

物料中五氯硝苯之檢測方法－氣相層析／電子捕捉偵測器法

中華民國86年8月20日(86)環署檢字第41716號公告
NIEA T603.10C

一、方法概要

物料樣品以乙醚/正己烷混合溶液萃取，萃取液以減壓濃縮方式減容，若有必要，萃取液可用管柱層析方式淨化，最後以氣相層析/電子捕捉偵測器檢測。

二、適用範圍

本方法適用於物料中五氯硝苯（Pentachloronitro benzene，PCNB）含量之檢測。

三、干擾

- (一) 某些化合物（如含氯化物）會對電子捕捉偵測器有反應，有時植物或動物之萃取物會隱蔽五氯硝苯之尖峰，這些干擾物通常可經由通過矽酸鎂管柱方式予以淨化去除。
- (二) 多氯聯苯是分析五氯硝苯時常見之干擾；若圖譜上出現許多分離不完全之尖峰時，表示可能受到多氯聯苯的干擾，建議採用特別之分離程序去除之。
- (三) 使用塑膠容器可能會產生鄰苯二甲酸酯之干擾，此干擾通常可經由通過矽酸鎂管柱方式予以淨化去除。
- (四) 假使樣品仍有干擾問題，可以改變層析分離管柱或藉用氣相層析質譜儀（GC/MS）來作確認工作。

四、設備（註）

- (一) 樣品瓶：250 mL，附有鐵氟龍內襯螺旋蓋之直口棕色玻璃瓶。
- (二) 減壓濃縮裝置。
- (三) K-D 濃縮裝置
 - 1. 濃縮管：10 mL，附刻度（Kontes K-570050-1025或同級品），並附磨砂玻璃瓶蓋用來防止萃液蒸發。
 - 2. 蒸發瓶：500 mL（Kontes K-570001-500或同級品）。以彈簧、夾子或相等器材連接在濃縮管上。
 - 3. 史耐得管：大型三球（Kontes K-503000-0121或同級品）。
 - 4. 史耐得管：小型二球（Kontes K-569001-0219或同級品）。
 - 5. 彈簧：1/2 吋（Kontes K-662750或同級品）。
- (四) 水浴：可加熱至 90°C，溫度控制在 2°C 以內。
- (五) 量瓶：10 mL、100 mL 及 250 mL，附有鐵氟龍內襯螺旋蓋之硼矽玻璃瓶。
- (六) 移液管：巴斯德移液管。
- (七) 玻璃棉：過濾級。
- (八) 樣品瓶（Vial）：2 mL，氣相層析儀自動取樣裝置用樣品瓶。
- (九) 微量注射針：1 至 10 μ L。
- (十) 分析天平：可精秤至 0.1 mg 者。
- (十一) 烘箱：使用溫度 400°C。
- (十二) 氣相層析儀：附電子捕捉偵測器及內襯玻璃之注射器。管柱：
 - 1. 30 m \times 0.53 mm DB-608 膜厚 1.5 μ m（或其它相當性質之管柱）。
 - 2. 30 m \times 0.53 mm DB-5 膜厚 0.83 μ m 或 1.5 μ m（或其它相當性質之管柱）。
 - 3. 30 m \times 0.53 mm DB-1701 膜厚 1.0 μ m（或其它相當性質之管柱）。
- (十三) 使用管柱 1 之分析條件（僅供參考用，可視實際狀況調整之）：注射溫度：200°C 管柱昇溫條件：最初溫度設定在 100°C，再以每分鐘 6°C 昇溫至 260°C 保持 1 分鐘。

偵測器溫度：300°C

載流氣體：N₂，流量 4 mL/min

補充氣體：Ar/CH₄，流量 30 mL/min

五、試劑

- (一) 正己烷：分析級。
- (二) 乙醚：須用條狀試紙（EM Quant產品或同級品）測試乙醚中是否含有過氧化物，若含有過氧化物時則可參考條狀試紙說明去除过氧化物的步驟去除之；亦可於玻璃製之系統中，加入鈉鉛合金迴流 8 小時後加以蒸餾，然後於每 1 L 的乙醚中加入 20 mL 乙醇並立即使用，若經貯存則須於使用前測試過氧化物是否存在。
- (三) 石油醚：分析級，沸點在 30 至 60°C。
- (四) 矽酸鎂：PR 級，60 至 100 mesh，購買已經活化且存於棕色玻璃容器(玻璃蓋或內襯鋁箔之螺旋蓋)者。使用前置於玻璃容器中並以鋁箔封口，再於 130°C 活化一夜。
- (五) 無水硫酸鈉顆粒：不可存於塑膠瓶中，使用前若有需要置於烘箱內以 400°C 加熱烘一晚，以去除干擾。
- (六) 載流氣體：氬氣，純度為 99.99% 以上。
- (七) 補充氣體：氬氣/甲烷，比例為 95：5，經純化不含水氣及氧氣。
- (八) 五氯硝苯標準品：分析級，純度至少 96%。
- (九) 儲備標準溶液：溶解 100 mg 五氯硝苯標準品於正己烷中，並定容至 100 mL，此時 1.00 mL = 1.00 mg。
- (十) 中間標準溶液：精取 1.0 mL 儲備標準溶液以正己烷定容至 100 mL，此時 1.0 mL = 10 μg。

六、採樣與保存

以 250 mL 乾淨之直口棕色玻璃瓶採集樣品，萃取前須保存於 4°C 下。樣品最好能在接到時立即分析，否則應在 7 天內完成萃取，萃取液應保存於 4°C 下，並於 40 天內分析。

七、步驟

- (一) 樣品萃取：一般原物料可分為固體，可濕性粉劑或液劑三種型態，若為固體樣品，則須先稱取 100 g 樣品磨碎後，經 1 mm 篩子後才做為萃取用樣品，精稱此磨過的固體樣品、可濕性粉劑或液劑，大約含 0.2 g PCNB 之量，置於 250 mL 有蓋的量瓶中，加入 100 mL 15% 乙醚/正己烷混合溶液於此瓶中，以旋轉式振盪 2 小時，靜置使不溶物沉澱。將萃取液經內徑 2 cm 含 8 至 10 cm 高無水硫酸鈉之管柱，收集於 500 mL 圓底燒瓶中。再以少量正己烷沖洗硫酸鈉管柱，合併收集於 500 mL 圓底燒瓶中。將萃取液使用減壓濃縮或 K-D 濃縮裝置減容至體積為 2 至 3 mL，冷卻後，取下濃縮管以正己烷沖洗接頭，將萃取液移至 10 mL 定量濃縮管中，以正己烷定容至標線。若樣品疑似有干擾物質則以此溶液依七、(二) 進行淨化步驟，否則進行七(三)至(四)之步驟。
- (二) 樣品淨化：將活化之矽酸鎂置入淨化管柱並加以輕敲，使其均勻，在矽酸鎂上充填約 1 至 2 cm 高之無水硫酸鈉。先以 50 至 60 mL 石油醚流洗管柱，丟棄此流洗液待液面降至硫酸鈉表面時，將定量之萃取液移入淨化管中，並以至多約 5 mL 石油醚流洗，再以 200 mL 6% 乙醚/石油醚流洗。以 500 mL 圓底瓶承接流洗液，流洗速度宜控制在 5 mL/min，最後以 50 至 100 mL 石油醚流洗。以減壓濃縮或 K-D 濃縮裝置，濃縮至近乾，再以正己烷洗出殘留物至 10 mL 量瓶中，再以正己烷定容至標線。
- (三) 檢量線製備：分別精取適量中間標準溶液，以正己烷為溶劑配製不同濃度之檢量線溶液，並依四、設備(十三) 所述分析條件製備檢量線。
- (四) 注射適量樣品於氣相層析/電子捕捉偵測器中檢測之。若樣品濃度超出檢量線時，須重新稀釋萃液再重新上機分析。

八、結果處理

$$\text{濃度}(\text{mg/g}) = A \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{W}$$

其中：A = 由檢量線計算求得之化合物含量，μg

V₁ = 萃取液體積，mL

V₂ = 樣品注入氣相層析儀之體積，μL

W = 樣品重量, g

九、品質管制

- (一) 每 10 個樣品或同一批次樣品 (小於 10 個樣品), 應執行空白分析、重覆分析、品管樣品分析及添加分析各一次。
- (二) 品管樣品分析之回收率, 應落在 80 至 120% 範圍內。添加分析之回收率應在 75 至 125% 範圍內。
- (三) 每一工作天均須查核檢量線之適用性, 其方法如下: 注射至少一種已知濃度之標準溶液, 如所得化合物之尖峰面積, 與檢量線相對應之尖峰面積差異在 15% 以上時, 則須重新配製標準溶液及製備新檢量線。

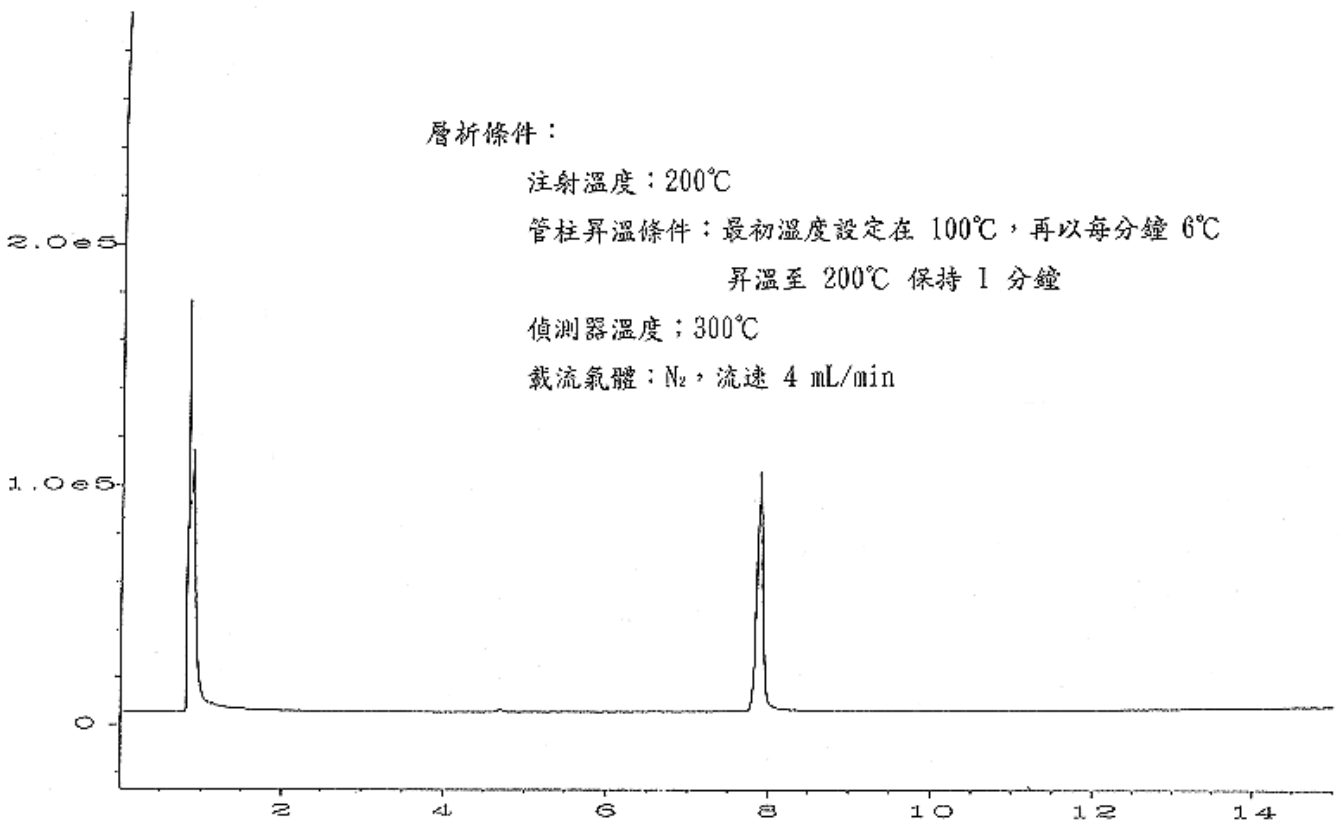
十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) "水中五氯硝苯檢測方法－氣相層析儀/電子捕捉偵測器法", NIEA W783.50B, 行政院環境保護署環境檢驗所。
- (二) J. AOAC, 1982, Vol. 65. No. 1. p. 110-114。
- (三) J. AOAC, 1976, Vol. 59. No. 3. p. 708-710。

註: 採樣及分析所用之玻璃器皿用後須儘快清洗, 依序以最後一次使用之溶劑淋洗、以清潔液清洗、以自來水沖洗, 最後以試劑水沖洗, 再於 150°C 下烘 1 小時, 使用前以殘量級正己烷沖洗 (亦可以萃取出溶劑沖洗)。若玻璃器皿受嚴重污染, 則將之置入高溫爐中以 400°C 烘 15 至 30 分鐘, 若受高沸點物質如多氯聯苯污染則須以 500°C 烘過夜, 但非硼矽玻璃不可超過此溫度。定容器皿不可加熱, 清洗時以特殊之溶劑沖洗, 再以水沖洗, 然後以殘量級之正己烷沖洗, 乾燥後, 以倒置並用鋁箔封口方式置於不受污染之環境中。



圖一 五氯硝苯之氣相層析圖 (使用 DB-608, 30 m×0.53 mm ID 層析管柱)