

默克純水報 H₂O 教室



親愛的純水用戶：

您好。

本期的內容是「純水品質對於化學分析結果的影響」系列的最後一篇，本期將針對 GC/MS, ICP 以及 ICP-MS 等儀器在進行分析時，對於水質的要求。

下期開始將針對生物實驗，進行純水品質對於實驗結果影響的討論。

感謝您的閱讀，也希望這篇文章對您的實驗有所幫助！



默克密理博事業體
純水技術處 敬上

第一期

「純水水質對於化學分析結果的影響」¹ (下)

2012. 6. 8

VOC與環境荷爾蒙分析 (GC/MS) 對水質的要求

揮發性有機化合物 (Volatile Organic Carbon, VOC) 與內分泌干擾物質 (環境荷爾蒙) 經常來自於工業製造流程的排水。由於這些成份對生物體具有毒性，且影響久遠，所以必須根據廢水排放標準與環境標準來進行嚴格的管理。由於這些物質在極低濃度就會對人體產生毒性，因此對相關樣品的檢測靈敏度要求在ppt等級，甚至更嚴格。

1) 適合 VOC 和環境荷爾蒙分析的超純水的精製

GC/MS 與 LC/MS 經常用於 VOC 和環境荷爾蒙分析，超純水在其中一般被作為樣品稀釋與空白溶液來使用。有機物因紫外線照射而產生氧化分解作用，然後使用吸附力強、純度高的活性碳來加以去除 (圖 1)。超純水系統使用了許多高分子材料，這些材料均是經過低溶出物實驗篩選過的。

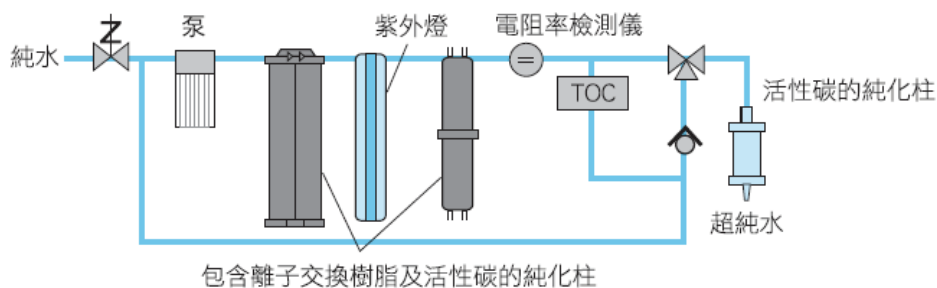


圖 1 使用活性碳純化管柱的超純水裝置的流程圖

輸血袋與醫療用輸液軟管經常以聚氯乙烯 (PVC) 作為材質，當與脂溶性的化學試劑接觸時，就可能造成環境荷爾蒙酞酸酯 (Phthalic Ester) 的溶出，因此，必需對此成份予以監測。其相關實驗方法記載於「日本醫藥安全法1017002號中：」「(7) 純化水應使用 Millipore 公司水純化系統產水」。這是因為，若使用裝有紫外燈與活性碳純化管柱的水純化系統，就能夠不受到環境影響而獲得水質優良的超純水。此外，由於VOC的分析極易受到實驗操作環境的污染，關於超純水的取水方式也要非常小心。

2) 使用市售瓶裝水時的注意事項

VOC 分析雖可使用瓶裝水作為空白溶液，但由於所使用的寶特瓶 (PET) 具透氣性，若存放於實驗室，即使不開封也可能受到污染。為此，我們將瓶裝水存放於每週使用一

次二氯甲烷的實驗室 (環境 A: 42 ppb) · 分析 1 個月後瓶裝水中的二氯甲烷含量 · 分析結果可見：的確有些樣品遭到污染 (表 2) · 也就是說 · 若使用瓶裝水作為空白溶液 · 應注意保存時是否會受到環境的污染。

Lot	保存前	1個月後
A	< 0.01	< 0.01
B	< 0.01	0.95

存放環境：二氯甲烷濃度 42 ppb

表 2 在實驗室中保存的瓶裝水被污染的情形

微量元素分析 (ICP、ICP-MS) 對水質的要求

ICP、ICP-MS 幾乎可以有效的分析所有元素 · 因此被廣泛的使用於半導體產業、核子工業領域 · 以及環境樣品的元素分析 · 尤其是 ICP-MS · 由於可以進行極微量的元素分析 · 所以使用的超純水中的元素含量必須控制在極低的背景濃度。

1) 適合微量元素分析的超純水的精製

超純水系統的純化方法中 · 用來去除離子的是離子交換樹脂 · 因此維持樹脂的交換能力是很重要的 · 離子交換樹脂除了會因為官能基飽和造成去除能力降低外 · 樹脂表面也會發生有機物與微生物的附著 · 所以在離子交換樹脂的前期處理程式中 · 最好能使用紫外燈來氧化分解有機物質 · 以防止樹脂被污染 (圖 2) · 此外 · 為了及早發覺樹脂的劣化 · 可以在前段的離子交換樹脂後裝上電阻率檢測儀 · 以檢測水質的變化 · 這種超純水系統的組合 · 對水中所含元素的檢測靈敏儀度可達 ppt 等級。

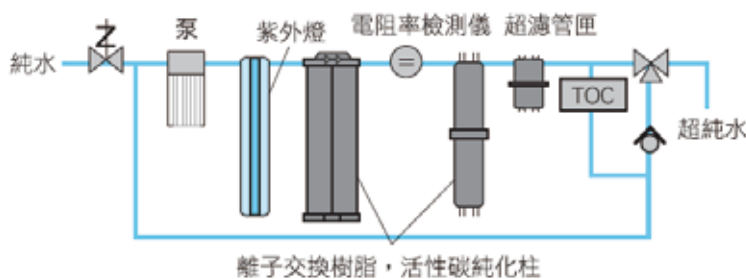


圖 2 使用紫外燈的超純水系統能夠有效提升離子去除的能力極限

在影響 ICP-MS 分析實驗的諸多因素中 · 最主要的是容器的清潔度以及材料本身的化學溶出 (extraction) 這兩個因素 · 我們進行超微量無機離子分析時 · 必需使用高純度且金屬離子溶出低的容器 · 關於其它的技术問題 · 如噴霧器產生氣泡現象 · 以及 K、Ca 等離子的檢測訊號會受到 Ar 的影響等 · 可使用能夠去除水中溶解氣體的技术來解決。

2) 純水品質對微量元素分析 (ICP, ICP-MS) 分析的影響²

純水雖然不會使用於分析的階段，但樣品製備、空白及標準樣品的準備，皆需高品質的超純水。因此，選擇的水需至少符合以下兩點基本特性：

- 避免會影響欲分析金屬之物質的干擾
- 使儀器於最佳分析狀態運作，例如：減少 ICP-MS 的污染
- 因實驗用水於整個分析過程早期即被使用，水中可能有的污染可能會被帶到後續的分析，甚至影響分析的過程及結果。因此，用水的品質是非常重要的。

3) 影響純水品質因素的探討²

- 不含微量元素的純水

任何水中的微量金屬元素皆有可能影響分析的過程。除了比電阻值 18.2 MΩ.cm 的基本要求外，亦應注意在整個水純化過程，不會有離子的釋出。方法可以包括使用離子交換樹脂防止離子的釋出，或一終端過濾器用以吸附微量的金屬。水純化管路及閥門的精選亦會避免高純度純水被汙染的可能性。

- 顆粒

為避免噴霧器的破壞，顆粒必須去除。金屬以可能依附在顆粒上而影響分析。水質純化出水口放置一 0.1 μm 的濾膜，可阻止水純化過程顆粒的釋放。

- 有機物的降低

大量的有機物質會吸附於噴霧器的內壁，使致必須經常清洗。另外，有些金屬會與有機物複合，例如鉑、汞、錫、鈹等，會與有機物分子某一部分形成共價鍵結。為確保這些元素於水中含量降到最低，上述鍵結必須打斷，並將金屬予以去除。光氧化作用即可用來降解有機物，釋放於水中的金屬分子隨即可被離子交換樹脂去除。另外，活性碳亦可吸附有機物並減少水中總有機物的含量。

- 細菌

將水中細菌的含量降至最低亦很重要。細菌可以釋出離子，另細菌本身亦可被視為一種顆粒。因此，它們亦可能干擾欲分析的離子，且破壞噴霧器的功能。水純化過程中有許多方式可以控制降低細菌的含量。取水點上設置 254 nm 波長殺菌紫外燈及終端過濾器，即是其中一個很有效的方法。

4) 如何選擇適當的超純水系統做為 ICP-MS 的分析應用? 有幾個因素需要考量:²

- 分析方法
- 您實驗室分析方法所需用水量

- 分析方法的偵測極限 (detection limits)
- 實驗室的條件
- 純水系統需做確效與否
- 您實驗室純水系統的供水來源
- 實驗室日常所需純水及超純水用量
- 實驗室可擺放純水機台的空間
- 線上即時監控系統: 確保純水品質保持在正常規格範圍內
- 您實驗室中有多少其他亦倚賴超純水的分析或應用實驗?
- 您實驗室分析或應用實驗將來可能的擴展或升級

ICP-MS 分析實驗的困難排除 (trouble shooting)

超純水系統的檢查重點

- 是否使用 RO 水、蒸餾水或是離子交換樹脂水作為進水? 據報告指出, 若使用這些水作為進水, 短時間內就會因離子負荷過重, 使超純水純化管柱的壽命縮短而水質變差。
- 超純水系統的取樣口與分析儀器是否設置於無塵室或無塵操作臺? 這些是能夠把污染控制在最小範圍的實驗環境。
- 超純水系統的耗材是否有定期更換?
- 超純水系統是否已長時期停止使用? 長時間不用水時也應保持超純水系統中的水能進行內部循環及定期排水, 以保持水質。長時期停用後重新使用前, 應將所有耗材一起更換。
- 自來水中的硼含量是否過高? 硼是一種即使是超純水系統也很難去除的元素, 如果自來水中的硼含量超過 500 ppb, 一般非專業的純水系統的產水就很容易有硼含量過高的情形。
- 更換新的耗材之後, 請按照正確的操作程序開始, 以確保新耗材能充分發揮性能。

取水時的檢查重點

- 取用超純水前是否將初期純水充分的排放過? 因為超純水系統經過數小時停止取水後, 會從取水口外部發生逆向污染, 滯留在取水口的水也會使管線成份溶出, 使水質無法達到要求。所以取水初期至少應排放一公升的水量, 進行超微量分析時排水量應該更多。
- 取水時是否讓超純水穩定的進入純水容器? 取水時若製造太多的氣泡, 會導致空氣中的污染物質混入水中。
- 取水後是否立即使用或進行分析檢測?

ICP-MS 的檢查重點

- 分析儀器是否經合適的調整 (微調) 而運作? K、Ca、Fe 等元素由於容易受到 Ar 離子的影響, 因此分析時需要微調。此外, 一般認為較不易因微調而產生敏感變化的B 分析, 經過程度上的微調後其背景值甚至可以產生10 倍左右的變化。關於系統微調, 請向分析儀器生產廠商詢問。
- 噴霧器 (Nebulizer) 的運作是否正常? 進行易受 Ar 離子影響的元素分析時, 靈敏度會因為噴霧的狀態不同而改變。
- 進入分析儀器的管路是否使用易有溶出物的材質? 輸入系統若是使用蠕動泵, 就可能經由管路造成污染。
- 是否使用自動取樣器? 自動取樣器也是一個造成污染的來源。

對分析時所使用容器的檢查重點

- 所使用試劑的純度, 屬於超微量分析級嗎? 試劑開瓶後是否存放於不受污染的環境中?
- 取水容器的材質是超純淨材質 (PFA、PTFE) 嗎? 容器是否進行了充分的酸洗?
- 容器在保存時是否裝滿了高純度的酸溶液? 容器內壁的離子溶出程度是否保持在最低範圍?
- 用於稀釋的吸管 (tip) 是否足夠清潔?

1 資料來源: 超純水及其實驗室應用 · Merck Millipore · P. 52-55

— 待續 —



默克密理博事業體
純水技術處
www.merck-millipore.com

Merck Millipore is a division of 