

事業廢棄物與土壤中揮發性有機化合物篩選測試方法—頂空間法

中華民國 96 年 12 月 25 日環署檢字第 0960099578A 號公告
自中華民國 97 年 4 月 15 日起實施
NIEA M712.00C

一、方法概要

將樣品收集在有密封蓋之玻璃容器中，加熱至 90°C，並於 90°C 平衡 1 小時，以氣密式注射針抽取頂空間(Headspace)之氣態樣品，選用適當氣相層析儀或氣相層析質譜儀之分析條件進行篩選測試分析。

二、適用範圍

方法適用於廢棄物與土壤樣品中揮發性有機化合物篩選測試分析，可在短時間內篩選大量樣品，適合使用吹氣-捕捉方法之前的篩選方法。方法之偵測極限依樣品基質之複雜性及樣品間的差異性而有很大不同，方法靈敏度依各待測物在氣態和液態間之平衡狀態而定，最好使用於沸點在 125°C 以下之待測物。

三、干擾

- (一)在運送及儲存過程中揮發性有機物如氟氯碳化物和二氯甲烷會經由樣品承裝容器之墊片部分擴散至樣品中而污染到樣品。因此需準備試劑水以作為現場空白樣品，及提供查核此類污染之依據。
- (二)在同一批次分析高濃度及低濃度樣品時，為降低交互污染，每個樣品分析前需以試劑水先潤洗乾淨，分析異常高濃度之樣品後，應接著分析一個試劑水，或以清潔劑清洗注射針後，再以試劑水潤洗及於 105°C 烘箱烘乾，以去除交互污染。
- (三)在分析任何樣品之前，分析者需分析不含有機污染物之試劑水或溶劑空白，以證明整個分析系統未遭受干擾。

四、設備及材料

- (一)樣品瓶：125 mL 揮發性有機物分析樣品瓶（廠牌型號為 Pierce Chemical Co., #12995），或其他適當容積之同級品。
- (二)墊片：鐵氟龍材質（廠牌型號為 Pierce Chemical Co., #12720，或同

級品)。

(三)鋁蓋：鋁材質（廠牌型號為 Pierce Chemical Co., #132141，或同級品）。

(四)螺旋蓋：手動螺旋蓋（廠牌型號為 Pierce Chemical Co., #13212，或同級品）。

(五)注射針：5 mL 氣密式注射針，附有開關閥及氣相層析儀用之注射針頭。

(六)微量注射針：250 μL 或 500 μL 微量注射針。

(七)水浴：可控制水溫在 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 之範圍，需於抽氣櫃中使用。

五、試劑

參見本署公告各相關檢測方法所需之標準溶液及相關試劑。

六、採樣及保存

參考本署公告各相關檢測方法。

七、步驟

(一)氣相層析條件設定：參見本署公告各相關檢測方法之氣相層析操作條件。

(二)樣品製備：

1. 分別稱取 10 g 已混合均勻之廢棄物或土壤樣品，分別置於 125 mL 或其他容積之含鐵氟龍墊片之兩個樣品瓶中。
2. 其中一瓶取 200 μL ，50 ng/ μL 含待測物之標準溶液，注入相當於樣品濃度為 1 $\mu\text{g/g}$ 之添加分析，另一瓶不做任何添加分析直接分析樣品。
3. 再取一瓶含 10g 空白試劑水或空白土壤之樣品瓶，取 200 μL ，50 ng/ μL 含待測物之標準溶液，經由墊片注入相當於樣品濃度為 1 $\mu\text{g/g}$ 之標準溶液。
4. 將上述樣品、添加分析樣品及標準溶液分析樣品，置於 90°C 水

浴中加熱 1 小時，將剩餘之樣品保存於 4°C 冷藏以備未來可能之分析。

5. 依樣品分析結果來決定樣品是否需執行進一步之稀釋步驟或使用甲醇萃取方法進行分析。

(三)樣品分析：

1. 以氣密式注射針抽取 1.0mL 在 90°C 樣品瓶頂空間之氣體，直接注入氣相層析儀中。
2. 分析 1 $\mu\text{g/g}$ 標準品並調整儀器靈敏度，使儀器最小感度至少是背景值的 2 倍，記錄每個待測物之滯留時間及波峰面積。
3. 以相同分析條件分析 1 $\mu\text{g/g}$ 添加樣品，記錄每個待測物之滯留時間及波峰面積。
4. 以相同分析條件分析未添加待測物標準溶液之樣品。

八、結果處理

$$\text{待測樣品濃度}(\mu\text{g/g}) = \{S_a / (S_p - S_n)\} \times S_c$$

S_a ：待測樣品之波峰面積

S_p ：添加待測物標準溶液樣品之波峰面積

S_n ：未添加待測物標溶液樣品之波峰面積

S_c ：待測物標溶液濃度（=1 $\mu\text{g/g}$ ）

九、品質管制

- (一)分析任何樣品前，分析者必須執行不含有機物試劑水之空白樣品分析，以確認所有玻璃器皿和試劑無干擾。執行每批次樣品萃取或使用新試劑時，必須執行空白樣品分析，以確認實驗室內例行干擾不存在。空白樣品分析必須包括所有的樣品製備及檢測步驟。
- (二)使用本方法之前，必須執行查核樣品分析。查核樣品分析步驟應包括所有的樣品製備及測試步驟；此分析結果應可確認儀器靈敏度及準確度。假如查核樣品濃度小於或等於 1 $\mu\text{g/g}$ ，而無法被偵測到時表示儀器靈敏度不夠，需提高儀器靈敏度。

十、精密度與準確度

略

十一、參考資料

- (一) USEPA, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3810, September 1986.
- (二) Hachenberg, H. and A. Schmidt, Gas Chromatographic Headspace Analysis, Philadelphia: Hayden & Sons Inc., 1979.
- (三) Friant, S.L. and I.H. Suffet, "Interactive Effects of Temperature, Salt Concentration and pH on Headspace Analysis for Isolating Volatile Trace Organics in Aqueous Environmental Samples," Anal. Chem. 51, 2167-2172, 1979.

事業廢棄物與土壤中揮發性有機化合物
篩選測試方法-頂空間法流程圖

