

超臨界流體萃取法

中華民國 93 年 9 月 17 日環署檢字第 0930068039 號公告
自中華民國 94 年 1 月 15 日起實施
NIEA M192.00C

一、方法概要

本方法係以超臨界流體作為萃取介質，萃取土壤、底泥、飛灰及其它可被一般溶劑萃取的固體樣品中之總可回收性石油碳氫化合物 (TRPHs) 及多環芳香族碳氫化合物 (PAHs)。萃取方法簡述如下：

- (一) 總可回收性石油碳氫化合物：將已知重量的樣品移至萃取容器中，然後以超臨界二氧化碳萃取樣品。萃取完畢後，被萃出的 TRPHs 依據所使用的 SFE 系統不同，收集在少量的四氯乙烯、異辛烷或其它適合後續分析方法的溶劑中，或者先收集在吸附材質上，之後再依據定量分析方法之需求以適當的溶劑沖洗收集之。
- (二) 多環芳香族碳氫化合物：此方法可分為三個階段。第一階段使用較低密度之純二氧化碳及以較低溫度萃取較高揮發性的 PAHs (More volatile PAHs)；第二階段在較高的溫度和流體密度的操作條件下萃取較低揮發性的 PAHs (Lesser volatile PAHs)；第三階段則是在清除系統中的修飾劑 (Modifier)。

上面所謂較高揮發性的 PAHs (第一階段) 及較低揮發性的 PAHs (第二階段)，兩種等級的 PAHs 只能作一個粗略的分類，依實際情況需視化合物種類及其在樣品基質中的含量而異。

二、適用範圍

- (一) 此方法適用於萃取條件 (如壓力、溫度、流速) 可調整至足以將總可回收性石油碳氫化合物或下列多環芳香族碳氫化合物從基質中分離之超臨界流體萃取系統。

化合物	Compound	CAS No.*
萘	Acenaphthene	83-32-9
萘烯	Acenaphthylene	208-96-8
蒽	Anthracene	120-12-7
苯(a)駢蒽	Benz(a)anthracene	56-55-3
苯(b)駢萘	Benzo(b)fluoranthene	205-99-2
苯(k)駢萘	Benzo(k)fluoranthene	207-08-9

苯(g,h,i)駢芘	Benzo(g,h,i)perylene	191-24-2
苯(a)駢芘	Benzo(a)pyrene	50-32-8
	Chrysene	218-01-9
二苯駢(a,h)蔥	Dibenzo(a,h)anthracene	53-70-3
苯駢芘	Fluoranthene	206-44-0
芴	Fluorene	86-73-7
節(1,2,3-cd)芘	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	193-39-5
萘	Naphthalene	91-20-3
菲	Phenanthrene	85-01-8
芘	Pyrene	129-00-0

*化學摘要服務註冊號碼

(二) 本萃取方法不適用於汽油等低沸點物質。

(三) 本萃取方法不適用於未經預先處理之液體樣品。未經處理的液體樣品可能在 SFE 設備的尾端被擠壓出來而無法進行萃取。對水溶液樣品可先利用固相萃取法 (Solid-phase extraction) 萃取，或者將樣品先經過一個固相萃取膜，再以 SFE 法將膜中的待測物萃取出來進行分析。

(四) 此方法應由受過訓練的分析人員或在專人督導下使用，每一分析人員應證明其有能力執行本方法。

三、干擾

(一) 分析人員必須證明在整個試劑空白樣品分析過程中，超臨界流體萃取系統沒有干擾物的存在。之後再使用一空瓶及已知的二氧化碳量在相同的條件下進行萃取，以測定背景污染物濃度。在進行試劑空白樣品檢驗時，如果玻璃棉、乾燥劑與樣品一起使用，則這些物質中之污染物濃度應該被計算在其中。

(二) 當在萃取高濃度樣品時，萃取容器 (Extraction vessel)、濾片 (Frit)、限流器 (Restrictor) 及多孔閥 (Multi-port valve) 可能會殘留樣品中的溶解物質。因此，在每次萃取之後要清洗萃取系統。當試劑空白樣品顯示有殘留物質時，則可能需要更換限流器。當儀器在使用時，每天至少要準備一個試劑空白樣品並進行分析。此外，每當萃取高濃度樣品之後 (濃度值在 ppm 以上範圍)，必須準備試劑空白樣品並且進行分析。如果試劑空白樣品在更換萃取容器及限流器後仍不斷顯示有污染物的存在，則多孔閥必須要清洗。

- (三) 當使用修飾劑時，要考慮到若收集區中的溫度低於所添加之修飾劑的沸點，則可能會引起部份修飾劑有凝結的情形。視儀器設備本身的設計和每次使用修飾劑的量不同，可能會因收集區的溢滿而造成待測物的損失。

四、儀器設備與材料

圖一為一個典型的超臨界流體萃取系統，包括有二氧化碳供應源、幫浦系統、萃接管、解壓裝置、待測物收集裝置、溫度控制系統以及全系統控制器。圖一左下方是一個液態二氧化碳鋼瓶，作為萃取流體供應之用。有些系統在萃取區的前端有一預熱區，以提供待測物基質立即達到超臨界溫度、壓力及密度條件。

- (一) 萃取容器：為一種兩端有端蓋，裝有 0.5 或 2 μm 濾片之不銹鋼容器。使用 SFE 系統的製造廠商所供給之萃取容器。萃取容器的配件必須能夠承受萃取時的高壓，一般萃取器的最大操作壓力為 500 atm。然而，有些等級之萃取器亦可耐更高的壓力值。必須先查明製造商所提供的萃取系統之最大操作壓力及溫度值，以確保萃取容器等級適用於該壓力及溫度。萃取器上需要有能防止過壓的安全裝置。當設備在高壓的情況下失效時，此裝置可發揮功能來保護實驗室人員可能遭受之傷害或儀器可能造成的損害。
- (二) 限流器：為一內徑 (ID) 50 μm ，外徑 (OD) 150 或 375 μm ，長 25 至 60 cm 未塗裝之熔矽管 (J&W Scientific 或同級品)。亦可使用其它的限流器。包括遞減式限流器 (Tapered restrictor)、靜態針孔式限流器 (Static pinhole restrictor)、濾片限流器 (Frit restrictor)、各種孔口式限流器 (Orifice restrictor)、捲曲金屬管 (Crimped metal tubing)、聚醚醚酮 (Polyether ether ketone, PEEK) 管等或是連續式可調速型的噴嘴限流器。分析者應確認萃取與收集的條件適合特定基質中的待測物，並諮詢製造商 SFE 系統中各種限流器設計的優缺點。
- (三) 收集裝置
1. 總可回收性石油碳氫化合物：萃出之 TRPHs 以裝有溶劑的樣品瓶或以吸附物質如十八烷鍵結矽膠 (Octadecyl-bonded silica, ODS)、不銹鋼珠等捕集。
 - (1) 當欲收集待測物在溶劑中時，讓限流器穿過樣品瓶的蓋子及墊片 (Septum)，並且將限流器尾端放置在距離樣品瓶底部 0.5 英吋的位置。樣品瓶的墊片必須要插入一根注射針，以避免

玻璃瓶中的壓力累積上升。

- (2) 當欲捕集待測物在吸附物質上時，應確保吸附劑上的分析物不致發生穿透 (Breakthrough) 的情形。升高溫度來進行分析物脫附，並以溶劑來移洗分析物。
2. 多環芳香族碳氫化合物：此萃取法是以在略低於週邊溫度或高於週邊溫度下的固體捕集系統為主。
- (1) 當欲收集待測物在溶劑中時，必須要注意此方法的有效性，特別是以溶劑收集時，會造成以 NIEA R813 「多環芳香族碳氫化合物檢測方法—高效能液相層析法」建議的分析條件下，前八個沖提出的 PAHs 化合物有回收率不佳的情形。可將玻璃棉塞在收集瓶管中提升回收率。一般建議收集溶劑之使用量為 15 mL。
 - (2) 當欲收集待測物在溶劑中時，經常使用直徑約 30 至 40 μm 的 ODS 顆粒填充於固相萃尿管柱中作為吸附劑。如果要使用其它物料作為吸附劑時，必須證明其與 ODS 具有相等的捕集效率。
- (四) 二氧化碳鋼瓶平衡設備 (選用)：如 White Associates 的平衡設備 (Catalog No. 30)，Scott Specialty Gases Model 5588D 或同級品，可用來監測流體的使用量。由於二氧化碳鋼瓶並無安裝調節器，無法得知何時該更換鋼瓶，因此這樣的設備很有用。二氧化碳的監測是選用的，如果要監測也可利用各種其它的方法進行。
- (五) 需要的工具包括：螺絲起子 (平板)、活動扳手、鉗子、切管器及小配件用的各種小開口扳手。

五、試劑

- (一) 所有檢測時使用的無機化合物必須是試藥級，若須使用其他等級試藥，則使用前必須確認該試藥的純度，不致降低檢測結果的準確度。
- (二) 不含有機物之試劑水。方法中所用的不含有機物之試劑水，是指試劑水中干擾物之濃度低於方法中待測物之偵測極限，可將自來水經由約 450 公克活性碳之吸附床去除水中有機物而得，或由純水製造系統製造不含有機物之去離子水，或將自來水煮沸 15 分鐘後，將水溫保持在 90°C 同時通入惰性氣體 1 小時以上。
- (三) 萃取用的二氧化碳 (液態或氣態)：超臨界流體層析 (SFC) 或者超

臨界流體萃取等級的二氧化碳皆可使用於 SFE 系統中。然而，SFC 等級的二氧化碳比 SFE 等級的二氧化碳含較多的雜質，因此可能不適用於微量分析。一般可由廠商的 SFE 系統的操作說明書查閱所需流體種類和鋼瓶結構。

- (四) 冷卻用的二氧化碳：在進行萃取時，萃取器的某些部份（如高壓泵的前端及分析物捕集器）必須要冷卻。用於冷卻的二氧化碳必須是乾燥（含水率小於 50 ppm）的，同時以導管供應。
- (五) 萃取與收集溶劑：
1. 二氯甲烷、異辛烷、甲醇等均應為殘量級或同級品。
 2. 四氯乙烯應為光譜級或同級品。
- (六) 銅粉（電解級）：用以去除樣品中的硫。使用前以稀硝酸去除氧化物，再用不含有機物之試劑水清洗以洗淨所有殘留的酸，隨後再用丙酮清洗並於氮氣吹氣之下乾燥。所添加的銅必須具有光澤的表面才能起作用。
- (七) 乾燥劑：無水硫酸鈉（12 至 60 mesh）、無水硫酸鎂、單結晶水硫酸鎂（Magnesium sulfate monohydrate）或矽藻土。
- (八) 矽烷化玻璃棉（Silanized glass wool）：使用前需要以高溫處理（在 400°C 烘 2 至 4 小時），以除去所有的碳氫化合物。
- (九) 修飾劑：另外以單獨的 HPLC 幫浦添加至超臨界流體中。修飾劑包括甲醇、水以及二氯甲烷（HPLC 級）等。如以 HPLC 分析，則萃取流體混合物為二氧化碳/甲醇/水，其比例為 95/1/4 (v/v/v)；若以 GC 或 GC / MS 分析則萃取流體混合物為二氧化碳/甲醇/二氯甲烷，其比例為 95/1/4 (v/v/v)。考慮到 4% 的水修飾劑會有殘留在捕集管中，對於氣相層析分離會有不良的影響。因此，當以 GC 或 GC / MS 分析時，95/1/4 (v/v/v) 的二氧化碳/甲醇/水的萃取流體組成要修改為 95/1/4 (v/v/v) 的二氧化碳/甲醇/二氯甲烷，部分 SFE 條件的參數也參照如第七節所描述作修正。
- (十) 置換溶劑（Reconstitution solvents）：SFE 系統固相捕集系統使用的置換溶劑與液相捕集系統相同。這些溶劑也是用來配製內標準溶液和外標準溶液。以 HPLC 分析時，所使用的置換溶劑為 50/50(v/v) 的乙腈/四氫呋喃混合液，此兩個溶劑皆為 HPLC 等級；以 GC/MS 分析時，則以 75/25 (v/v) 的二氯甲烷/異辛烷混合液為置換溶劑。
- (十一) 擬似標準品溶液（用於多環芳香族碳氫化合物）：建議使用的擬

似標準品有溴苯 (Bromobenzene) 及對四聯苯 (p-Quaterphenyl)。配製一個濃度為 10 g/L 的乙腈/四氫呋喃 (1:1, v/v) 的儲備溶液，添加 150 μ L 於萃取容器的固體樣品中。通常添加少量 (10 μ L) 的濃縮混合液 (100 至 1000 g/L) 會有較差的回收率；而添加較多的稀釋液至樣品基質中可得到較佳的回收率。

六、採樣及保存

參考本署公告之各相關檢測方法。

七、步驟

(一)總可回收性石油碳氫化合物

1. 樣品乾重百分比測定：當樣品測試結果須以乾重為計算依據時，則須於秤取樣品進行分析的同時，另外秤一份樣品做為含水率測定之用。可參照 NIEA S280 「土壤水分含量測定方法 — 重量法」或 NIEA R203 「廢棄物含水分測定方法 — 間接測定法」。乾燥用烘箱須放在抽風櫃中或抽氣設備中，嚴重污染有害之廢棄物樣品可能會造成明顯的實驗室污染。
2. 樣品前處理：
 - (1) 將樣品中的水層倒出並丟棄，柴枝、樹葉或石頭等物質亦丟棄，將樣品充分混合，尤其是混合 (Composited) 樣品。
 - (2) 秤取 3 g 的樣品於事先清洗過的鋁盤中，若樣品含水量超過 20%，可將乾燥劑 (如無水硫酸鎂或矽藻土) 加到樣品中，以增加孔隙度或吸收水分。單結晶水硫酸鎂也是很好的乾燥劑且其熱量的釋放很小 (與無水硫酸鎂比較)。因此，能使揮發性石油碳氫化合物的漏失減至最小。乾燥劑的使用量主要依樣品的水分含量而定。一般而言，使用量與濕的土壤及底泥的比率為 1:1。然而，樣品中某種程度的含水量 (最高 20%) 已被證實可增加在某些基質中的回收率。因此，如果樣品是乾燥的，則可添加水使其含水量達到約 20%。
 - (3) 如果乾燥劑已添加至樣品中，則將樣品和乾燥劑的混合物在最少頂空間下儲存於 4°C 數小時 (最好是隔夜)。為了達到可接受的待測物回收率，此額外的儲存時間是必要的。
 - (4) 將已秤重的樣品移至乾淨的萃取容器中。萃取容器的體積應與樣品體積相稱。使用玻璃棉支撐樣品於適當位置並且填滿容器空的部分 (也可以使用乾燥劑或乾淨的砂來填滿空的部

分)，在萃取容器尾端放入乾淨的濾片後將萃取容器放入烘箱中。

3. 樣品萃取

- (1) 在收集容器中裝入 3 mL 的四氯乙烯或其它適當的溶劑。
- (2) 將溫度及壓力分別設定在 80°C 及 340 atm，在依製造商說明書中的指示完成儀器的設定後，萃取樣品 30 分鐘。
 - (a) 也可在 150°C 下，壓力設定為大於或等於 340 atm，在氣體流速為 3500 至 4000 mL/min 的條件下，萃取樣品 25 分鐘。這樣的操作參數會在萃取的過程中將樣品乾燥。因此，對濕樣品而言，不需要額外乾燥。
 - (b) 為達到有效的待測物吸附，吸附捕集系統必須要維持在高於 0°C 的條件下。由於樣品中釋放出來的水分会通過限流器，因此限流器要能防止被水阻塞。
- (3) 萃取完成後，系統會自動轉移至平衡模式。此時，移除含有萃出物之收集容器。因為限流器出口尾端在二氧化碳的減壓時會產生 500 至 1000 mL/min 之氣體流速，使得部份收集溶劑在萃取的過程中揮發。然而，二氧化碳快速的膨脹產生冷卻作用會限制溶劑的散失，所以在經過 30 分鐘萃取後，約會有 2 mL 的溶劑殘餘量（使用四氯乙烯時）。為防止收集溶液凍結，將收集容器瓶放置在裝有溫水（約 25°C）的燒杯中，然後將萃取液定容至所需的體積或是進一步濃縮。若需再行濃縮步驟，則使用 K-D 濃縮技術或氮氣吹除技術進行。濃縮程序必須在化學抽氣櫃中執行以避免實驗室的污染。
- (4) 將萃取液以適當的檢測方法進行分析。

4. SFE系統之維護

- (1) 依製造商之操作說明書指示進行系統減壓。
- (2) 當焦油性樣品（Tarry sample）萃取後，萃取容器之濾片須置換，以確保有足夠的萃取流體通過限流器。此外，當樣品中有很小的微粒存在時，會阻塞濾片，則濾片亦須置換。
- (3) 每次操作後應清洗萃取容器。清洗的步驟依樣品的種類而定。當萃取樣品由萃取容器中被移除後，容器應以離子性清潔劑、水及刷子刷洗；當油性樣品萃取後，應以溶劑淋洗或以超音波水浴清洗萃取容器。

- (4) 已知樣品中含有硫元素時，則以銅粉去除溶在流體中的硫。銅粉（每個樣品約使用 1 至 2 g）可裝在另一個萃取容器而與樣品萃取容器的出口端相連接，或者直接與樣品混合，或者將銅粉塞在已放有樣品的萃取容器中。如此可在含有待測物的二氧化碳氣流到達限流器前，將所有被二氧化碳萃取出來的硫去除。
- (5) 注射幫浦清空的步驟依所使用的流體種類而定。以二氧化碳的案例而言，由於它在常溫常壓下為氣態，所以只需要將其經由吹除閥排放至化學抽氣櫃即可。抽氣幫浦清空的步驟依製造商之說明書指示操作。
- (6) 更換裝有注射泵系統之氣體供應鋼瓶時，必須依步驟七、(一)、4、(5)要清空注射幫浦。在清空步驟完成後，活塞會伸展到最長的狀態，注射泵的出口閥及吹除閥將會打開。接著進行下列步驟：
 - (a) 連接新的氣體鋼瓶至注射幫浦的入口並且開啟氣體供應閥。
 - (b) 開啟幫浦的入口閥。新的氣體將經由入口管線進入注射幫浦，並且由排氣口排出。
 - (c) 關閉注射幫浦之出口閥、排氣孔/吹除閥。
- (7) 限流器之移除與安裝：依製造商之說明書指示。當使用有塗裝熔砂的限流器時，在每次的操作後可能要更換新的限流器，尤其是萃取被重油污染的樣品時。

(二) 多環芳香族碳氫化合物

1. 樣品乾重百分比測定：同七、(一)、1。
2. 樣品前處理：同七、(一)、2、(1)。
3. 樣品研磨（Grinding）及均勻化（Homogenization）：樣品的研磨在 SFE 過程中是個重要的步驟。土壤或固體樣品必須磨成細小的顆粒以確保萃取效率。
 - (1) 將至少 100 g 的樣品與等體積的萃取級二氧化碳固體混合。混合後樣品放置於一小型的磨碎機中研磨一分鐘，再將磨碎後樣品置於一乾淨表面使二氧化碳昇華。當樣品出現自由流動（Free-flowing）且無固體二氧化碳存在的情況下，馬上進行樣品秤重並且將其置入萃取容器中。此步驟可在無揮發性

待測物損失的情況下，確保樣品的均勻度，並維持樣品原有之含水率。

- (2) 秤取 2 至 3 g 的均勻樣品於事先清潔過之鋁盤中。如果樣品的含水率超過 50%，則在萃取容器出口端的濾片後添加一段無水硫酸鈉 (1 至 2 g)。注意不可直接添加任何乾燥劑於樣品中，因為這個方法需控制整個流程中水分的添加量，任何的乾燥劑都將干擾此萃取程序。
- (3) 若已知樣品中含有硫，則添加銅粉以去除溶在流體中的硫。銅粉可裝在介於萃取容器與限流器間另一不同的容器中，如與樣品混合加在萃取容器中更佳。或者也可以將一段銅粉放置在萃取容器中樣品之後，出口濾片 (Exit - frits) 之前。
- (4) 將一半的已秤重樣品移至萃取容器中，添加 150 μL 的擬似標準品溶液於容器中的樣品，再加入另一半剩餘的樣品。為確保萃取效率，非常重要的一點是確認萃取容器為完全充滿而不存在餘腔 (Dead Volume)，如果有餘腔存在時，須以惰性物質、多孔性物料等物質將空間充滿。

4. 樣品萃取

此節同時涵蓋 HPLC 及 GC (包括 GC/MS) 兩種分析方法所建議的萃取參數。

當樣品含水率介於 10 至 50% 時，GC 或 GC/MS 分析所使用的二氧化碳/修飾劑具有更加的萃取效率；如果樣品含水率低於 10% 時，在樣品置入萃取容器前，每克的樣品須添加 0.5 mL 的水。

(1) 下述第一階段 (高揮發性 PAHs 收集) 的條件：

(a) 萃取

壓力：	1750 psi (120 bar)
密度：	0.30 g/mL
萃取室溫度：	80°C
萃取流體組成：	二氧化碳
靜態平衡時間：	10 minutes
動態萃取時間：	10 minutes
萃取流體流速：	2.0 mL/min

通過萃取管的萃取流體和萃取管體積的比值 (Thimble -

volumes - swept) = 9.1 (此值與在參考溫度為 4°C，密度為 0.96 g/mL 下 20 mL 的液體二氧化碳或 19.2 g 的二氧化碳相當)。

(b) 收集 (萃取期間)

捕集系統填充質： ODS
捕集溫度： -5°C
噴嘴溫度： 80°C (各種限流器)

(c) 收集萃取物之置換 (Reconstitution)

HPLC 之淋洗溶劑： 50/50 (v/v) 乙腈/四氫呋喃
GC 之淋洗溶劑： 75/25 (v/v) 二氯甲烷/異辛烷
收集溶劑體積： 0.8 mL
捕集溫度： 60°C
噴嘴溫度： 45°C (各種限流器)
淋洗溶劑流速： 1.0 mL/min

(2) 下述第二階段 (低揮發性 PAHs 收集) 的條件：

(a) 萃取

壓力： 4900 psi (338 bar)
密度： 0.63 g/mL
萃取室溫度： 120°C
HPLC 分析方法用萃取流體： 95/1/4 (v/v/v)
二氧化碳/甲醇/水
GC 分析分法用萃取流體： 95/1/4 (v/v/v)
二氧化碳/甲醇/二氯甲烷
靜態平衡時間： 10 minutes
動態萃取時間： 30 minutes
萃取流體流速： 4.0 mL/min

通過萃取管的萃取流體和萃取管體積的比值 (Thimble - volumes - swept) = 25 (此值與在參考溫度為 4°C，密度為 1.06 g/mL 下 120 mL 的液體二氧化碳或 127 g 的二氧化碳相當)。

(b) 收集 (萃取期間)

捕集系統填充質： ODS
捕集溫度： 80°C

噴嘴溫度： 80°C (各種限流器)

(c) 收集萃取物之置換：無。

(3) 下述第三階段 (最終修飾劑之吹除) 的條件：

(a) 萃取

壓力： 4900 psi (338bar)
密度： 0.63 g/mL
萃取室溫度： 120°C
萃取流體組成： 二氧化碳
靜態平衡時間： 5 minutes
動態萃取時間： 10 minutes
二氧化碳流速： 4.0 mL/min

通過萃取管的萃取流體和萃取管體積的比值 (Thimble - volumes - swept) = 8 (此值與在參考溫度為 4°C, 密度為 1.06 g/mL 下 40 mL 的液體二氧化碳或 42.4 g 的二氧化碳的值相同)。

(b) 收集 (萃取期間)

捕集系統填充質： ODS
捕集溫度： 80°C
噴嘴溫度： 80°C (各種限流器)

三個階段總共消耗 188.6 g 的二氧化碳。

(c) 收集萃取物之置換

HPLC 分析方法用之淋洗溶劑：50/50 (v/v) 乙腈/四氫呋喃

GC 分析方法用之淋洗溶劑：75/25 (v/v) 二氯甲烷/異辛烷

收集溶劑體積： 0.8 mL

HPLC 分析方法用之捕集溫度： 80°C

GC 分析方法用之捕集溫度： 60°C

噴嘴溫度： 45°C (各種限流器)

淋洗溶劑流速： 1.0 mL/min

(4) 合併萃取液體積共為 1.6 mL, 將萃取液使用適當的檢測方法進行分析。

(5) 當使用 GC 或 GC/MS 分析步驟且存在明顯的硫干擾時, 可用「去硫淨化法」去除萃取物中的硫。

(6) 如果使用固定式限流器及液體捕集系統，建議限流器溫度的範圍為 100 至 150°C 之間。

(三) SFE 系統之維護：同七、(一)、4。

八、品質管制

(一) 參考下列檢測方法中品質管制之規定：

1. 土壤及事業廢棄物中非鹵有機物檢測方法－氣相層析儀/火焰離子化偵測法 (GC/FID) (NIEA M611)。
2. 半揮發性有機物檢測方法－毛細管柱氣相層析質譜儀法 (NIEA M731)。
3. 多環芳香族碳氫化合物檢測方法－氣相層析法 (NIEA R812)。
4. 多環芳香族碳氫化合物檢測方法－高效能液相層析法 (NIEA R813)。

(二) 所使用的試劑改變時，須準備試劑空白樣品並進行分析。任一試劑空白樣

品、基質樣品或重複樣品都必須經過相同的分析步驟。

(三) 必須記錄儀器所有的操作條件及參數。

九、精密度與準確度

參閱參考資料 (三)、(四)、(五)、(六)。

十、參考資料

(一) U.S. EPA., “Supercritical Fluid Extraction of Total Recoverable Petroleum Hydrocarbons”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3560, December 1996.

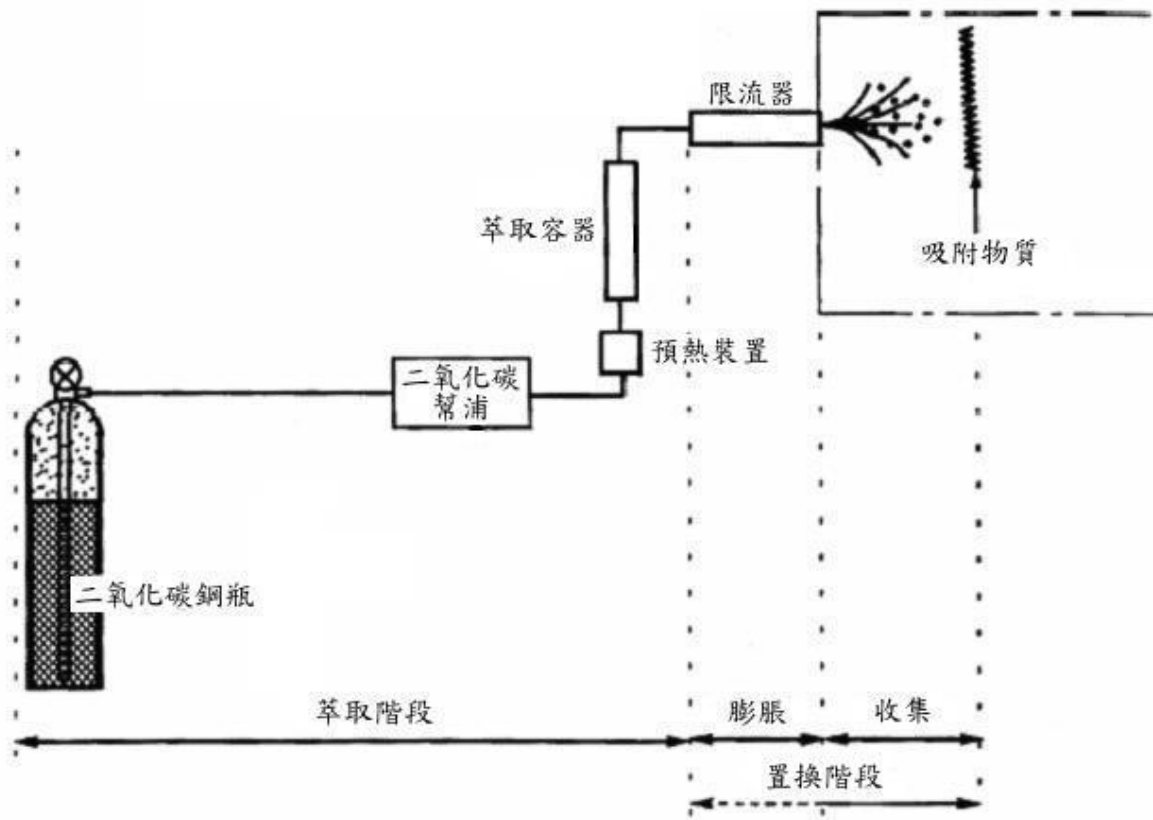
(二) U.S. EPA., “Supercritical Fluid Extraction of Polynuclear Aromatic Hydrocarbons”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 3561, December 1996.

(三) U.S. EPA., “Nonhalogenated Organics Using GC/FID”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 8015C, November 2000.

(四) U.S. EPA., “Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS)”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 8270D, January 1998.

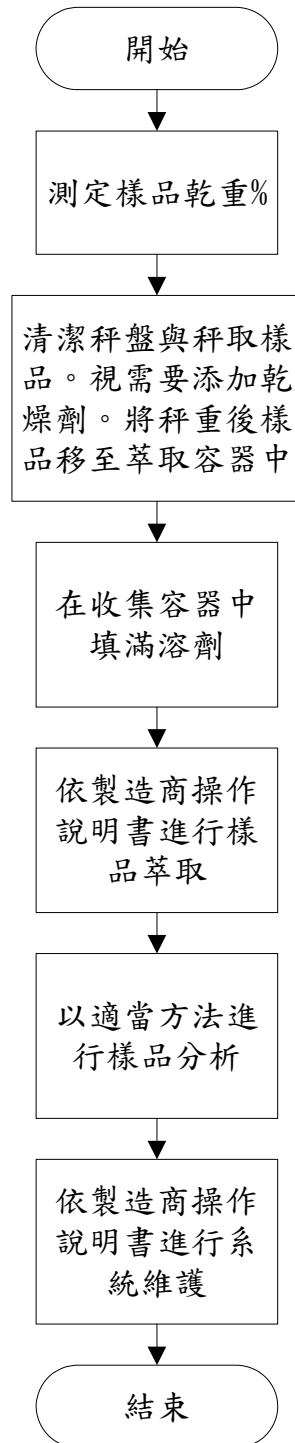
- (五) U.S. EPA., “Polynuclear Aromatic Hydrocarbons”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 8310, September 1986.
- (六) U.S. EPA., “Total Recoverable Petroleum Hydrocarbons by Infrared Spectrophotometry”, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 8440, December 1996.
- (七) 行政院環境保護署,「土壤及事業廢棄物中半揮發性/非揮發性有機物檢測樣品製備方法總則 (NIEA M151.01C)」,民國九十二年十二月。
- (八) 行政院環境保護署,「土壤及事業廢棄物中非鹵有機物檢測方法—氣相層析儀/火焰離子化偵測法 (GC/FID) (NIEA M611.02C)」,民國九十二年十二月。
- (九) 行政院環境保護署,「半揮發性有機物檢測方法—毛細管柱氣相層析質譜儀法 (NIEA M731.00C)」,民國九十一年三月。
- (十) 行政院環境保護署,「多環芳香族碳氫化合物檢測方法—氣相層析法 (NIEA R812.21C)」,民國九十一年三月。
- (十一) 行政院環境保護署,「多環芳香族碳氫化合物檢測方法—高效能液相層析法 (NIEA R813.21C)」,民國九十一年三月。

- 註 1：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環保署最新公告者為準。
- 註 2：當液態二氧化碳接觸皮膚時，可能會因為其低溫（-78°C）而造成皮膚的灼傷。
- 註 3：萃取流體和修飾劑，通常會隨著排氣通道或萃取器的廢液管排出。這些通道必須連接至抽氣櫃以防止污染物洩漏至實驗室中。
- 註 4：當二氧化碳被用於冷卻時，典型的冷卻劑消耗速率為 5 L/min。這樣會造成一間 4.5 m × 3.0 m × 2.5 m 大小的房間中，二氧化碳的濃度達到 900 ppm（假設每小時有十次的空氣交換），因此必須注意實驗室中空氣流通的情況。



圖一 典型之超臨界流體萃取系統概要圖

總可回收性石油碳氫化合物之超臨界流體萃取法流程圖



多環芳香族碳氫化合物之超臨界流體萃取法流程圖

