

樣品製備與萃取方法－微波萃取法

中華民國 104 年 12 月 17 日環署檢字第 1040105392 號公告

自中華民國 105 年 4 月 15 日生效

NIEA M194.00C

一、方法概要

使用本方法前，樣品須經風乾或將樣品與無水硫酸鈉或粒狀矽藻土混合以除去水分，視需要將樣品磨成粉末，放入微波萃取裝置（microwave solvent extraction device）之萃取反應瓶內，以微波加熱溶劑及樣品之密閉萃取反應瓶，於適當溫度及壓力（100 至 115°C 與 50 至 175 psi）條件下，萃出不溶於水或微溶於水中的半揮發性有機化合物、有機磷殺蟲劑、有機氯殺蟲劑、含氯除草劑、多氯聯苯和戴奧辛等。

二、適用範圍

本方法適用於土壤、底泥、污泥與固體廢棄物等樣品。適用濃度範圍對固體基質中之半揮發性有機化合物在 50 至 10,000 µg/kg，有機磷殺蟲劑 250 至 2,500 µg/kg，有機氯殺蟲劑及含氯除草劑 10 至 5,000 µg/kg，酚取代化合物 50 至 2,500 µg/kg、苯氧羧酸除草劑 100 至 5,000 µg/kg、多氯聯苯 1 至 5000 µg/kg，戴奧辛及呋喃 10 至 6000 ng/kg。其他較高濃度上述待測物之樣品，只要能達到相當之績效結果，亦可適用。

三、干擾

- (一)請參考本署公告之「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」。
- (二)如有必要，需進行除硫或矽酸鎂管柱淨化，請參考本署公告之各相關檢測方法。

四、設備與材料

(一)微波溶劑萃取裝置

- 1.由於溫度條件在本方法中為樣品萃取時之主要控制機制，其準確與否將影響本方法之再現性，故微波萃取裝置最好具有溫度回饋控制系統，而溫度感測器之準確性必須在 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 誤差範圍內，且能感測到溫度在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 範圍內之變化，在感測後之 2 秒

內自動調整微波輸出功率。

2. 微波萃取反應瓶:能容納 1 至 20 g 樣品的反應瓶皆可被採用。反應瓶應具微波穿透性，材質不會與試劑和樣品發生反應並至少能符合耐溫 200°C 和耐壓 200 psi 之最低要求。依照儀器廠商的說明清洗、操作和組裝瓶組。
3. 在加熱過程中，溶劑蒸汽可能會從內管或上蓋密合處逸散，儀器內可能裝置有易燃蒸汽感測器，應在所有蓋子鎖好且爐門緊閉的情況下操作，以確保感測器正常運作。依上述方法裝配，當有蒸汽洩漏時能立即停止微波輸出，並遵照儀器廠商建議針對加熱中經常會洩漏溶劑的反應管及上蓋做必要之更新及處理。

(二)測定乾重用設備（詳見水分含量測定方法 NIEA S280）

1. 烘箱：乾燥用。
2. 乾燥器。
3. 坩堝瓷質或可拋棄式鋁質者。

(三)研磨裝置：研磨樣品顆粒到可通過 10 mesh 篩網。

(四)分析天平：稱重可達 0.01 g 者。

(五)萃取液收集瓶：40 或 60 mL，需預先清洗過，開頂式螺旋蓋附有鐵氟龍隔膜之矽膠墊片。

(六)樣品溶劑分離設備

1. 玻璃漏斗。
2. 濾紙：Whatman NO.41 或同級品。
3. 巴斯德玻璃移液管：1 mL。

五、試劑

(一)試劑水：不含待測物之去離子水。

(二)所有使用試劑均應為試藥級或同等級者。

(三)乾燥劑

1. 無水硫酸鈉(顆粒狀)。
2. 粒狀矽藻土。
3. 乾燥劑純化：將乾燥劑置於盤子上，在 400°C 下加熱 4 小時，或是以二氯甲烷進行萃取。若使用二氯甲烷萃取方式，必須同時製備試劑空白，以證實此乾燥劑不含有干擾成分。

(四)萃取溶劑

所有萃取溶劑必須是殘量級或同級品，使用前可先去除空氣。萃取溶劑之選用，依所欲萃取的待測物而定。一般常使用的混合溶

劑為丙酮/正己烷 (1:1, v/v)，若分析者能達成所欲分析基質中待測物之績效數據，則其他溶劑系統亦可選用，但使用之萃取溶劑組合中至少有一種能吸收微波能量。

六、採樣與保存

依據「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」、「土壤採樣方法 NIEA S102」及「底泥採樣方法 NIEA S104」各相關檢測方法之採樣與樣品保規定。

七、步驟

(一)樣品製備

- 1.底泥／土壤樣品：移除樣品上的水層，除去樹枝、樹葉或石塊等雜物，將樣品均勻混合，並置放在玻璃盤或用正己烷清洗過的鋁箔紙上，在室溫下空氣中乾燥 48 小時。亦可以等體積的無水硫酸鈉或粒狀矽藻土與樣品混合，直至可流動的分散狀態為止（註 1）。
- 2.廢棄物樣品：多相之廢棄物樣品必須先將樣品作相分離。本方法僅適用於固體。
- 3.易於研磨之乾底泥／土壤及乾廢棄物樣品，應先加以研磨或其他方式使能通過 10 mesh 篩網。在樣品與樣品之間，需依儀器商之指引拆卸研磨裝置，再用肥皂水去除研磨裝置內污染物，並以丙酮及正己烷清洗。
- 4.不易研磨之膠質、纖維狀、或油質材料樣品，要先切斷撕碎或其他方式來減小體積以利於混合；且在萃取時，可以讓溶劑與樣品接觸表面積達到最大。此外，亦可事先加入無水硫酸鈉、粒狀矽藻土、砂或其他乾淨乾燥劑到樣品中，以使樣品更容易研磨。

(二)測定乾重百分比：若樣品檢測結果要以乾重表示法來計算，則應於稱取樣品時，另外稱取 5 至 10 g 樣品置於坩鍋中，在 105°C 下隔夜烘乾樣品。稱重前，應先將樣品置於乾燥皿中冷卻，再稱至恆重。並依下式計算乾重百分比(%)：

$$\text{乾重百分比(\%)} = \text{乾燥樣品重} / \text{樣品原重} \times 100\%$$

(三)研磨足夠量步驟七、(一)1. 所得到之乾燥樣品，以提供方法所要的

重量（一般是 10 至 30 g）。且研磨後的樣品須通過 10 mesh 的篩網。

- (四)取適量已研磨樣品到萃取反應瓶中。萃取反應瓶所能裝取之樣品量，視樣品的密度及所需添加乾燥劑的數量而定。分析人員必須先確認足以提供所需靈敏度之樣品量，進而據以選擇適合大小之反應瓶。
- (五)以一份與樣品等重之乾淨固體基質製備方法空白，若樣品中有加入乾燥劑則方法空白亦應等量添加。
- (六)依各檢測方法規定，添加擬似標準品於每一樣品與空白樣品；並進行基質添加或基質添加重複分析。
- (七)於萃取反應瓶中加入約 25 mL 萃取溶劑，依設備使用之說明密封反應瓶。
- (八)依設備使用之說明，將萃取反應瓶置於儀器或自動取樣盤內並按步驟進行設定。
- (九)建議萃取條件：
 - 1.半揮發性有機化合物、有機磷殺蟲劑、有機氯殺蟲劑、含氯除草劑、多氯聯苯和戴奧辛等。
溫度： 100 至 115°C。
壓力： 50 至 150 psi。
恆溫時間： 10 至 20 min。
冷卻：至室溫。
過濾或潤洗：以相同溶劑過濾或潤洗
 - 2.視需要依照設備使用說明，將條件調整至最佳狀態。一般而言，壓力並非主要關鍵參數，反應瓶內壓力是由於溶劑加熱產生的蒸氣壓所造成。
 - 3. 一旦條件決定，則對所有以相同方式萃取之樣品必須使用相同的條件。
- (十)依設備使用說明之步驟開始進行萃取。
- (十一)萃取完後，讓萃取液冷卻至室溫。
- (十二)冷卻後，打開萃取反應瓶，進行過濾和潤洗並合併所有濾液。
- (十三)視干擾程度和所使用的檢測定量方法需要，將萃取液濃縮、淨化和分析，可參考本署公告之 NIEA M151 方法來選擇適當之淨化方法。萃取液中若存在有過量之水，可將萃取液通過無水硫酸鈉過濾，來加以去除。某些淨化和分析方法，在淨化和分析前，需要先置換溶劑。步驟簡要流程如附圖所示。

八、結果處理

略

九、品質管制

- (一) 進行任何樣品之分析步驟前，分析人員需確認所有玻璃器皿及試劑中無干擾（例如使用乾淨的砂）。執行每批樣品分析時，須同時進行空白樣品分析，以確認實驗室內無例行的污染。空白樣品必須經過與樣品相同的所有製備及測定步驟。
- (二) 一般批次樣品分析中均包括空白樣品分析、重複樣品分析、查核樣品分析及添加樣品分析，過程中均應與樣品製備、配製和測定是相同步驟。
- (三) 擬似標準品必須依照各檢測方法中所述，加入所有樣品中進行回收率查核。
- (四) 實驗室須以驗證參考物質（CRM）或以均勻化之樣品與索氏萃取方法比對，其差異百分比在 $\pm 20\%$ 以內，並建立相關品管資料備查。
- (五) 其他品質管制之規定參考各檢測方法中所述。

十、精密度與準確度

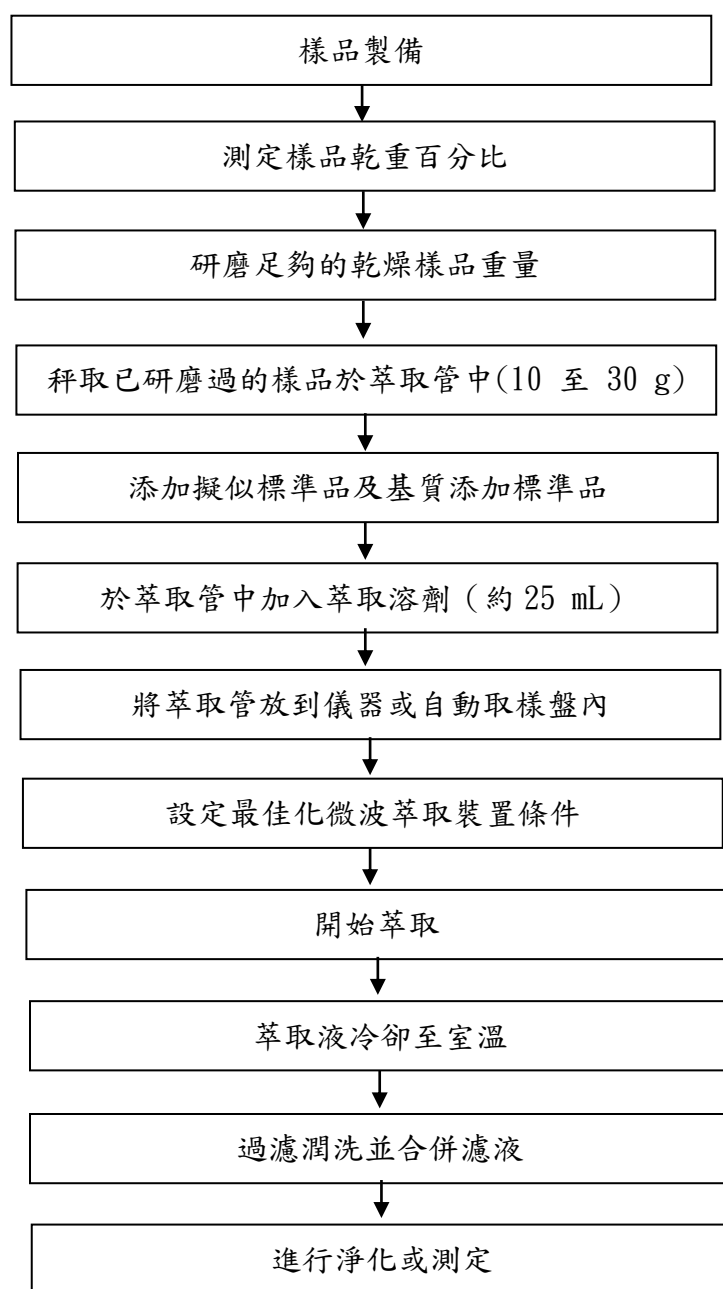
略

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Microwave Extraction, Test Method for Evaluating Solid Waste, SW846 Method 3546, Feb., 2007.

註 1：對如 4,4'-滴滴涕(4,4'-DDT)、多氯聯苯(PCBs)等非揮發非極性有機物，乾燥且研磨成細粒的底泥／土壤樣品可獲得最佳的萃取效率。但對較易揮發的有機氯殺蟲劑項目(如六氯環己烷、BHC)或較易揮發之半揮發性有機物項目，在乾燥過程中待測物可能會流失，並不適合使用空氣乾燥。當使用無水硫酸鈉作為乾燥劑時，可能會發生使萃取管墊片被再結晶之無水硫酸鈉堵塞之情形。

註 2：本方法所產生之廢液，請依各實驗室之安衛環保規定處理。



微波萃取方法流程 (範例)