者名稱、取樣日期、製造地點、取樣地點、批號。

(三) 取樣後，立即密封樣品並貼上封簽，室溫保存且避免光照；直至進行分析前再打開，以保持樣品的完整性。取三個密封樣品之一儘速進行檢驗，其他兩個樣品則依規定保留下來，以供日後需要

時使用。

七、步驟

(一) 樣品前處理：

秤取適量樣品(註1)並記錄重量(精確至 0.1 mg)，置於 50 mL 定量瓶內，加入以磷酸調為 pH=2.8 之酸性試劑水，其 pH 值必須確認小於 3，並攪拌 0.5 小時後定容至標線，再以 0.45 μ m 過濾膜過濾。

(二) 液相層析分析條件 (建議)：

1. 層析管柱：RP18，5 μ m，4.6 mm \times 250 mm。
2. 沖提液：以磷酸調整至 pH=2.8 之酸性試劑水。
3. 梯度泵送系統：等位沖提(Isocratic elution)。
4. 注入量：5.0 μ L。
5. 流速：0.75 mL/min。
6. 紫外光波長：195 nm。

(三) 檢量線製備：

1. 以吸量管吸取儲備標準液 1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL 及 10.0 mL，分別置於 100 mL 定量瓶中，再以磷酸調整至 pH=2.8 之酸性試劑水定量至標線，此檢量線各點之濃度分別為 20.0 mg/L、60.0 mg/L、100.0 mg/L、140.0 mg/L 及 200.0 mg/L。
2. 檢量線製備完成後，應以第二來源之標準品，配製接近檢量線中間濃度之標準品，進行分析作確認，其相對誤差值超過 \pm 15%，應重新製備檢量線。

(四) 樣品分析

1. 樣品製備後直接注射 5.0 μ L 於液相層析儀/紫外光偵測器檢測之。
2. 記錄樣品注射量及化合物在層析譜中之波峰面積。

3. 若樣品濃度超過檢量線範圍，則應稀釋後上機分析。

八、結果處理

(一) 氯化己二烯二甲基胺液相層析圖譜如圖一。

(二) 樣品濃度

$$C = A \times \frac{V}{W} \times D$$

C = 樣品濃度 (mg/kg)。

A = 由檢量線求得待測物之濃度 (mg/L)。

W = 樣品重量 (g)。

V = 樣品最終體積 (mL)。

D = 稀釋倍數

九、品質管制

- (一) 檢量線：檢量線之相關係數應大於 0.995。每批次或每 12 小時需執行檢量線查核（使用濃度可約為檢量線之中點濃度），若其尖峰面積相對誤差值大於 $\pm 15\%$ 時，則重新製做檢量線。
- (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二倍方法偵測極限。
- (三) 重複樣品分析：每 10 個或每批樣品至少執行一次重複樣品分析，並求其相對差異百分比。相對差異百分比應在 $\pm 30\%$ 範圍內。
- (四) 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，並求其回收率。回收率範圍應在 70% 至 130% 範圍內。
- (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，並求其回收率。回收率範圍應在 70% 至 130% 範圍內。

十、精密度與準確度

本方法經單一實驗室分析，所得之精密度及準確度如表一。

十一、參考資料

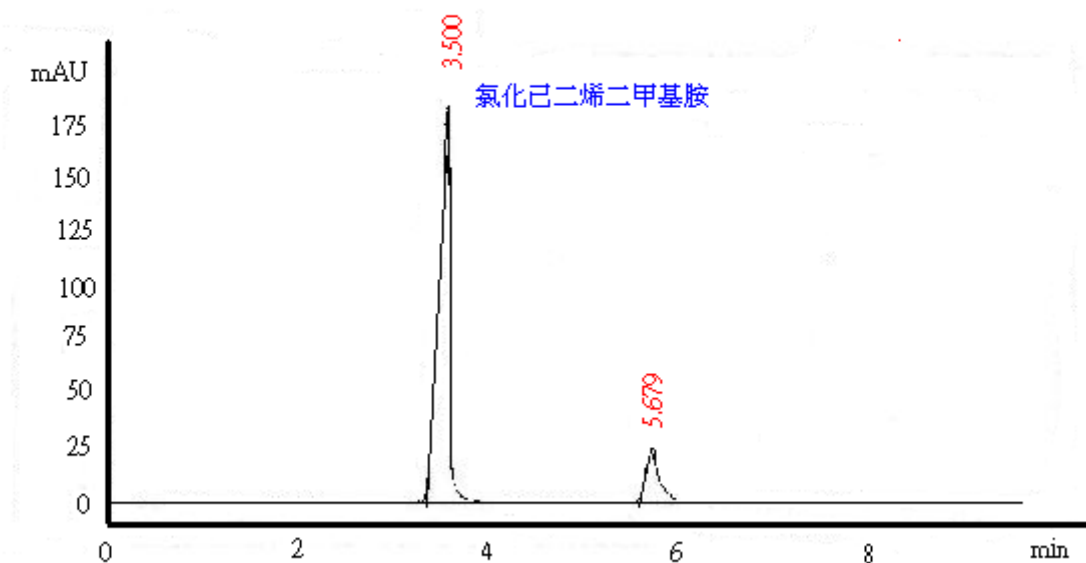
- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，「飲用水處理藥劑檢測方法之建立」期末報告，EPA-90-E3S4-02-01，2001。
- (二) 行政院環境保護署，「層析檢測方法總則」，NIEA M150。
- (三) 行政院環境保護署，辦理高難度檢測-有機物檢測低污染萃取方法之建立，EPA-88-1402-03-01，1999。
- (四) 行政院環境保護署，飲用水水質處理藥劑管理規範公告前置作業，EPA-83-J102-03-06，1993。
- (五) 行政院環境保護署，水中甲醛、乙醛和丙醛檢測方法-液相層析儀／紫外光偵測器法，NIEA W782。
- (六) 行政院環境保護署，環境衛生用藥檢測方法-儀器分析法，NIEA D902。
- (七) ANSI/NSF 60，Drinking water treatment chemicals-Health effects，1999。
- (八) Raymond D. Letterman, Richard W. Pero, “Contaminants in Polyelectrolytes Used in Water Treatment” Journal AWWA, 1990, 82, 87-97.
- (九) Analytical Methods for Polymers and Their Oxidative By-Products。AWWA，1999。

註 1：市售聚氯化己二烯二甲基胺產品可能為橘色或微黃色膏狀物，建議可秤取約 2.5 克進行分析。

表一 氯化己二烯二甲基胺樣品分析之精密度及準確度

化合物	添加濃度* (mg/L)	分析次數	平均回收率(%)	相對標準偏差(%)
氯化己二烯二甲基胺	600	6	106	4.27
	500	6	111	0.94
	300	4	112	2.72
	100	4	109	4.84

*：添加濃度約為原樣品濃度之 1 倍。



圖一 氯化己二烯二甲基胺在 UV 波長 = 195nm 時之液相層析圖 (層析管柱：RP18，5 μ m，4.6 mm \times 250 mm；沖提液：以磷酸調整至 pH = 2.8 酸性試劑水；流速：0.75 mL/min，滯留時間 5.679 min 之層析峰為不純物)