

水中油脂檢測方法—液相萃取重量法

中華民國 108 年 1 月 18 日環署授檢字第 1080000330 號公告
自中華民國 108 年 5 月 15 日生效
NIEA W506.22B

一、方法概要

水中油脂經正己烷萃取後，將經無水硫酸鈉除水之有機層收集至燒瓶中，蒸餾及烘乾後將餘留物稱重，即得總油脂量；將總油脂溶於正己烷，以活性矽膠吸附極性物質，過濾蒸餾並烘乾稱重，即得礦物類油脂量；總油脂量與礦物類油脂量之差，即為動植物性油脂量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、地面水體、地下水體、放流水及廢（污）水中油脂之檢測。

三、干擾

- (一) 任何可溶解於正己烷溶劑中之元素硫、複雜的芳香族化合物、含氮、硫和氮之碳氫化合物以及某些有機染料可能會一併被萃取出而被誤判為油脂。
- (二) 低沸點（小於 85°C）之油脂類物質在蒸餾及烘乾過程中易漏失，以致水樣中油脂量之測值將較實際值為低。
- (三) 重油中的殘留物可能含有相當多無法萃取之物質。
- (四) 有些樣品基質於萃取時，會增加有機層中之含水量，當有機層流經乾燥管，若含水量超過無水硫酸鈉之去水能力，無水硫酸鈉會溶解而流入燒瓶中，於蒸餾烘乾後，將於燒瓶中析出，而造成正干擾。此時，於燒瓶加入 30 mL 正己烷再次溶解油脂，以經正己烷潤濕之濾紙過濾並收集濾液，再淋洗燒瓶 2 次，洗液一併收集至濾液中，繼續依步驟七、（一）8 至 10 完成蒸餾及烘乾稱重。
（註1）
- (五) 於檢測礦物類油脂時，若矽膠粉末穿過濾紙將會形成正干擾，此時須使用較細孔徑之濾紙。
- (六) 重量法易受環境濕度之影響而使稱重結果產生誤差，故從乾燥器中取出稱重時，動作宜迅速，避免在空氣中曝露太長時間。

四、設備與材料

- (一) 乾燥管：裝有約 10 g 無水硫酸鈉。
- (二) 蒸餾回收裝置：如圖一所示，亦可使用減壓濃縮機或其他溶劑回收裝置。
- (三) 烘箱。
- (四) 乾燥器。
- (五) 分液漏斗：2 L。
- (六) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (七) 燒瓶：200 mL。
- (八) 磁石攪拌器。
- (九) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。
- (十) 水浴：能控制溫度於 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- (十一) 真空抽氣機或其他抽氣設備。
- (十二) 冰水浴。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有干擾物質之蒸餾水或去離子水。
- (二) 1 + 1 鹽酸：將 1 體積之濃鹽酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。
- (三) 1 + 1 硫酸：將 1 體積之濃硫酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。
- (四) 正己烷：殘量級。
- (五) 無水硫酸鈉 (Na_2SO_4)：分析級。
- (六) 矽膠 (Silica gel)：100 mesh 至 200 mesh， $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 乾燥 24 小時後，置於乾燥器或密封容器內備用。
- (七) 十六烷 (Hexadecane)：純度 98% 以上。
- (八) 硬脂酸 (Stearic acid)：純度 98% 以上。

(九) 十六烷 / 硬脂酸標準溶液 (1 + 1)，製備於丙酮中，十六烷及硬脂酸濃度皆為 2000 mg/L，可依下列方式製備或購買市售標準溶液。

1. 稱取 $200 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ 硬脂酸及 $200 \text{ mg} \pm 2 \text{ mg}$ 十六烷於 100 mL 定量瓶，以丙酮定容至標線 (註 2)。
2. 溶解硬脂酸及十六烷，且溶液在室溫冷卻至體積回復標線後，將溶液轉移至 100 mL 至 150 mL 具鐵氟龍裡襯且附螺旋蓋之瓶中，旋緊瓶蓋，於瓶上標示液面位置，室溫下貯存於暗處 (註 3)。
3. 使用前，確認瓶上液面標示，若有需要，以丙酮補充體積至標示處。加熱再溶解所有可見之沈澱物，惟在使用前，須將溶液在室溫冷卻至體積回復標線。
4. 溶液最長保存期限為 6 個月，若有變質或蒸發現象時應重新配製 (註 4)。

(十) 精密度與回收率標準品 (Precision and recovery standard)：移取 $10 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 十六烷 / 硬脂酸標準溶液至 950 mL 至 1050 mL 試劑水中，十六烷及硬脂酸之濃度皆約 20 mg/L。

六、採樣與保存

- (一) 以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣，採樣前廣口玻璃瓶先以清潔劑清潔，於清水洗淨後再以正己烷淋洗，以去除干擾物質。
- (二) 採樣時，水樣不得溢出樣品瓶且不得分裝樣品。檢驗時需全量分析。
- (三) 水樣取樣量一般約為 1 L，若預期樣品濃度大於 1000 mg/L，按比例減少取樣量。
- (四) 若水樣於採樣後 2 小時內無法分析，以 1 + 1 鹽酸或 1 + 1 硫酸酸化水樣至 pH 小於 2，並於 $4^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 冷藏，於此條件下，可保存 28 天。

七、步驟

- (一) 總油脂

1. 首先於樣品瓶上標示水樣之位置，以便事後測量水樣體積（註5）；若採樣時未加酸保存，則以1+1鹽酸或1+1硫酸酸化水樣至pH小於2（一般而言，每1L水樣加5mL即足夠）。
2. 將水樣倒入2L之分液漏斗中。
3. 用30mL正己烷淋洗樣品瓶然後倒入分液漏斗中。
4. 先用手搖動分液漏斗數下將氣體排出，然後振搖2分鐘。
5. 靜置分層後，將有機層流經乾燥管，收集於200mL燒瓶。
 - (1) 乾燥管內裝有約10g無水硫酸鈉，並先以正己烷潤濕。
 - (2) 燒瓶使用前，須先放入 $90^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 之烘箱中烘約10分鐘，取出放入乾燥器中冷卻後稱重並記錄之（至0.1mg）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後2次重量差小於0.5mg，此為空瓶重。
 - (3) 若萃取層不乾淨時，可在乾燥管上方放置漏斗，並鋪上經正己烷潤濕之濾紙將雜物濾出，以免影響重量。
6. 重複步驟3至5之萃取步驟2次，並合併萃取後之有機層。
7. 再以約10mL至20mL正己烷加入分液漏斗內，沖洗分液漏斗後，移入乾燥管中一併收集於燒瓶內。
8. 燒瓶內之正己烷，在 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴上蒸餾（正己烷可回收使用）並乾燥之，最後以真空抽氣機抽氣1分鐘。（註6、註7）
9. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 之烘箱內10分鐘。
10. 取出燒瓶，放入乾燥器中冷卻後稱重並記錄之（至0.1mg）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後2次重量差於小於0.5mg，此為空瓶重加油脂量。（保留燒瓶及內容物以測定礦物類油脂）。

（二）礦物類油脂

1. 加入 100 mL 正己烷於檢驗總油脂之燒瓶，以溶解油脂，或將水樣依步驟七（一）1 至 7 操作。
2. 於燒瓶中每 100 mg 總油脂加入 3.0 g 矽膠（最多加入 30.0 g 矽膠（1000 mg 總油脂）），加栓後以磁石攪拌器攪拌 5 分鐘。
3. 以先用溶劑潤濕之濾紙過濾，收集濾液於已稱重之燒瓶內，再以 10 mL 正己烷洗滌濾紙及燒瓶，洗液併於燒瓶內。
4. 依七、步驟（一）8 至 10 操作。

八、結果處理

$$(一) \text{ 總油脂量 (mg/L)} = \frac{A \times 10^6}{V}$$

A：檢驗總油脂燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

$$(二) \text{ 礦物類油脂量 (mg/L)} = \frac{B \times 10^6}{V}$$

B：檢驗礦物類油脂燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

$$(三) \text{ 動植物性油脂量 (mg/L)} = C - D$$

C：總油脂量 (mg/L)

D：礦物類油脂量 (mg/L)

九、品質管制

- (一) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次精密度與回收率標準品分析，總油脂回收率應介於 78% 至 114%，礦物類油脂回收率應介於 64% 至 132%。
- (二) 空白樣品分析：每批次樣品或每 10 個樣品至少執行 1 次空白樣品分析，空白分析值應小於法規管制標準值的 5%。

十、精密度與準確度

(一) 單一實驗室以海水添加 40.16 mg/L 油脂品管樣品進行 16 次分析，其標準偏差為 ± 1.7 mg/L，平均回收率為 101%。

(二) 單一實驗室執行精密度與回收率標準品分析 ($n = 4$) 結果如表一所示。

十一、參考資料

(一) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd ed., Method 5520-oil and grease-A,B,F pp.5-41~5-47, 2017.

(二) U.S. EPA. n-Hexane extractable material (HEM; oil and grease) and silica gel treated n-hexane extractable material (SGT-HEM; non-polar material) by extraction and gravimetry. Method 1664, Revision B, 2010.

(三) 行政院環境保護署，水中油脂檢測方法—固相萃取重量法 NIEA W507.50C，中華民國106年。

註1：為避免無水硫酸鈉於沖提液中析出之干擾，亦可使用市售溶劑相分離濾紙 (Solvent phase separation paper) 來取代無水硫酸鈉。

註2：溶液可能需要加溫以完全溶解硬脂酸，若有加溫，溶液使用前須在室溫冷卻至體積回復標線，因劇烈震盪所產生的熱會增加溶液體積，而導致低回收率，溶液加溫後至少冷卻 1 個小時可獲致較佳結果。

註3：十六烷 / 硬脂酸標準溶液可以分成數等份分裝於已知容量之瓶中，但仍須於瓶上標示液面位置，室溫下貯存於暗處。

註4：以移液管取 10 mL 標準溶液於已知重量之稱盤中，置於排煙櫃中蒸發至乾，增加之重量應為 $40 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ ，否則需重新配製。使用大口徑平滑壁之鋁稱盤可獲致較佳結果。

註5：於樣品瓶中加入試劑水至水樣標線，再以量筒量測試劑水之體積，此即為水樣體積。

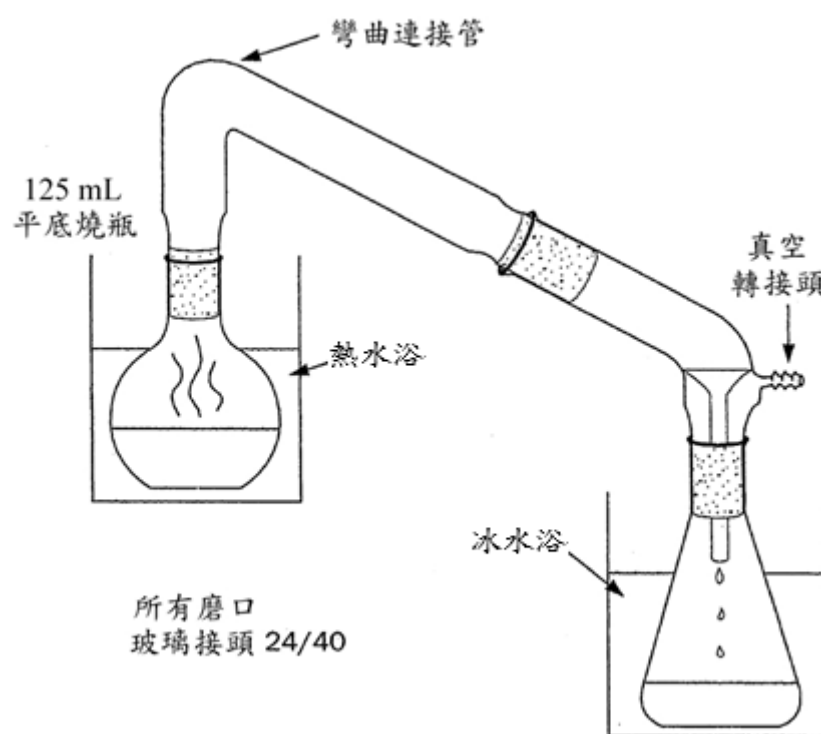
註6：除使用水浴蒸餾，亦可使用減壓濃縮機或其他方式回收正己烷，惟溫度不可超過 85°C 。

註7：若使用減壓濃縮機，水浴溫度以 40°C 為宜，避免沸騰，轉速不宜太快，大約為 60 rpm 至 80 rpm。

註8：廢液分類處理原則—本檢驗產生之廢液依一般無機廢液處理原則處理，產生之廢溶劑依一般不含氯廢溶劑處理原則處理。

表一 單一實驗室執行精密度與回收率標準品分析(n=4)結果

	總油脂			礦物類油脂		
	回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)
樣品1	94.8			89.7		
樣品2	90.8	91.2	2.6	87.7	87.2	2.1
樣品3	88.8			84.7		
樣品4	90.3			86.7		



圖一 蒸餾回收裝置示意圖