

飲用水處理藥劑聚丙烯醯胺中丙烯醯胺檢測方法

—液相層析儀／紫外光偵測器法

中華民國94年10月11日環署檢字第0940080908號公告

自中華民國95年1月15日起實施

NIEA D501.30B

一、方法概要

稱取適量的樣品以甲醇與水（v/v；8/2）萃取後，以濾膜過濾萃取液後，取適當體積直接注入於液相層析儀中，經逆相層析管柱等位沖提（Isocratic elution），以紫外光偵測器在 195 nm 之波長測其吸收強度，以求得飲用水處理藥劑聚丙烯醯胺（Polyacrylamide）中丙烯醯胺（Acrylamide）濃度。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑聚丙烯醯胺中丙烯醯胺之檢測，方法偵測極限為 0.068 mg/kg。

三、干擾

- （一）溶劑、試劑、玻璃器皿、塑膠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）玻璃器皿必須徹底地清洗以避免干擾。使用後之玻璃器皿應儘快以最終使用之溶劑潤濕，並以熱的清潔劑溶液清洗，再以自來水和蒸餾水淋洗，玻璃器皿晾乾後，再用丙酮和正己烷徹底淋洗。玻璃器皿晾乾後，妥善保存於乾淨的環境中。
- （三）使用高純度的試劑及溶劑可將干擾程度減至最小，若有必要時應於全玻璃系統內進行特定試劑及溶劑純化之蒸餾。
- （四）當低濃度樣品緊接在高濃度樣品之後分析時，可能會有跨次污染的現象發生，因此於高濃度樣品分析完成後，注射針筒必須以溶劑清洗乾淨，並以此針筒注射一針或數針溶劑，確認並無殘留污染的情況。

四、儀器設備

（一）液相層析儀

- 1.層析管柱：C18，150 mm(長) × 4.6 mm (內徑) × 5 μm (粒徑)，或同級品。
- 2.泵送系統：等位沖提。

3.偵測器：紫外光偵測器。

4.自動注射系統（選用），適當之樣品迴路。

5.數據處理系統：層析用積分儀，記錄器或電腦。最好使用數據處理系統以計算滯留時間和波峰面積。

(二)分析天平：可精稱至 0.1 mg。

(三)採樣瓶：125 mL、500 mL 及 1.0 L 之棕色硼矽玻璃製品，附螺旋瓶蓋，其內襯為鐵氟龍墊片。

(四)定量瓶：10 mL 及 1.0 L 之硼矽玻璃製品。

(五)過濾膜：孔徑為 0.45 μm 之耐龍（Nylon）濾膜。

(六)樣品瓶：1.8 mL 及 20 mL 之棕色硼矽玻璃製品，附螺旋瓶蓋，其內襯為鐵氟龍墊片。

(七)攪拌器。

(八)注射針筒：5 mL。

(九)吸量管：1 mL、2 mL、5 mL 及 10 mL 之硼矽玻璃製品。

五、試劑

(一)所有檢測時使用的試劑化合物或溶劑必須是試藥級，除非另有說明。若需使用其他等級試劑，在使用前必須確認該試劑的純度足夠高，使檢測結果的準確度不致降低。

(二)丙烯醯胺標準品：純度 99.9 %。

(三)試劑水：不含有機物之去離子水。為液相層析儀之移動相時應先以 0.45 μm 之濾膜過濾。

(四)氬氣：純度 99.999 %。

(五)儲備標準溶液：稱取約 100 mg（精稱至 0.1 mg）已知純度丙烯醯胺標準品，以試劑水(或其他適當溶劑)定容至 100 mL，配製成 1000 mg/L。將儲備標準溶液移至附有鐵氟龍墊片螺旋蓋之瓶中，放在 4 °C 下保存，避免光線照射。

(六)查核標準品：將市售的儲備標準溶液，具廠商或獨立之供應商出具分析證書(Certificate of analysis)，以溶劑稀釋成檢量線之中間濃度。

六、採樣與保存

飲用水處理藥劑取樣方法，分散裝樣品與包裝樣品之取樣。

(一) 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 g，將它們均勻混合成約 500 g 的單一組成樣品。組成樣品均勻混合後，分成 3 份各約 160 g，置入可緊密且防水採樣瓶中並密封。每個採樣瓶上，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) 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)。將他們均勻混合成單一組成樣品，分成 3 份各約 160 g，置入可緊密且防水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) 立即將密封樣品，於常溫下保存，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) 樣品製備及分析

1. 秤取適量樣品並記錄重量 (精確至 0.1 mg)，置於 20 mL 樣品瓶內，加入 10 mL 的甲醇與水混合液 (v/v; 8/2)。若樣品濃度超過檢量線範圍，則應降低樣品用量，以落入檢量線範圍。
2. 樣品攪拌達 3 小時後，以注射針筒抽澄清液，再以 0.45 μ m 過濾膜過濾。
3. 樣品製備後，直接注射 5 μ L 於液相層析儀檢測之。
4. 記錄樣品注射量及化合物在層析圖譜中之波峰面積。

(二) 檢量線製備

1. 以配製至少五種不同濃度之檢量線標準溶液，最低一點濃度應與方法定量偵測極限相當。樣品注入儀器後，以波峰面積 (高度) 與濃度建立檢量線。
2. 檢量線製備完成後，應以第二來源標準品製備檢量線中點濃度之標準品進行分析作確認，其相對誤差值超過 $\pm 15\%$ 時，應重新製作檢量線。

(三)液相層析儀建議分析條件（所得圖譜如：圖一）

1. 層析管柱：C18，150 mm (長) × 4.6 mm (內徑) × 5 μm (粒徑)。
2. HPLC 移動相：試劑水。
3. 泵送系統：等位沖提。
4. 注入量：5.0 μL。
5. 流速：1.0 mL/min。
6. 紫外光偵測器波長：195 nm。

八、結果處理

樣品濃度計算：

$$C = A \times \frac{V(\text{mL}) \times 10^{-3} \times D}{W}$$

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 (10 mL)。

D ：樣品稀釋倍數。

九、品質管制

- (一) 檢量線：迴歸線之線性相關係數 r 值應大於或等於 0.995。
- (二) 檢量線查核：每一工作日須做檢量線查核，其查核方法為選擇檢量線中間點個濃度做查核，若其尖峰面積相對誤差值超過 $\pm 15\%$ 時，則重新製做檢量線。
- (三) 空白樣品分析：每批樣品至少執行一次空白樣品分析，空白樣品分析值應小於方法偵測極限之二倍。
- (四) 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，相對差異百分比為 $\pm 10\%$ 以內。
- (五) 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，回收率介於 80% 至 120%。
- (六) 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，

回收率為 80% 至 120%。

十、精密度與準確度

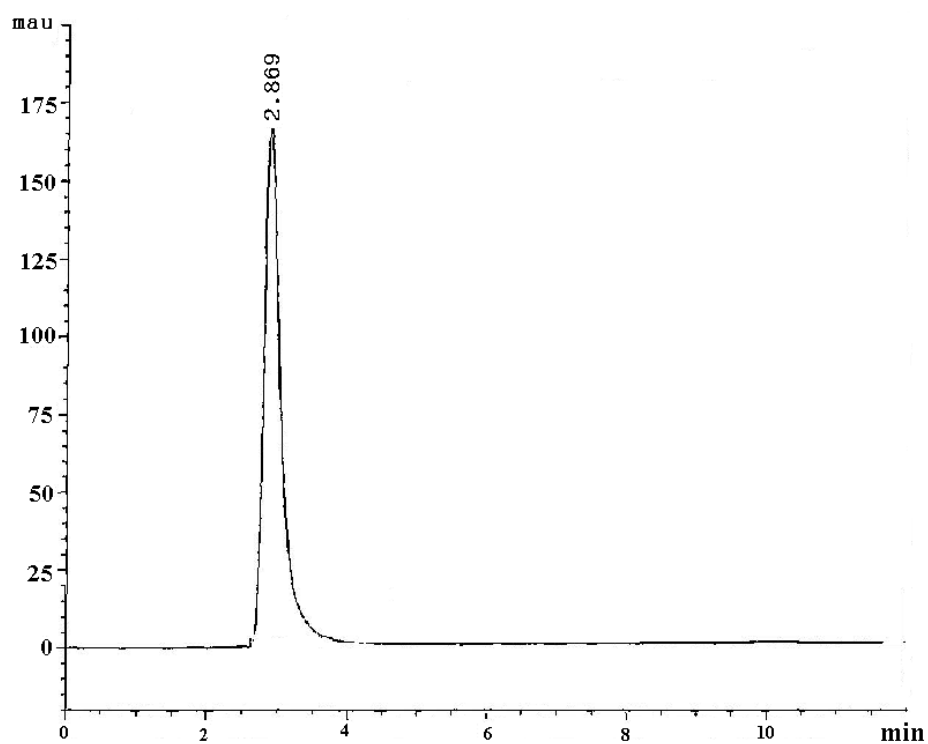
本方法經單一實驗室分析，所得之精密度及準確度如表一所示。

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，九十年委託專案計畫，EPA-90-E3S4-02-01。

表一、不同樣品中添加標準品之精密度與準確度

樣品濃度 (mg/L)	添加標準品 濃度 (mg/L)	分析次數 (%)	回收率範圍(%)	平均回收率 (%)	相對標準偏差 RSD (%)
65.6~129.5	100	7	89~112	98.6	8.4
173.3~192.8	200	10	94~113	102.1	7.4



圖一、丙烯醯胺（75 mg/L）之液相層析圖