

樣品製備與萃取方法－吹氣捕捉法

中華民國 102 年 4 月 18 日環署檢字第 1020031062 號公告

自中華民國 102 年 6 月 15 日生效

NIEA R104.03C

一、方法概要

本方法是以吹氣捕捉步驟執行水樣及與水互溶之液體樣品中的揮發性有機物分析時，樣品的製備及萃取。本方法亦適用製備所得之高濃度土壤和廢棄物樣品之萃取液的分析。氣相層析分析步驟，可參見「非鹵有機物檢測方法 NIEA M611」和「揮發性鹵化物檢測方法 NIEA M612」；氣相層析質譜分析步驟，可參見「事業廢棄物中揮發性有機物檢測方法 NIEA M711」及「事業廢棄物溶出液中揮發性有機物檢測方法 NIEA R703」。

- (一) 水樣及與水互溶之液體樣品：於室溫下，將惰性氣體灌入溶液中，使其中之揮發性成分自液相轉成氣相，再將其吹入吸附管中，使所有的揮發性有機成分吸附在其中。當吹氣過程完成後，將吸附管加熱，並以惰性氣體將吸附於其內的成分逆向吹洗下來，使其脫附並導入氣相層析分離管中進行分析。
- (二) 依本方法所得之高濃度萃取液：於吹氣腔中，取一定量之依本方法製備所得的萃取液與不含有機物之試劑水混合，再經由與一般水樣相同的吹氣捕捉氣相層析或氣相層析質譜步驟進行分析。

二、適用範圍

- (一) 本方法可適用於大多數沸點低於 200°C，不溶或微溶於水中之揮發性有機化合物。本方法亦可應用於溶於水之揮發性有機物分析，但因吹氣效率差，其氣相層析法或氣相層析質譜法之定量極限約高出 10 倍。
- (二) 本方法與「NIEA M611」之氣相層析/火燄離子化偵測器 (GC/FID) 方法配合，可適用於檢測總石油系碳氫化合物中，屬於低分子量的脂肪族碳氫化合物，如汽油；對於芳香族的部分(苯、甲苯、乙苯及二甲苯，簡稱 BTEX)，則須與「NIEA

M612」之氣相層析/光離子化偵測器(GC/PID)方法配合使用；對於全系列的汽油檢測，則須將「NIEA M611」與「NIEA M612」方法串連使用。

- (三) 水樣中揮發性有機化合物可直接經由吹氣捕捉萃取後再由氣相層析分析。若水樣中待測物濃度較高，可將樣品以直接注射法注入層析系統進行分析，或先將樣品適當稀釋後，進行吹氣捕捉萃取步驟，再以氣相層析分析。

三、干擾

- (一) 大部分污染問題源自於吹氣氣體中的不純物，以及來自捕捉管前端接頭處釋出的有機物。於設定的分析條件下，以實驗室的試劑空白來確認整個分析系統確實無污染。於吹氣裝置中，須避免使用非鐵氟龍表面塗敷用品，非鐵氟龍螺紋封口及含橡膠組成的流量控制器，因為這些物質會釋出有機物，而於吹氣過程中，一併被濃縮至捕捉管內，導致分析時的干擾或正偏差的產生。
- (二) 樣品可能會在運送和儲存過程中，由於揮發性有機物(尤其是二氯甲烷及氟化碳)藉擴散透過樣品瓶的密封墊片而被污染。由不含有機物的試劑水所製備的運送空白，攜帶至採樣現場，執行與樣品相同的處理步驟，可用來檢查是否有此項污染。
- (三) 當分析高濃度樣品後接著分析低濃度樣品，會發生前次高濃度樣品殘留物轉入本次樣品中的交互污染(cross-contamination)，當分析異常高濃度樣品後，須接著分析不含有機物的試劑水，以檢查是否有交互污染。捕捉管及系統中其他部分易受污染。因此，須經常進行整個系統的烘脫及吹氣。
- (四) 進行揮發性有機物分析的實驗室，工作區必須不含任何有機溶劑。尤其測定二氯甲烷時須特別注意，分析及樣品儲存區域須與周界大氣環境中所有二氯甲烷來源隔離，否則會有不規則的背景值，因二氯甲烷會透過鐵氟龍管，故所有 GC 氣體管線及吹氣管線的安裝必須使用不銹鋼管或銅管。當進行揮發性有機物分析時，實驗室中的他種有機溶劑會造成不規則的背景值，同樣須注意防範。分析員於進行一般的液相/液相萃取步驟時，衣物曾暴露於二氯甲烷蒸氣，會導致樣品污染。

四、設備與材料

- (一) 微量注射針：10 μL 、25 μL 、100 μL 、250 μL 、500 μL 及 1,000 μL 。此種注射針必須配備足以自吹氣裝置之樣品入口延伸至距多孔性玻璃濾片 1 公分處的 20 號(內徑 0.006 吋)注射針頭。針頭長度須配合所使用的吹氣裝置。
- (二) 注射針閥：二通式，具旋轉密合接頭(共三個)，適用於吹氣裝置。
- (三) 玻璃注射針筒：5 mL，2 支，附氣密式開關閥。(其他大小的針筒亦可，視樣品體積大小而定)。
- (四) A 級量瓶：10 mL 及 100 mL，具磨砂口瓶蓋。
- (五) 樣品瓶：2 mL，氣相層析儀自動送樣裝置用之樣品瓶。
- (六) 吹氣捕捉裝置：吹氣捕捉裝置包括三個獨立的設備：樣品吹氣設備、捕捉管及脫附設備。有數種全套市售商品可供使用。
 1. 吹氣腔須備有一至少 3 公分高的盛水管柱，可承裝 5 mL 的樣品，在盛水管柱與捕捉管之間的氣體空間總體積必須少於 15 mL，樣品吹氣用之氣體必須通過盛水管柱，於氣體入口處以直徑小於 3 mm 的細微氣泡形式通過，該氣體導入口與盛水管柱底部距離須少於 5 mm。圖一吹氣裝置構造圖之樣品吹氣設備符合上述設計條件。若其他型式的樣品吹氣設備可證明其具相同功能者，亦可使用。
 2. 捕捉管長度約 25 公分，內徑至少需 0.105 吋，自入口處起，必須填充下列吸附劑：全管的 1/3 填充 2,6-次聯苯氧化物之聚合物(2,6-diphenylene oxide polymer)，1/3 為矽膠，另 1/3 為椰子殼活性碳。最好在捕捉管的入口處填充 1.0 公分被覆矽化甲基填充物，以增加捕捉管使用期限(參見圖二包含脫附功能之捕捉管填充劑及構造圖及圖三吹氣捕捉裝置系統吹氣功能圖)。若不分析二氯二氟甲烷或其他相似揮發性的氟化碳化合物，則不必填充活性碳，而將 2,6-次聯苯氧化物的聚合物填充全管的 2/3；若只分析沸點在 35°C 以上的化合物，則矽膠及活性碳皆不必填充，而將全管填充聚合物即可。於第一次使用前，捕捉管須以 180°C 隔夜加熱調整，並通入 20 mL/min 的惰性氣體逆吹洗，將

捕捉管排出的氣體通入抽氣櫃中，不要導入分析管柱中。每日使用前捕捉管須於 180°C 通氣逆吹洗加熱 10 分鐘，所排出的氣體可導入分析管柱中，但此分析管柱於分析樣品前必須先經過升溫設定步驟空跑一次。

3. 脫附設備須能將捕捉管快速加熱至 180°C 以進行脫附。於加熱烘脫功能執行時，捕捉管中填充的聚合物段，溫度不應高過 180°C，其餘填充劑段，溫度不應高過 220°C。圖一及圖二之脫附設備，符合上述設計條件。

4. 吹氣捕捉裝置可拆開成各自獨立的設備，或可與氣相層析儀聯接。其吹氣吸附功能圖與脫附功能如圖三吹氣捕捉裝置系統吹氣功能圖及圖四吹氣捕捉裝置系統脫附功能圖所示。

5. 捕捉管填充劑

- (1) 2,6-次聯苯氧化物之聚合物(2,6-diphenylene oxide polymer)：60/80 mesh 層析級(Tenax GC 或同級品)。
- (2) 矽化甲基填充物：OV-1(3%)被覆於 Chromosorb-W 上，60/80 篩目或同級品。
- (3) 矽膠：35/60 mesh，Davison，等級 15 或同級品。
- (4) 椰子殼活性碳：由 Barnebey Cheney 製造，CA-580-26 或同級品，壓碎後通過 26 號篩網過篩。
- (5) 其他捕捉管填充劑

有若干疏水性碳分子篩及石墨碳黑填充劑已開發，這些填充劑於組合使用時，顯示的滯留性質與 Tenax/ 矽膠/ 碳吸附劑相當。使用此種填充劑的捕捉管，其吸附及脫附特性，與檢測方法上所述之規範準則，具同等或較佳的靈敏度和精密度時，亦可使用。

a. 下列填充劑組合適用於大多數的待測物檢測：

7.6 cm Carboxin™ B/1.3 cm Carboxin™ S-III。

VOCARB 3000-10.0 cm Carboxin™ B/6.0 cm Carboxin™
1000/1.0 cm Carboxin™ 1001。

VOCARB 4000-8.0 cm Carbo-pack™ C/10.0 cm Carbo-pack™ B/6.0 cm Carboxin™ 1000/1.0 cm Carboxin™ 1001 或同級品。

這些填充劑組合需要快速加熱至脫附溫度 245°C 至 270°C(參照儀器使用說明書)，有報告指出，於如此高溫情況，有些待測物會被催化反應或裂解。已發現 VOCARB 4000 填充劑組合，會使 2-氯乙烷乙基醚被催化而裂解；使 2,2-二氯丙烷部分裂解；使溴仿和溴甲烷熱裂解。

- b. 熱裂解所生成的產物必須做定期追蹤，每日須執行氯甲烷和溴甲烷的例行檢測，每日於執行例行查核標準品檢測前，須先執行包含疑似標準品、內標準品及 20 µg/L 溴仿的例行查核標準品檢測。若氯甲烷或溴甲烷濃度超過 0.5 µg/L，表示捕捉管已被鹽類或與填充劑緊密鍵結的污染物嚴重污染，此時應停止檢測，更換捕捉管並進行系統的再校正。(註 1)

(七) 加熱器或加熱油浴：能維持吹氣腔的溫度於室溫至 100°C 範圍內，且溫度能精確至 1°C 以內者。

(八) 氣相層析毛細管柱：任何氣相層析管柱若能符合各檢測方法所需的精密度與準確度規範，皆可使用。參見各檢測方法中對於建議使用管柱、測試條件及滯留時間等資訊。

1. 寬口管柱於熱脫附程序時，須有足夠的容量承接從捕捉管導入的標準氣體，且氣相層析儀能與熱脫附程序同步啟動。視質譜儀真空系統的容量，有時可能須於氣相層析管柱出口進入質譜儀前，再加裝一個界面，如開放型的分流界面，玻璃製噴口分離器，或冷凍濃縮裝置（參見四（八）2.節）都是可用的界面。界面的型式及其調節方式，對偵測極限有極大的影響。上述界面以外的界面，若能符合方法的精密度與準確度規範，皆可使用。
2. 若使用窄口管柱系統，需要較低的氣體流量，約 2~4 mL/ min，由於此低脫附流率，較早沖提出的待測物需要再冷凝，以得到狹窄的層析譜帶，此再冷凝步驟可使用冷凍濃縮界面，此種界面一般是使用液態氮，將脫附出來的樣品冷凝至一表面未塗敷

的融矽玻璃前置管柱中的狹窄區間，當捕捉管中的所有待測成分皆被脫附出來，此界面即在載流氣體帶動下被快速加熱，將待測物轉置到分析管柱中，分析管柱的末端須伸入質譜儀的離子源內數公釐（mm）。此種界面的潛在問題為從捕捉管脫附的水氣結成冰，導致界面堵塞，而使層析的靈敏度及解析度降低。當擬似標準品的回收率降低時，表示可能發生此現象。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有機物之試劑水。
- (二) 參見各檢測方法及揮發性有機物之樣品製備方法中，有關製備內標準品和擬似標準品的方法準則。

六、採樣與保存

- (一) 樣品必須保存於頂空極小的附封蓋的瓶中，存放環境須不含有機溶劑蒸氣且溫度介於 $4\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。當樣品於冷藏時，溶於樣品中的氣體因除氣現象而逸散出，所形成之氣泡大小不得超過 5-6 mm。當有氣泡形成時，同時須確認瓶蓋及襯墊於採樣當時是否已密封完善，是否有漏氣現象？若樣品密封不完善，則應棄置。
- (二) 樣品必須於採樣後 14 天內完成分析。

七、步驟

- (一) 水樣的吹氣捕捉步驟，參見七（二）節；依本方法針對高濃度樣品製備之溶劑萃取樣品分析方法，參見七（三）節。層析檢測步驟參見「NIEA M611」、「NIEA M612」及「NIEA M711」。對油品的分析，可使用「NIEA M611」，利用氣相層析光離子化偵測器（GC/PID）進行苯、甲苯、乙苯及二甲苯（BTEX）的檢測；若與利用氣相層析火燄離子化偵測器（GC/FID）的「NIEA M612」方法串連使用，可進行碳氫化合物的檢測。
- (二) 本節係敘述水樣之吹氣捕捉分析步驟。

1. 起始校正

使用本樣品導入技術於任何氣相層析法前，須進行系統的校正，一般校正步驟於「層析檢測方法總則 NIEA M150」中有詳細說明；對特定化合物的檢測方法，則於「有機物萃取及樣品製備法總則（二）NIEA M152」中，對標準品的製備方法有詳細說明；若使用氣相層析質譜儀分析方法，則於進行起始校正前，須先執行儀器質譜調校。

- (1) 組裝符合四（六）節中所述規範的吹氣捕捉裝置，於設定在吹氣功能下，將填充 Tenax 之捕捉管通入流量至少為 20 mL/min 之惰性氣體，於 180°C 隔夜加熱調整（若是調整他種捕捉管，則依製造商建議的溫度進行加熱調整）。每日使用前須於逆吹洗溫度為 180°C，管柱溫度為 220°C 之狀況下，調整捕捉管 10 分鐘。
- (2) 將吹氣捕捉裝置聯接至氣相層析儀或氣相層析質譜儀系統上。
- (3) 當使用自動樣品進樣器時，將檢量線標準品由定量瓶移入樣品瓶並密封，將樣品瓶依儀器使用說明放置儀器內，在不破壞樣品瓶真空密封下，自動樣品進樣器取 5.0 mL(或 25.0 mL)加入吹氣裝置中，再以同樣方法加入內標準品及擬似標準品至吹氣裝置中。
- (4) 製備內含擬似標準品之各種所需濃度的校正標準品直接加入吹氣裝置內。其步驟為：使用 5 mL 之玻璃注射針筒(亦可使用 10 mL 或 25 mL 針筒)，附 15 公分長的 20 號針頭，將 5.0 mL 不含有機物的試劑水加入吹氣裝置內，針頭嵌入樣品入口情形，如圖一所示。樣品入口是由 14 號針頭構成，其內徑可供 20 號針頭嵌入。接著使用一 10 μ L 或 25 μ L 附長針頭的微量注射針（如四（一）節所述），取適當體積內含適當濃度之校正標準品的中間標準溶液，直接加入已在吹氣裝置中不含有機物的試劑水中，加入時是將注射針頭嵌入樣品入口，當釋出注射針筒中的溶液時，須確定針頭尖端須浸在不含有機物的試劑水液面之下。以同樣方法，加入 10 μ L 的內標準品。將樣品入口處的兩通注射閥關閉。(於針筒將水樣轉置到吹氣裝置前，可直接將校正標準品、內標準品和擬似標準品加入針筒中之不含有機物的試劑水中，參見七（二）4（7）節）。

- (5) 依七（二）4. 節所列的吹氣捕捉分析步驟進行。
- (6) 依層析分析檢測方法中所列步驟計算每一待測物的校正因子（CF）或感應因子（RF）。
- (7) 必須計算每一化合物的平均校正因子（使用外標準品校正法）或感應因子（使用內標準品校正法）；若使用氣相層析質譜儀檢測方法，則於進行檢量線校正前，必須先執行系統功能檢查。若吹氣捕捉步驟是用於「揮發性鹵化物檢測方法」，則須檢查下列四種化合物的訊號感應：氯甲烷、1,1-二氯乙烷、溴仿及 1,1,2,2-四氯乙烷。這些化合物是用來檢查吹氣流量是否適當，及是否由於管線的污染或系統中活性基的存在，而導致化合物的裂解。曾發現案例敘述如下：
- a. 氯甲烷：若吹氣流量太快，本化合物極易漏失。
 - b. 溴仿：若吹氣流量太慢，本化合物很難被吹出。連接管線中局部過冷處及/或活性基的存在，會對測試感應有不利的影響。
 - c. 1,1,2,2-四氯乙烷及 1,1-二氯乙烷：這些化合物會因吹氣捕捉裝置中連接管線的污染，及/或捕捉劑中活性基的存在，而被裂解。
- (8) 適用於「法 NIEA M612」中待測物，一般對吹氣流量的些微改變，或系統的污染的影響不顯著，當分析滯留時間較長的化合物時（如：六氯丁二烯、1, 2, 3-三氯苯等），則由前次分析高濃度樣品或甚至標準品，所導致的跨次污染或記憶效應，是常會發生的問題。因此，於樣品分析後，將吹氣腔多清洗幾次，則可克服此問題。新發展出來的吹氣捕捉裝置系統，於完成吹氣捕捉步驟後，增加了一道系統的烘脫程序的設定，而自動克服了此項污染問題，而且使用活性碳捕捉管，捕捉的水氣較少，同樣可減少污染問題。

2. 校正確認：參見「NIEA M150」中詳細校正確認步驟。

校正標準品的製備，係將適當體積的稀釋標準品注入於定量瓶

中、氣密式針筒中、或吹氣裝置中所含的一定量的不含有機物的試劑水中，並注入適當量的內標準品於此不含有機物的試劑水中，必須確定加入每一標準品及樣品中的內標準品量須相同。用於作校正的不含有機物的試劑水體積必須與分析樣品的體積相同，一般是 5 mL。必須使用足夠長的針頭，確定針頭尖端須浸在液面之下時，將擬似標準品和內標準品加入。依據四(六)節步驟組裝吹氣捕捉裝置，依據七(二)4.節執行吹氣捕捉檢測步驟。進行樣品分析前，須符合層析分析檢測方法中，對氣相層析或氣相層析質譜法的各項校正規範。

3.樣品篩選

- (1) 進行吹氣捕捉分析前視需要先篩選樣品，以提供樣品是否需要稀釋的參考，及避免吹氣捕捉裝置被污染。
- (2) 可用的兩種篩選技術為：使用「平衡狀態頂空處理法 NIEA M157」，連接至氣相層析儀上，配備串聯式之光離子化偵測器(PID)及電解導電感應偵測器(HECD)偵測系統；或以十六烷萃取樣品(十六烷萃取及可吹氣有機物篩選方法)，以氣相層析儀配備火焰離子化偵測器(FID)及/或電子捕捉偵測器(ECD)分析萃取液。依分析人員的判斷，亦可使用其他適當的樣品篩選技術。

4.樣品導入及吹氣

- (1) 所有樣品及標準品於分析前須回溫至室溫。
- (2) 組裝吹氣捕捉裝置。氣相層析儀及氣相層析質譜儀之分析條件，列在各特定分析方法中之七、步驟。對某些氣相層析管柱及/或某些氣相層析質譜分析系統，為使待測氣體達到適當的解析度，須將整個儀器烘箱冷卻，一般 30 米長的寬口管柱須將氣相層析的烘箱冷卻至 25°C 或更低的溫度，使各待測氣體能有適當的解析度。
- (3) 進行樣品檢測前，須符合氣相層析儀或氣相層析質譜儀校正確認規範(參見層析檢測方法總則)。
- (4) 調節吹氣捕捉裝置上之吹氣用氣體(氮氣或氬氣)流量為 25 至 40 mL/min(參見表一對各特定待測化合物的建議值)，若

分析氯甲烷及溴仿，則調整流量至使此二化合物得到最佳偵測訊號。流量過大會使氯甲烷訊號降低；但流量過小，會使溴仿訊號降低。

- (5) 將 5 mL 注射針筒的腔塞移出，並附上關閉的針閥，將回溫至室溫的樣品或標準品瓶打開，小心的將樣品倒入注射針筒腔內至恰好不溢流，將注射針筒腔塞還原並壓擠樣品，將針閥打開，調整樣品體積至 5 mL，排出殘留的空氣。本取樣過程已破壞該液體樣品再次使用的有效性，因此，若只有一瓶揮發性有機物待測樣品，則檢測員須於此同時再盛裝相同樣品於第二個注射針筒中，以免樣品損失其真實性，第二個樣品保存到分析員確定第一個樣品已被正確的完成分析為止。盛裝樣品於一 10 mL 或 25 mL 的針筒，只可當作是一個樣品而進行檢測，如欲使用同一針筒內之樣品進行重複分析，必須於 24 小時內完成。必須注意避免空氣洩入樣品注射針筒內。
- (6) 下列步驟適用於稀釋可吹氣之樣品，所有步驟必須無間斷的執行，直至被稀釋的樣品裝入氣密式針筒中為止。
 - a. 稀釋可在 10 mL 至 100 mL 量瓶中進行。選擇適當的量瓶進行必要的稀釋，若須大量稀釋，可分段進行。
 - b. 先計算須加入不含有機物的試劑水大約體積，再將略少於計算體積之試劑水加入其中。
 - c. 將七（二）4（5）中所製備的樣品，自樣品注射針筒內注入適量樣品於量瓶中，注入量至少須 1 mL，再以不含有機物的試劑水稀釋至刻度，蓋緊瓶蓋，反轉搖晃混合三次。若須進行再稀釋，則重複上述步驟。
 - d. 依七（二）4（5）步驟將稀釋後的樣品裝入 5 mL 注射針筒內。
- (7) 自針閥口處加入 10.0 μ L 擬似標準品(依各特定檢測方法中五、試劑)，若使用內標準品，亦於此時加入 10.0 μ L 之內標準品，然後關閉針閥。擬似標準品及內標準品可預先混合，再同時一次加入樣品中。若方法中指明須執行基質樣品添加，則於此時加入 10.0 μ L 之基質樣品添加溶液於樣品

中。

- (8) 將針筒-針筒閥組合裝置連接至吹氣裝置上的針筒閥上，打開樣品注射針閥，將樣品注入吹氣腔中。
- (9) 將二個針閥均關閉，開始樣品吹氣，依表一所列各特定方法的吹氣時間及溫度進行。依「事業廢棄物溶出液中揮發性有機物檢測方法」進行分析時，吹氣係於室溫下進行 11 分鐘。

5. 樣品脫附

樣品脫附步驟須配合氣相層析儀所使用的界面，下列步驟係針對冷凍界面系統及非冷凍界面系統。分析員於執行下列方法時，亦須同時參閱吹氣捕捉系統製造商以及捕捉管填充劑供應商所提供的說明書。

- (1) 非冷凍界面系統：於完成 11 分鐘的吹氣步驟後(參見表一對各待測物的特定吹氣時間建議)。將吹氣捕捉系統設在脫附功能執行，在無載流氣體流通狀況下，將捕捉管預熱至 180°C(視捕捉管中填充劑材質的不同，而有不同的建議溫度)。(註 2)

通入載流氣體進行氣相層析儀昇溫設定及數據收集。載流氣體流率隨捕捉管而定，標準矽膠捕捉管(參見四(六) 2.節)流率為 15 mL/min；但其他捕捉管流率為 10 mL/min 即可。持續通入載流氣體約 4 分鐘，或依製造商的建議時間。若執行「非鹵有機物檢測方法」中的待測物檢測，脫附時間只需 1.5 分鐘。

- (2) 冷凍界面系統：於完成 11 分鐘的吹氣步驟後，將吹氣捕捉系統設在脫附功能執行，並確認冷凍系統溫度為 -150°C 或較低，快速將捕捉管加熱至 180°C(視捕捉管中填充劑材質的不同，溫度亦不同)，同時以 4 mL/min 流量之惰性氣體進行逆吹洗 5 分鐘，(針對「非鹵有機物檢測方法」中待測物檢測，1.5 分鐘即足夠了)，於 5 分鐘脫附步驟輪迴結束後，將冷凍捕捉管快速加熱至 250°C，同時進行氣相層析儀昇溫設定及數據收集。

6. 捕捉管再調整

- (1) 樣品脫附步驟完成後，須將吹氣捕捉裝置回復到吹氣功能執行，以加溫通氣調整捕捉管，等 15 秒後，將吹氣裝置上的注射針閥關閉，使氣體流經捕捉管。執行「揮發性鹵化物檢測方法」及「事業廢棄物溶出液中揮發性有機物檢測方法」等，捕捉管的溫度須維持在 180°C；執行「非鹵有機物檢測方法」捕捉管的溫度須維持在 210°C；捕捉管的溫度最高可設到 220°C。但較高溫度，將使捕捉管的有效使用期限縮短(捕捉管的溫度隨填充劑材質的不同而異)。大約七分鐘後，將捕捉管之加熱器關閉，打開注射針閥，停止氣體流經捕捉管，冷卻後，捕捉管即可供下一個樣品的分析之用。
- (2) 捕捉管內化合物被脫附至氣相層析儀時，將吹氣腔清乾，並每次以不含有機物的試劑水 5 mL(或先以甲醇再以不含有機物的試劑水)沖洗吹氣腔至少二次，以避免化合物跨次污染到其後的樣品分析。

7. 數據評估及計算

- (1) 若樣品或稀釋後之樣品在第一次分析後，其中待測物濃度超過檢量線範圍，則樣品須再稀釋後，重新分析。當樣品分析時，若其中的化合物使偵測訊號達飽和，則須接著執行不含有機物之試劑水空白分析，若空白分析的結果顯示有干擾存在，則整個系統須執行去除污染的處理，直到由空白分析的結果顯示系統中無干擾存在後，才可繼續樣品的分析。
- (2) 所有稀釋步驟執行時，須維持主要成分(先前達訊號飽和的化合物)的訊號落在相當於檢量線線性範圍中點以上的後半段部分。再依「層析檢測方法總則」或特定的檢測方法中對於待測物訊號的詳細計算步驟。

8. 水溶性液體樣品檢測

- (1) 水溶性液體樣品須先以不含有機物的試劑水稀釋至少 50 倍後，再依水樣步驟進行分析。

- (2) 最初及後續的稀釋步驟，可以吸管吸取 2 mL 的樣品加入於 100 mL 量瓶中，再以不含有機物的試劑水，稀釋至標線，立即轉置到 5 mL 氣密式注射針筒中。
- (3) 或者，可在 5 mL 注射針筒中加入 20.0 μL 以上，100.0 μL 以下的液體樣品，再充入不含有機物的試劑水，直接進行稀釋步驟。此樣品可供添加擬似標準品，以及若須執行之內標準品及基質樣品添加標準品的添加。
- (三) 本節係敘述依「樣品製備與萃取方法—密閉式吹氣捕捉法」製備之高濃度樣品的溶劑萃取液分析步驟。
1. 依各特定分析方法中之七、步驟設定氣相層析或氣相層析質譜分析系統，本步驟須在溶劑萃取液加入不含有機物的試劑水之前完成。
 2. 表二可用來決定加入 5 mL 不含有機物試劑水中的溶劑萃取液的體積；若執行過篩選分析步驟，則以所估計的濃度來決定溶劑萃取液的體積，否則依據低濃度檢測方法所得樣品濃度範圍的估計值來決定適當的體積。若樣品是屬於高濃度，則從 100.0 μL 開始取。所有稀釋步驟執行時，須維持主要成分(之前檢測時訊號達飽和的化合物)的訊號落在相當於檢量線線性範圍中點以上的後半段部分。
 3. 將備有旋轉密合針頭及開關針閥的 5.0 mL 注射針筒的腔塞移出，將不含有機物的試劑水倒入至恰好溢出，將腔塞還原並擠壓試劑水，排出其中的空氣，將體積定在 4.9 mL，將腔塞移回 5.0 mL 標線，空出體積供樣品萃取液及各種標準品的加入。加入 10.0 μL 內標準品，同時加入依七(三)2 中所定的溶劑萃取液體積，及「樣品製備與萃取方法—密閉式吹氣捕捉法」中所使用的溶劑，使最終體積為 100.0 μL (不包括標準品中的甲醇)。
 4. 將針筒-針筒閥組合裝置連接至吹氣裝置上的針筒閥上，打開樣品注射針閥，將水/甲醇樣品溶液注入吹氣腔中。
 5. 依各特定方法中的步驟進行分析，將樣品及所有試劑空白在相同的儀器上進行分析。空白及檢量線標準品中亦須包含 100.0 μL 的甲醇以模擬樣品的情況。

(四) 樣品分析

本方法所製備的樣品，可接著進行「NIEA M611」，「NIEA M612」及「NIEA M711」，參見各方法之各項分析條件。

八、結果處理

略。

九、品質管制

- (一) 依照實驗室之品保品管規範執行各項品質管制步驟，及有機物萃取及製備法總則中之萃取及樣品製備步驟之相關品質規範。
- (二) 於進行任何樣品的分析步驟前，檢測員必須先以不含有機物的試劑水進行方法空白分析，以確認所有玻璃器皿及試劑中無干擾存在。於萃取每一批樣品或試劑更新時，必須伴同一方法空白樣品分析，以確保實驗室內無例行的污染，此方法空白樣品必須經過與樣品相同的所有製備及測試步驟。
- (三) 本方法須依標準品質保證步驟執行，須採集野外重複樣品以驗證採樣技術的精密度。每分析一批次 20 個樣品或較少樣品時，須包含一個試劑空白樣品，一個基質添加/基質添加重複樣品或一個基質添加和重複樣品分析，一個實驗室品管樣品分析；若檢測方法中有特別規定，則依其規定。
- (四) 當檢測方法中有規定時，擬似標準品應加入所有樣品中進行檢測。

十、精密度與準確度

參見各檢測方法中有關精密度與準確度的數據。

十一、參考文獻

- (一) U.S.EPA, Purge-and-Trap for Aqueous Sample, Test Methods for Evaluating Solid Waste. Method 5030C, 2003.
- (二) U.S.EPA, 40 CFR Part 136, Guidelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act ; Final Rule and Interim Final Rule and Proposed Rule. 1984.

(三) Bellar, T., Measurement of Volatile Organic Compounds in Soils Using Modified Purge-and-Trap and Capillary Gas Chromatography/Mass Spectrometry. U.S.EPA, Environmental Monitoring Systems Laboratory, Cincinnati, OH, 1991.

註 1：即使是新填充好尚未使用過的捕捉管，仍有可能被空氣中的有機溶劑蒸氣污染，此種吸附性強的填充劑必須密封保存在不含有機溶劑蒸氣污染的區域。

註 2：有些吹氣捕捉裝置系統具有去除水氣步驟(乾式吹氣)，係於執行脫附步驟前先將捕捉管內水氣吹除，而將捕捉管及氣體管線中的水氣去除。但去除水氣步驟執行與否，須視捕捉管內填充劑而定，一般若是使用活性碳或疏水性填充劑，則去除水氣步驟的執行可避免水氣進入氣相層析分析系統，影響層析結果，但須將捕捉管維持在 25°C 或較低的溫度；但若是使用疏水性低或親水性填充劑(如矽膠)，則去除水氣步驟反而會引起靈敏度降低、層析結果差、以及因執行分析的過程中，持續的將水氣釋放至氣相層析系統中，使得填充劑有效使用期限減短等嚴重的問題。此種現象可從同一天執行分析過程中，內標準品及擬似標準品不正常的提前被沖提出來，得到證明。惟有選擇適當的水氣控制系統、捕捉管填充劑、去除水氣時的捕捉管溫度設定、載流氣體流率等，才能得到最佳的結果。可能需要使用捕捉管背壓控制。使用去除水氣步驟前，先參閱吹氣捕捉系統製造商以及捕捉管填充劑供應商所提供的說明書。

表一 吹氣捕捉操作條件

	分 析 方 法	
	非鹵有機物檢測方法	揮發性鹵化物檢測方法/層析質譜法
吹氣氣體	氮氣或氬氣	氮氣或氬氣
吹氣流率(mL/min)	20	40
吹氣時間(分)	15.0 ± 0.1	11.0 ± 0.1
吹氣溫度(°C)	85	室溫
脫附溫度(°C)	180	180
逆吹洗惰性氣體流率 (mL/min)	20-60	20-60 ¹
脫附時間(分)	1.5	4

註：依「揮發性鹵化物檢測方法」使用寬口毛細管柱檢測時，最佳的脫附流率約為 10 至 15 mL/min

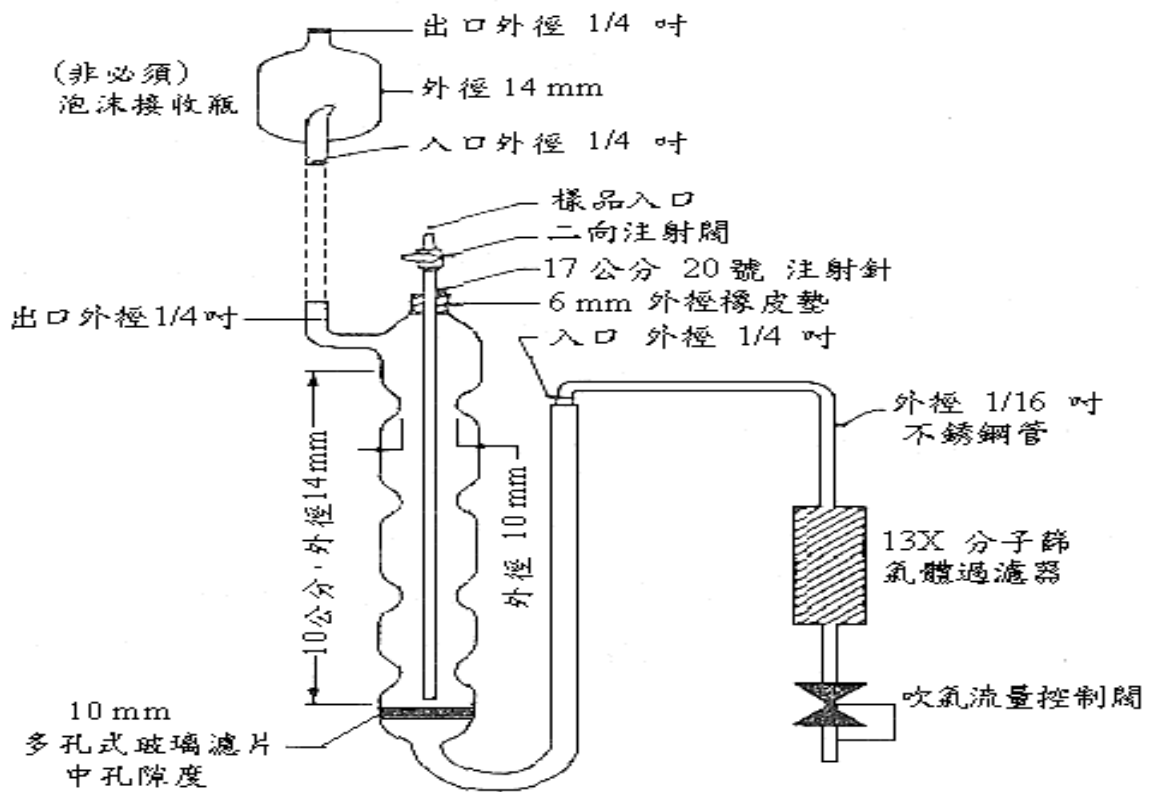
表二 高濃度土壤/底泥分析時甲醇萃取液的需用量

濃度範圍 (µg/kg)	甲醇萃取液體積 ^a (µL)
500~ 10,000	100
1,000~ 20,000	50
5,000~100,000	10
25,000~500,000	1/50 稀釋液 100 ^b

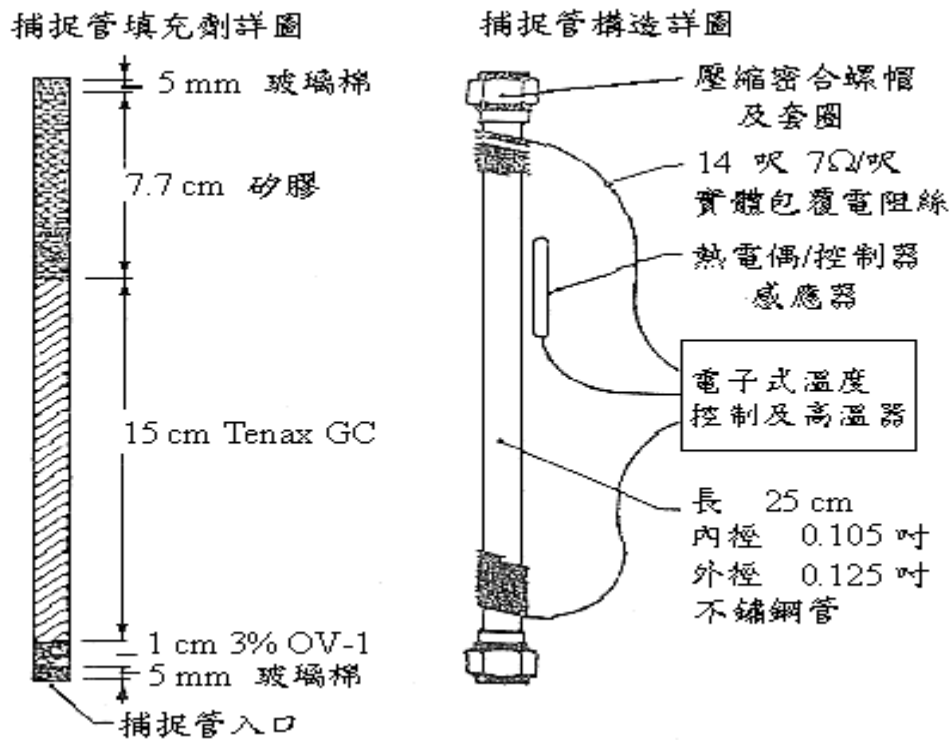
若濃度超過本表內範圍，計算適當的稀釋倍數。

a 必須以固定體積之甲醇溶液加入 5 mL 純試劑水中，進行吹氣步驟，因此，不論真正取用多少甲醇萃取液，都必須保持最後加入 5 mL 注射針筒中的甲醇溶液總體積為 100 µL。

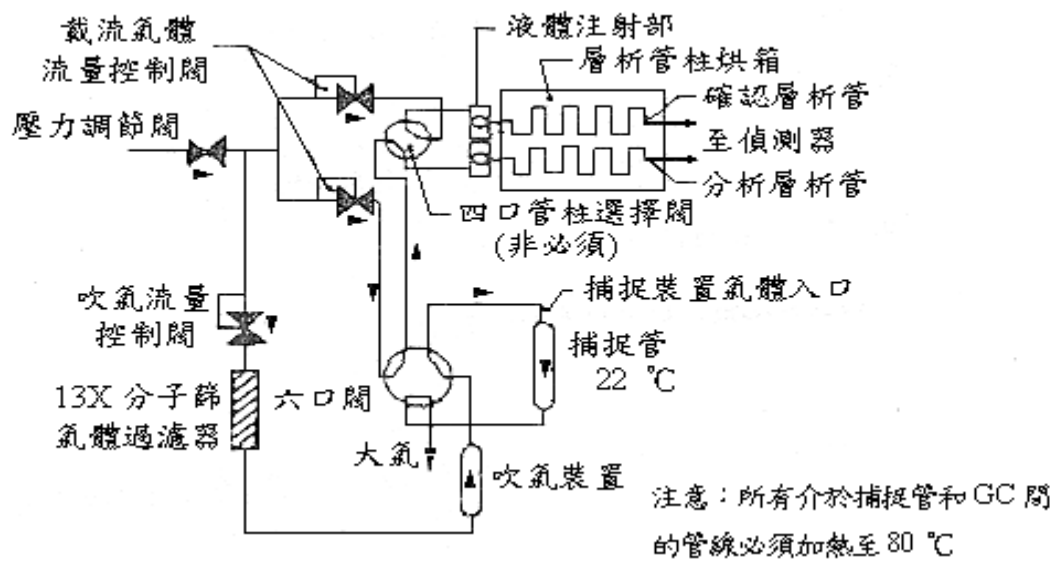
b 取部分甲醇萃取液稀釋後，再取 100 µL 進行分析。



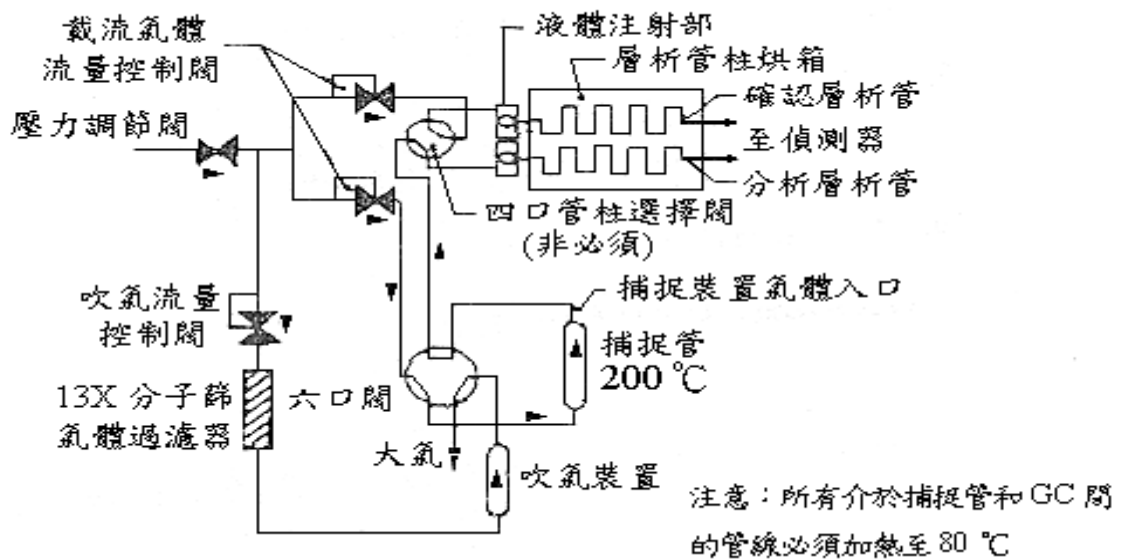
圖一 吹氣裝置構造圖



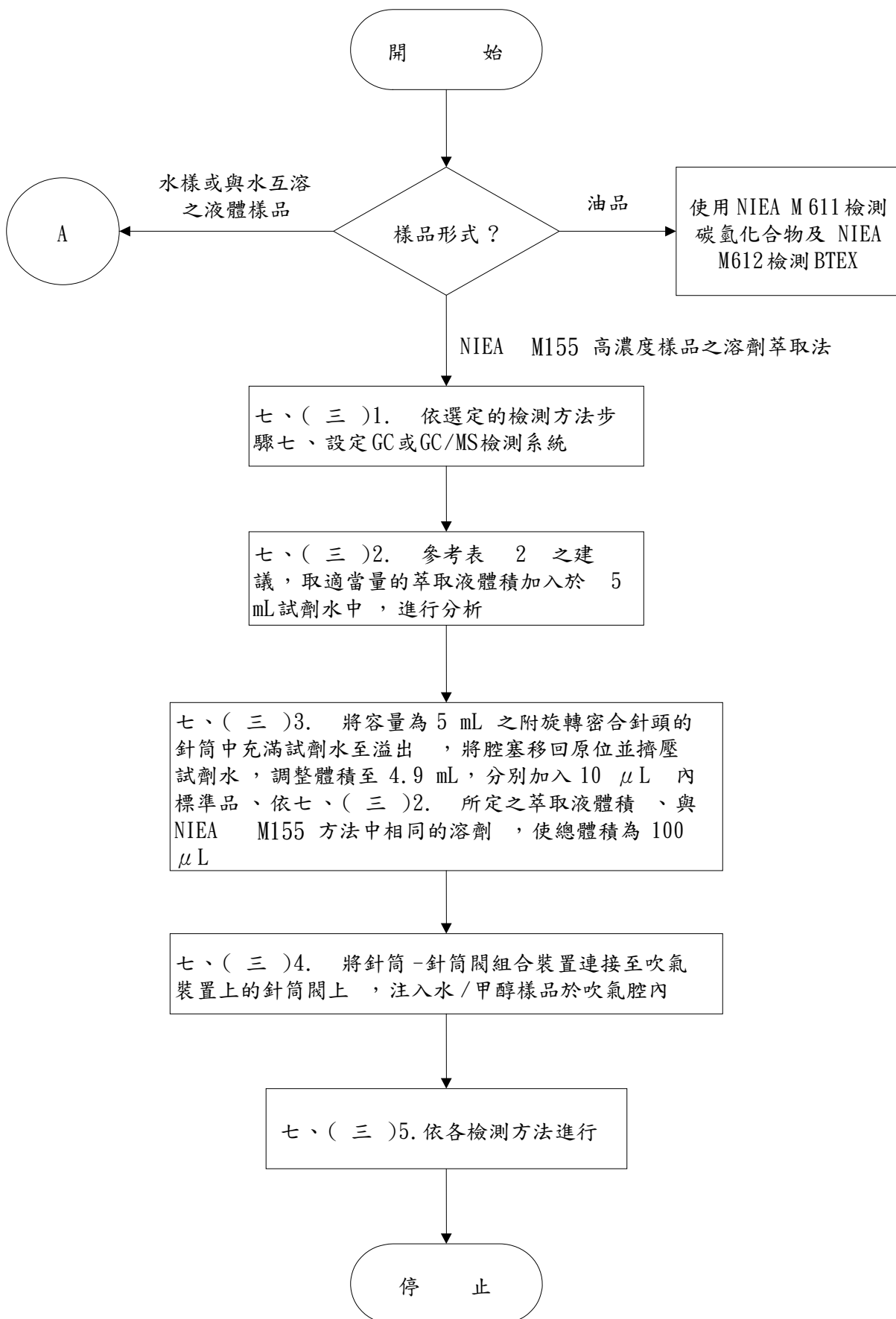
圖二 包含脫附功能之捕捉管填充劑及構造圖



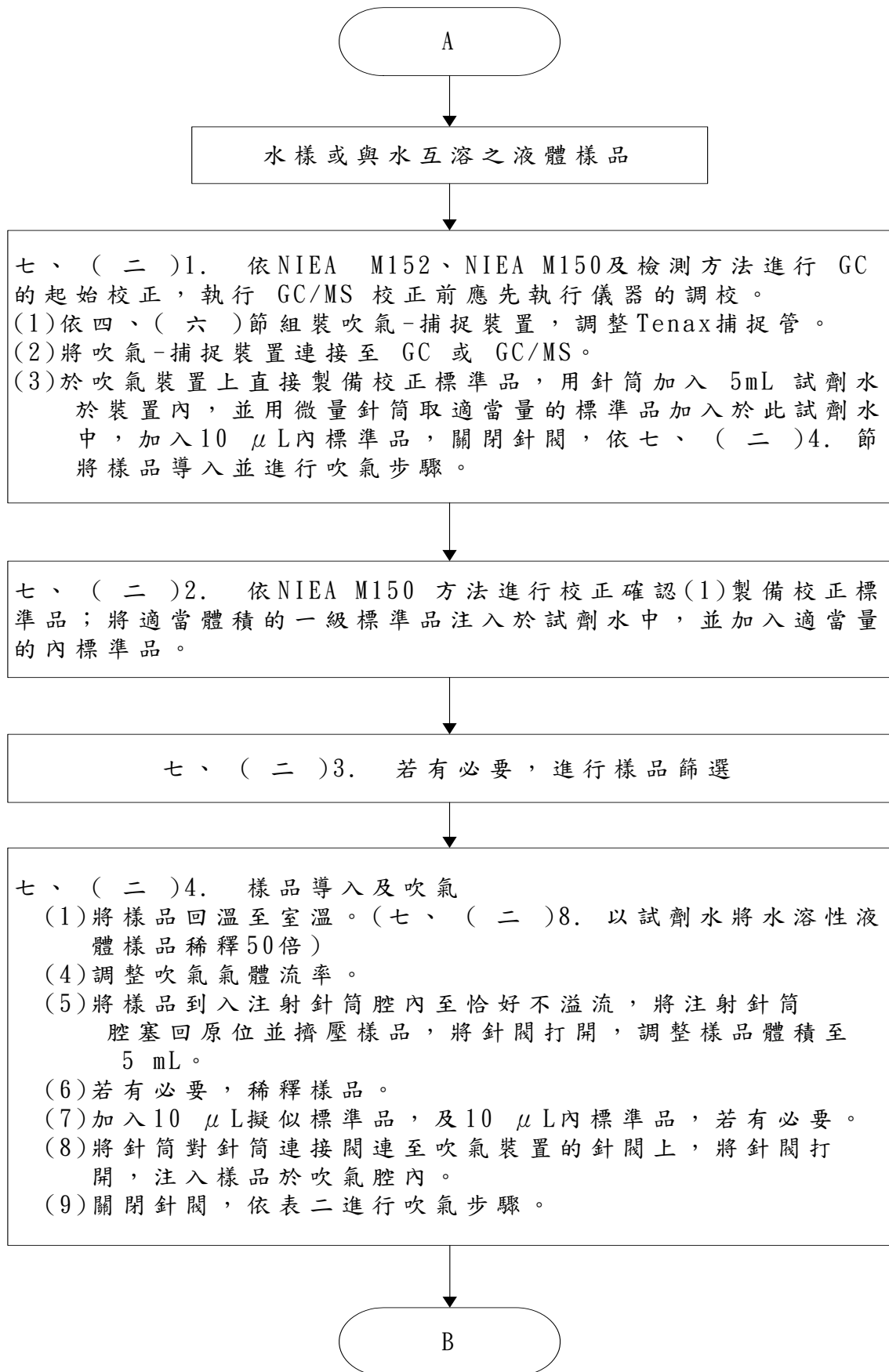
圖三 吹氣捕捉裝置系統吹氣功能圖



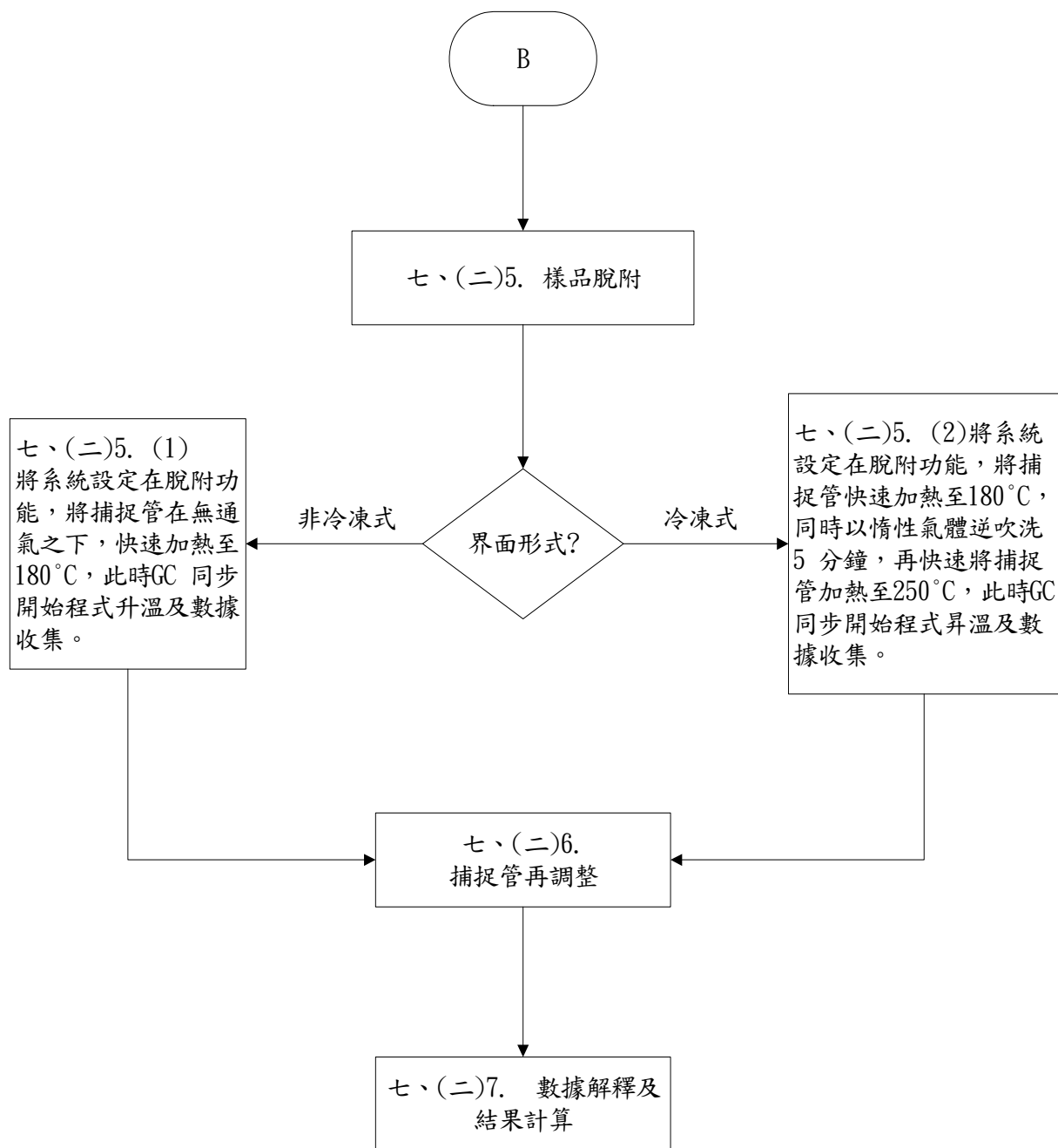
圖四 吹氣捕捉裝置系統脫附功能圖



樣品製備與萃取方法-吹氣捕捉法流程圖



樣品製備與萃取方法-吹氣捕捉法流程圖(續 1)



樣品製備與萃取方法-吹氣捕捉法流程圖(續 2)