

排放管道中戴奧辛及呋喃檢驗方法 淨化步驟探討 (二)

NIEA A808.70B「排放管道中戴奧辛及呋喃檢驗方法」淨化步驟探討(一)一文中已探討過NIEA A808.70B之淨化步驟，亦提到NIEA A808.70B是一個"Performance-Based"方法，只要符合方法之品質管制規範，可適當地修改淨化程序，以克服干擾物質對分析結果之影響。為提供實驗者修改淨化程序參考，NIEA A808.70B之附錄內另列兩種淨化程序，分別為U.S.EPA Method 23 (以下簡稱M23)及Environment Canada Reference Method 1/RM/3 (revised) (以下簡稱CM1/RM/3)兩方法，其淨化程序分述如下：

壹、M23

M23之淨化程序為多層矽膠管柱、鹼性氧化鋁管柱、活性炭AX-21/ Celite矽藻土管

多層矽膠管柱：

使用較粗之20mm (ID) x 230mm (H) 玻璃管柱，填充之內容依序為1g矽膠、2g鹼性矽膠、1g矽膠、4g酸性矽膠、1g矽膠。各矽膠層之作用除酸性矽膠前已介紹過外，其餘二者之淨化功能分別為：矽膠：可吸附許多離子或非離子性官能基化合物，包括生物鹼、醣酯、配醣物、染料、鹼金屬陽離子、脂質、甘油、類固醇、可塑劑、多環芳香族化合物及酚類衍生物等。一些未被硫酸分解的此類物質可藉矽膠吸附分離，而在硫酸處理過程中因震盪產生的硫酸及水份乳化物亦可因此而去除。在多層矽膠管柱中，矽膠亦有另一作用為區隔硫酸矽膠及氫氧化鈉矽膠，避免其兩者起酸鹼中和反應。矽膠活性等級係根據Brock-mann等級(如表一)，等級增加含水率亦隨之增加，而活性則下降。以戴奧辛檢驗需使用Brock-mann I等級，故需於使用前將矽膠置於180°C烘箱活化30分鐘以上時，取出後置於乾燥箱中冷卻後使用，以避免吸收水份降低活性。

表一、矽膠活性等級(根據Brockmann等級)表

Brockmann	I	II	III	IV	V
Water % (w/w)	0	5	15	25	38

氫氧化鈉矽膠：

許多無法被硫酸矽膠破壞或吸附的有機、無機酸類化合物，可於此藉酸鹼中和而達到淨化之目的。

鹼性氧化鋁管柱：

取25mL玻璃移液管，切除至約16公分，填入12g鹼性氧化鋁，選用第一段流洗液時之二氯甲烷/正己烷(0.5/95.5 v/v)，第二段流洗液時之二氯甲烷/正己烷(35/65 v/v)。

活性炭AX-21/ Celite矽藻土管柱：

取10mL玻璃移液管，頂端切除1.5公分，填入AX-21/ Celite 2公分。第一段流洗液為正己烷、二氯甲烷/環己烷(50/50 v/v)及苯/乙酸乙酯(50/50 v/v)以去除平面狀多氯聯苯，然後反轉管柱，以大量甲苯流洗出管柱中戴奧辛及呋喃。

貳、CM1/RM/3

CM1/RM/3之淨化程序為多層矽膠管柱、鹼性氧化鋁管柱。強酸、強鹼去雜質而活性碳AX-21/ Celite矽藻土管柱淨化則列為選擇性步驟。

多層矽膠管柱：

使用較粗之20mm (ID) x 230mm (H) 玻璃管柱，填充之內容依序為1.5g硝酸銀矽膠、1g矽膠、2g鹼性矽膠、1g矽膠、4g酸性矽膠、2g矽膠及1g無水硫酸鈉。各層之作用先前多已介紹過，硝酸銀矽膠及無水硫酸鈉二者之淨化功能分別為：硝酸銀矽膠：樣品中若含有硫元素干擾物質，可於此層硝酸銀矽膠反應生成硫化銀，顏色亦由無色變成橘紅色，可藉此判斷硫含量是否已超過硝酸銀矽膠之吸附量，當橘紅色超過此層一半以上時，代表硫可能已經穿透硝酸銀矽膠層，此時流洗液即需以硝酸銀矽膠管柱再淨化一次。無水硫酸鈉：用於去除因振盪產生乳化物中之水份。

鹼性氧化鋁管柱：

使用上段為20mm (ID) x 100mm (H)、下段為6mm (ID) x 350mm (H) 之玻璃管，填入2.5g鹼性氧化鋁及0.5cm無水硫酸鈉，選用第一段流洗液時之二氯甲烷/正己烷 (2/98 v/v)，第二段流洗液時之二氯甲烷/正己烷 (50/50 v/v)。

- 為清楚看出NIEA A808.70B、M23及CM1/RM/3三方法淨化方式之差異，茲將三方法之淨化步驟及藥劑用量整理如表二。由對照表中可以明顯看出下列事項：
- 一、 NIEA A808.70B因先以酸洗步驟去除多數雜質，使其後各淨化管柱中吸附劑及流洗液用量減少甚多。
 - 二、 M23及CM1/RM/3因無酸洗動作，故其採取之方法，即用較粗及去除較多基質種類之多層矽膠管柱，來完成第一段淨化動作。
 - 三、 NIEA A808.70B使用酸性氧化鋁去除非平面狀多氯聯苯，而M23及CM1/RM/3則使用吸附力較弱之鹼性氧化鋁，故第一段流洗液中二氯甲烷配比以NIEA A808.70B最高 (6%，8mL)，CM1/RM/3次之 (2%，60mL)，M23因溶劑使用量最大 (120mL)，故其二氯甲烷配比最低 (0.5%)。
 - 四、 NIEA A808.70B將酸性矽膠管柱及酸性氧化鋁管柱串聯，可節省淨化時間及流洗溶劑使用量，惟此僅適用於已知基質乾淨之樣品，對於基質較髒或未知之樣品仍應先執行酸性矽膠管柱，確定未被穿透再執行酸性氧化鋁管柱，以避免雜質進入酸性氧化鋁管柱，而降低其活性。
 - 五、 NIEA A808.70B及M23均使用活性碳管柱去除平面狀多氯聯苯，CM1/RM/3雖未將活性碳管柱列為必要步驟，但亦特別強調有高背景污染時仍應執行之。

綜言之，淨化工作在戴奧辛及呋喃檢驗中確具關鍵地位。惟因動作十分繁複、耗時，且需依樣品基質干擾情形適當地增加淨化步驟或藥劑用量，故實驗者必須深切瞭解各個步驟之作用，並小心操作，方能獲得良好的檢測結果。

(環檢所李慈毅)

NIEA A808.70B硫酸酸洗		U.S.EPA Method 23無		Canada Method 1/RM/3無	
酸性矽膠管柱	1. 10mL玻璃移液管	多層矽膠管柱	1. 20mm (ID) x 230mm (H) 玻璃管	多層矽膠管柱	1. 20mm (ID) x 230mm (H) 玻璃管
	2. 4-6mL酸性矽膠		2. 1g矽膠、2g鹼性矽、1g矽膠、4g酸性矽膠、1g矽膠		2. 1.5g硝酸銀矽膠、1g矽膠、2g鹼性矽膠、1g矽膠、4g酸性矽膠、2g矽膠及1g無水硫酸鈉
	3. 沖提液為正己烷 15mL(5mL三次)		3. 沖提液為正己烷 100mL (5mL二次、90mL一次)		

				<p>3. 沖提液為2%二氯甲烷/正己烷 60mL (5mL二次、50mL一次)</p> <p>備註：濃縮至1mL時，須加入50mL正己烷以置換殘餘二氯甲烷後再濃縮一次</p>	
酸性氧化鋁管柱	<p>1. 10mL玻璃移液管</p> <p>2. 4-6mL酸性氧化鋁</p> <p>3. 沖提液為正己烷15mL (5mL三次)、6%二氯甲烷/正己烷8mL (2mL次)、60%二氯甲烷/正己烷16mL (4mL四次)</p>	鹼性氧化鋁管柱	<p>1. 25mL玻璃移液管</p> <p>2. 12g鹼性氧化鋁</p> <p>3. 沖提液為0.5%二氯甲烷/正己烷120mL、35%二氯甲烷/正己烷120mL</p>	鹼性氧化鋁管柱	<p>1. 上段為20mm (ID) x 100mm (H)、下段為6mm (ID) x 350mm (H) 之玻璃管</p> <p>2. 2.5g鹼性氧化鋁及5cm無水硫酸鈉</p> <p>3. 沖提液為正己烷45mL (5mL三次、30mL一次)、2%二氯甲烷/正己烷20mL、50%二氯甲烷/正己烷30mL</p>
活性碳管柱	<p>1. 5mL玻璃移液管</p> <p>2. 0.5mL矽膠、0.5mL LAX-21/矽藻土 (8%w/w)或0.7mL Carbo-pack C/矽藻土 (18%w/w)、0.5mL 矽膠</p> <p>3. 沖提液為二氯甲烷/環己烷8mL (50/50 v/v, 2mL四次)、二氯甲烷/甲醇/甲苯2mL (70/20/5 v/v, 1mL二次)、甲苯30~40mL</p>	活性碳管柱	<p>1. 10mL玻璃移液管</p> <p>2. 2公分 AX-21/矽藻土沖提液為正己烷2mL、二氯甲烷/環己烷2mL (50/50v/v)、苯/乙酸乙酯2mL (50/50v/v)、甲苯13mL</p>	強酸、強鹼去雜質後再以活性碳管柱淨化	此為選擇性步驟，可以在HRGC/HRMS上機前、先以GC-ECD篩選樣品干擾，如有高背景污染干擾時，則執行此步驟

(環境檢驗所 副研究員 陳元武)

本網頁於097/07/23編輯發行，最新檢視日期：102/03/01。

【資料內容為已確認之文件，非屬應即時更新之統計資訊】

