



計畫名稱：毒性化學物質甲基第三丁基醚檢測方法之研究

計畫編號：EPA-91-E3S4-02-03

計畫執行單位：成功大學環境微量毒物研究中心

計畫主持人（包括協同主持人）：李俊璋、謝佳禕、蔡逸婷

計畫日期：91年3月26日起至91年12月31日止

### 成 果 摘 要

本計劃之目標為，蒐集國內外文獻期刊中有關甲基第三丁基醚之檢測方法，針對MTBE在原物料、油品及土壤之含量進行分析檢測之評估，並提供建議之分析方法草案。

本研究以Achten及Puttmann於2001年發表之方法為基礎，進行原物料及油品中MTBE之分析方法開發與探討，將汽油樣品經稀釋後，以直接注射方式，將稀釋樣品注入氣相層析質譜儀進行分析。原物料及油品中MTBE檢測方法之建立，分別以層析管柱DB-624及DB-VRX進行測試，測試結果顯示，此兩支層析管柱均可適用於MTBE分析。由於MTBE極易受到層析過程鄰近物質之干擾，故調整層析條件，使得最佳層析條件，且利用質譜儀之選擇性離子偵測法(Selected Ion Monitoring, SIM)避免干擾產生，達到良好的定性及定量分析條件。原物料及油品中MTBE檢測方法建立之驗證項目，包括檢量線建立、檢量線確認及盲樣確認、分析偵測極限建立、分析準確度建立、分析精密度建立、滯留時間測試等項目。配製濃度範圍為3.7mg/mL~370.0mg/mL之檢量線進行各項品保項目執行，以層析管柱DB-624進行方法偵測極限建立，另配製濃度範圍為0.7mg/mL~3.7mg/mL之檢量線進行MDL確認程序，得最後確認之分析方法偵測極限為0.22ppm (0.16mg/mL，油品中MTBE含量0.011 w/w%)。以層析管柱DB-624及層析管柱DB-VRX進行分析準確度及精密度建立，結果分別為準確度回收率99.4%，精密度3.1%，以及回收率104.6%，精密度2.2%，均符合品保規範要求。以層析管柱DB-624進行滯留時間測試結果，平均滯留時間為13.366分鐘，可接受之滯留時間範圍為13.226~13.506分鐘。

購置汽油標準參考樣品(NIST, SRM-2292)以本中心開發之方法，分析結果參考樣品平均回收率為102.2% (以DB-624進行分析)。原物料及油品中MTBE檢測方法之真實樣品分析，為採集中油及台塑公司加油站販售之無鉛汽油進行汽油樣品之分析 (以DB-624進行分析)，所得之汽油中MTBE平均含量範圍為1.20 w/w%~6.94 w/w%，相當於汽油中平均含氧量範圍0.22 w/w%~1.26 w/w%。分別以中油95、中油92、中油98、台塑95及台塑92等五種無鉛汽油進行樣品重覆分析結果 (以DB-624進行分析)，分析精密度範圍界於2.5%~6.7%之間。以中油95無鉛汽油添加標準品進行標準品添加回收率測試 (以DB-VRX進行分析)，標準品回收率為91.3%。汽油樣品之樣品分析穩定性測試結果顯示 (以DB-624進行分析)，汽油樣品在兩週內之樣品分析值穩定精密度為0.4%，顯示汽油樣品在良好密封及低溫(-20°C)保存下，至少可保存兩週時間，仍可獲得穩定的分析值。

本研究以環檢所公告之「土壤及固體基質樣品製備與萃取方法—平衡狀態頂空處理法(NIEA M157.00C)」為基礎，進行土壤中MTBE檢測方法開發與探討。依據分析汽油樣品時之氣相層析質譜儀配合平衡狀態頂空系統，藉由平衡狀態頂空處理，使MTBE自土壤及固體基質樣品中製備至頂空，再藉由傳輸線將頂空氣體導入氣相層析質譜儀進行分析。土壤中MTBE檢測方法建立之驗證項目，包括檢量線建立、檢量線確認及盲樣確認、分析偵測極限建立、分析準確度建立、分析精密度建立等項目。配製MTBE絕對量範圍為37~3700ng之檢量線進行各項品保項目之執行，另配製MTBE絕對量範圍為4.4~37ng之檢量線進行MDL確認程序，得最後確認之分析方法偵測極限為2.5ng (相當於以2g土壤樣品進行分析之1.25ng/g)，分析準確度之平均回收率為97.0%，精密度為5.8%，均符合品保規範要求。

購置不同基質特性之標準淨土樣品(RTC公司出品之CLN SOIL-1及CLN SOIL-2)，配製高濃度檢量線，MTBE絕對量範圍為3700ng~111000ng之檢量線進行標準品添加回收率及重覆分析精密度測試，測試結果顯示，以總有機碳含量較高之沙質土壤之回收率較低，平均回收率為102.0% (101.7%~102.1%)，重覆分析精密度為0.2%；黏質土壤之平均回收率為106.8% (104.0%~110.2%)，重覆分析精密度為3.0%。購置土壤標準參考樣品(RTC公司出品之CRM 307-030)以本中心開發之方法進行分析，平均回收率為105.6% (97.1%~106.6%)，重覆分析精密度為8.1%。土壤中MTBE檢測方法之真實樣品分析，為由環檢所提供一份受污土壤樣品進行分析，分析結果顯示MTBE含量低於檢量線濃度範圍(<18.5ng/g)。此外並以於成大校園採集之土壤樣品及河川底泥

乾燥樣品，以標準汽油參考樣品添加於土壤中，模擬受污土壤進行分析，分析結果顯示分析回收率分別為94.4%及98.7%，重覆分析精密度分別為1.2%及3.6%。

根據本研究之測試及驗證結果，提出原物料及油品中MTBE標準檢測方法草案及土壤中MTBE標準檢測方法草案各乙份，並技術轉移至環檢所。

This research describes the development of a method for determining the presence of methyl tert-butyl ether (MTBE), in liquid gasoline and soil samples. One method was developed to analyze MTBE in gasoline by chromatography with mass spectrometry (GC/MS) with direct aqueous injection. The other method was developed to analyze MTBE in soil by GC/MS with equilibrium headspace system. The estimated limit of detection for liquid gasoline samples is 0.22ppm (0.16 $\mu$ g/mL, 0.011 w/w %), and 1.25 ng MTBE/g for soil samples. And the method technique was transferred to National Institute of Environmental Analysis.

關閉視窗