

水中巴拉刈檢測方法—分光光度計法

中華民國89年6月22日（89）環署檢字第33960號公告

自中華民國89年9月22日起實施

NIEA W641.51A

一、方法概要

水樣通過陽離子交換樹脂吸附管後，以氯化銨水溶液流洗出巴拉刈 ($C_{12}H_{14}N_2$)²⁺ (Paraquat)，使其與二硫亞磺酸鈉 (Sodium Dithionite) 反應呈色後，使用分光光度計在波長394nm 處檢測巴拉刈。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、地表水、地下水及放流水中巴拉刈之檢驗。

三、干擾

分析過程所受之干擾可能來自試藥、溶劑、玻璃器皿或水樣本身所含之雜質，所以試藥宜使用高純度且不含干擾待測化合物之雜質者。此外，水樣本身之氧化及光分解也可能干擾分析結果，因此，採樣、保存及分析過程使用的容器應以棕色玻璃器皿為主。

四、設備

- (一) 量筒：硼矽玻璃材質，500 mL。
- (二) 固相萃取管柱：玻璃材質，300 mm×10 mm（內徑），附鐵氟龍活栓。
- (三) 量瓶：棕色，硼矽玻璃材質，50 mL。
- (四) 天平：可精秤至 0.1 mg。
- (五) 分光光度計：波長解析度及再現性應在 ± 5 nm 之內，入射及發射光學狹縫 (Spectra Slit Width) 可小至 2.5 nm。
- (六) 有蓋之試管：棕色，硼矽玻璃材質，10 mL。

五、試劑

- (一) 試劑水：去離子蒸餾水。

- (二) 陽離子交換樹脂：如 Amberlite DP-1, 16-50 mesh。
- (三) 氯化銨溶液，4 N：溶解 107.0 g 氯化銨於試劑水中，稀釋至 500 mL。
- (四) 氫氧化鈉溶液，1 N：溶解 40.0g 氫氧化鈉於試劑水中，稀釋至 1 L。
- (五) 二硫亞磺酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) 溶液，1%：溶解 2.5 g 之二硫亞磺酸鈉於 250 mL 之 1 N 氫氧化鈉溶液，儲存於棕色玻璃瓶，此溶液不可保存超過 3 小時。二硫亞磺酸鈉固體需儲存於密閉的小瓶內，置放於乾燥器中。（注意：氧氣會影響二硫亞磺酸鈉之純度）
- (六) 巴拉刈儲備標準溶液：取純度 96% 以上之粉態巴拉刈鹽類 ($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Cl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 或 $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Cl}_2$) 標準品在約 110°C 下乾燥近 3 小時至恆重。秤取 0.1770 g (精秤至 0.1 mg) 之 $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Cl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 或 0.1380 g (精秤至 0.1 mg) 之 $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Cl}_2$ ，置於 50 mL 之棕色量瓶中，以試劑水溶解後，稀釋至標線；此時巴拉刈之濃度為 2.0mg/mL。冷藏於 4°C 下備用。
- (七) 硫代硫酸鈉 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)：試藥級。
- (八) 硫酸溶液，1 N：緩緩加 28 mL 濃硫酸於攪拌之蒸餾水中，並稀釋至 1L (注意：配置過程中會產生大量熱)。

六、採樣與保存

以乾淨之棕色玻璃樣品瓶收集水樣約 1000m L (樣品瓶不得以擬採之水預洗)。採集之水樣需保存於黑暗中避免於運送及儲存時受光照，冷藏於 4°C 下，並於 7 天內完成分析。如水樣為鹼性，應以硫酸調整至近中性。含餘氯之水樣須添加硫代硫酸鈉 (100 mg/L)。

七、步驟

(一) 檢量線製備

- 1、配合樣品中待測物之濃度，精取適量之巴拉刈儲備標準溶液，以氯化銨溶液稀釋，配製至少五種不同濃度之檢量標準溶液 (不包括零點)。

- 2、分別取出上述溶液 9 mL，置於棕色試管中，再加入 1 mL 之二硫亞磺酸鈉呈色劑，以試管蓋封住管口，使氣體無法進入試管，充分搖盪試管約 10 秒鐘，待呈色（藍色）反應完全後，立即以分光光度計測其吸光度，所得圖譜應與圖一相似。以標準溶液之濃度為 X 軸，吸光度為 Y 軸，繪製檢量線圖。

（二）水樣分析

- 1、將少數玻璃棉置於固相萃接管柱底部，秤取 4.5 g 之陽離子交換樹脂，加入適量試劑水，攪拌成泥狀，倒入固相萃接管柱之中，輕敲管柱使樹脂裝填緊密，並確定管柱中無氣泡存在。
- 2、取水樣 1,000 mL（設為 V mL）通過固相萃接管柱，待其完全通過樹脂層後，再以 40 mL 之 4 N 氯化銨溶液流洗固相萃接管柱，並以 50 mL 之量瓶收集流洗液。
- 3、取 5 mL 之二硫亞磺酸鈉呈色劑，加入所收集之流洗液中，以氯化銨溶液定容至 50 mL（設為 V_1 mL），覆上瓶蓋，充分搖盪約 10 秒鐘，使呈色反應完全。
- 4、呈色後之水樣應立即用分光光度計檢測其吸光度，並由檢量線求得巴拉刈濃度。

八、結果處理

水樣經比色後，由檢量線求得巴拉刈濃度，依下式計算水樣中巴拉刈濃度：

$$\text{水樣中巴拉刈濃度 (mg/L)} = A \times (V_1/V)$$

A：由檢量線求得之巴拉刈($C_{12}H_{14}N_2$)²⁺濃度 (mg/L)

V：水樣之體積 (mL)

V_1 ：經樹脂濃縮後之總體積 (mL)

九、品質管制

- (一) 飲用水中巴拉刈之方法偵測極限為 $7.5 \mu\text{g/L}$ ；農藥製造工廠廢水中巴拉刈之方法偵測極限為 $34 \mu\text{g/L}$ 。
- (二) 水樣分析前，須以試劑水為參考品，依相同之檢驗流程做空白試驗，確定試劑及玻璃器皿無污染之虞後，方可進行分析。
- (三) 為確保分析結果之可靠性，須以標準品和試劑水配製檢量線濃度範圍內之查核樣品，依七、(二)之步驟檢驗，計算其標準偏差。從事水樣檢驗時，應添加適當濃度之標準溶液，以檢核回收率，回收率應涵括於 75 至 125% 範圍內。其檢核頻率至少為每批基質相同水樣之數目的 10%，若每批水樣之數目不超過 10 個，則至少每批需檢核 1 個。檢核回收率時，所添加標準品之濃度應為水樣中待測化合物濃度之 2 倍以上。
- (四) 於每一工作天必須查核檢量線之適用性，其方法如下：檢測至少一種已知濃度之標準溶液，如所得化合物之吸光度與檢量線相對應之吸光度差異在 15% 以上時，則須重新配製標準溶液及製備檢量線。

十、精密度與準確度

單一實驗室分析添加標準品之不同類別水樣之結果如下表所示：

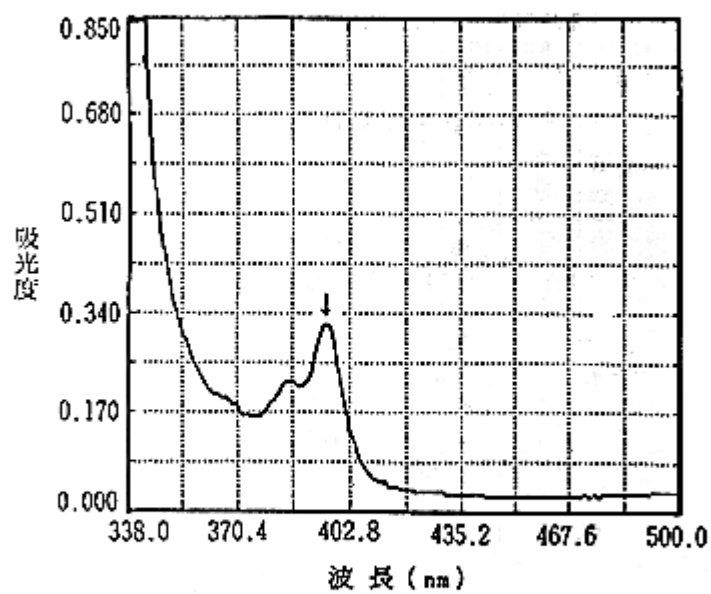
水樣類別	添加濃度 ($\mu\text{g/L}$)	標準偏差 ($\pm \mu\text{g/L}$)	平均回收率 (%)	分析次數
試劑水	50.0	3.02	100	7
試劑水	60.0	3.48	107	7
試劑水	200.0	7.11	108	7
事業廢水	250.0	11.25	97	5

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，水中殘留農藥檢驗方法研究(三)-殺草劑(巴拉刈、二.四-地、全滅草、嘉磷塞)之檢驗方法，1989。

- (二) Paraquat in pesticide formulations spectrophotometric method. Official Methods of Analysis, AOAC, 1:227-228. 1990。
- (三) U. S. EPA. Method 549 Determination of Diquat and Paraquat in Drinking Water by Liquid-Solid Extraction and HPLC with Ultraviolet Detection, Cincinnati, Ohio 45268, 1990。

註：本檢驗廢液依無機鹼系廢液類處理原則處理。



圖一、巴拉刈之分光光度計分析圖譜。