

土壤及廢棄物中油分（脂）檢測方法—索氏萃取重量法

中華民國94年12月14日環署檢字第0940101169號公告

自中華民國95年3月15日起實施

NIEA M501.00C

一、方法概要

樣品與無水硫酸鈉（ Na_2SO_4 ）或硫酸鎂（ $\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）混合乾燥並研細後，置入一萃取圓形濾筒中，用正己烷以索氏（Soxhlet）萃取器萃取，將正己烷蒸發後之餘留物稱重，即得油分（脂）量。

二、適用範圍

本方法適用於土壤、沉積物、污泥及固體廢棄物中油分（脂）之檢測。

三、干擾

- （一）溶劑、試劑、玻璃器皿及其他樣品處理過程中所用之器皿，皆可能對樣品分析造成誤差或干擾。所有這些物質必須在設定的分析條件下，進行方法空白分析，證明其無干擾。有需要在全是玻璃的系統內進行特定試劑及溶劑之蒸餾純化。
- （二）某些有機物可能會一併被萃取出而被誤判為油分（脂）。
- （三）殘量重油可能含有相當多無法萃取之物質。
- （四）因萃出物可能會蒸發或吸收氧氣而減少或增加重量，故需要適當的乾燥保存方法及快速的稱重。

四、設備及材料

- （一）索氏萃取設備。
- （二）濾紙：Whatman 40 號或同等品。
- （三）真空抽氣機或其他抽氣設備。
- （四）分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- （五）圓筒濾紙（Extraction thimble）。

- (六) 水浴：能設定溫度 85°C。
- (七) 蒸餾設備。
- (八) 玻璃綿：無干擾物質。
- (九) 乾燥器。
- (十) 沸石。
- (十一) 研磨設備。
- (十二) 磁石攪拌器。
- (十三) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。
- (十四) 廣口玻璃瓶。

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，則在使用前必須確認該試藥的純度，俾使檢測結果準確度不致降低。
- (二) 試劑水：不含有干擾物質之蒸餾水或去離子水。
- (三) 濃鹽酸。
- (四) 無水硫酸鈉 (Na_2SO_4) (粒狀)：置於淺盤中於 400 °C 加熱 4 小時；或以二氯甲烷預洗硫酸鈉純化之，存放於密封玻璃瓶中。若以二氯甲烷預洗法純化硫酸鈉，則須進行方法空白測試，證明硫酸鈉中無干擾存在。
- (五) 硫酸鎂 ($\text{MgSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)：將其鋪於盤中成一薄層，在 150°C 烘箱中乾燥隔夜，存放於密封玻璃瓶中。
- (六) 正己烷：殘量級。
- (七) 十六烷 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$)/硬脂酸 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) (用於製備查核或添加樣品)：各稱取 200 ± 2 mg 的十六烷與硬脂酸至 100 mL 定量瓶中，以丙酮稀釋至刻度，其油脂濃度為 4000 mg/L。儲存於玻璃瓶，瓶蓋附鐵氟龍墊片，室溫並避免光照。

六、採樣與保存

- (一) 採集至少 100 g 的樣品，儲存於廣口玻璃瓶(Widemouth glass container)，瓶蓋附鐵氟龍墊片。樣品若可與鹽酸均勻混合，如污泥或沉積物，則每 100 g 樣品加入 1mL 濃鹽酸，並保存於 $4\pm 2^{\circ}\text{C}$ ；若是乾燥樣品，如土壤，則不須添加濃鹽酸，保存於 $4\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。但須知會實驗室於萃取前酸化。
- (二) 樣品保存期限為 28 天。

七、步驟

- (一) 樣品乾重百分比測定：在某些狀況，樣品測試結果須以乾重為計算依據，若需此種數據，則於秤取樣品進行分析的同時，另外秤一份樣品作為水分含量測定之用。可參照「土壤水分含量測定方法 — 重量法 NIEA S280」或「廢棄物含水分測定方法 — 間接測定法 NIEA R203」。
- (二) 樣品前處理（註 1）
 1. 污泥/廢棄物樣品：秤取 20 ± 0.5 g 樣品至 150 mL 燒杯中，若樣品未酸化，加入 0.3 mL 鹽酸，添加 25 g 硫酸鎂並攪拌之，若有需要可額外多加硫酸鎂，待乾燥後研磨樣品，直至樣品呈乾燥細粉狀般為止，以浸過正己烷之小片濾紙擦拭燒杯和研鉢，將樣品與濾紙置入圓筒濾紙中，以玻璃綿填塞濾筒。
 2. 沉積物/土壤樣品：將沉積物樣品中的水層倒出並丟棄，將樣品充份混合，尤其是混合組成的樣品；除去樹枝、樹葉或石塊等雜物。將 10 g 樣品（若樣品未酸化，加入 0.3 mL 鹽酸）與 10 g 無水硫酸鈉混合，若有需要可額外多加無水硫酸鈉，待乾燥後研磨樣品，直至樣品呈乾燥細粉狀般為止，以浸過正己烷之小片濾紙擦拭燒杯和研鉢，將樣品與濾紙置入圓筒濾紙中，以玻璃綿填塞濾筒。
- (三) 將圓筒濾紙置入索氏萃取裝置，於一燒瓶中，放入正己烷及 1 或 2 粒乾淨沸石，將燒瓶接至萃取設備，進行樣品萃取，以每小時 15~20 循環之速率，萃取 4~5 小時。
- (四) 稱取燒瓶之空重（先放入 90°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 0.0001 g）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後兩次重量差小於 0.01 g）。

- (五) 將萃取液以玻璃棉過濾，之後用正己烷清洗玻璃棉和燒瓶，將萃取液和洗液收集於預先稱重的燒瓶（如萃取液澄清且無懸浮物質則可省略此過濾步驟）。
- (六) 燒瓶內之正己烷，在 85°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2）
- (七) 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 85 °C 之烘箱內烘乾。
- (八) 取出燒瓶，放入乾燥器中冷卻後稱重並記錄之（至 0.0001 g）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後兩次重量差小於 0.01 g。

八、結果處理

$$A=B \times 10^3 / C$$

A：油分（脂）量（mg/kg w.w）濕基（註3）

B：檢驗油分（脂）之燒瓶增加之重量（mg）

C：樣品重量（g）

九、品質管制

- (一) 空白分析：每 20 個樣品或每一批次（當每批次樣品少於 20 個時）至少執行一空白樣品分析，空白分析值應小於法規管制標準值的 5%。空白樣品可以惰性物質（如乾淨的沙或類似物質）製備。
- (二) 重複分析：每 20 個樣品或每一批次（當每批次樣品少於 20 個時）至少執行一個重複樣品分析，並求其相對差異百分比，其差異百分比應在 20% 以內。（註4）
- (三) 查核樣品分析：每 20 個樣品或每一批次（當每批次樣品少於 20 個時）至少執行一個查核樣品分析，並求其回收率，回收率應在 75 ~ 125% 範圍內。查核樣品可添加十六烷/硬脂酸於惰性物質

來製備。

- (四) 添加分析：每 20 個樣品或每一批次（當每批次樣品少於 20 個時）至少執行一個添加標準品分析，並求其回收率，回收率應在 75 ~ 125% 範圍內。

十、精密度與準確度

略。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Method 9071B “n-Hexane Extractable Material (HEM) for Sludge, Sediment, and Solid Samples”. Revision 2. April 1998.

- (二) 行政院環境保護署，索氏萃取法 NIEA M165。

- (三) 行政院環境保護署，水中油脂檢測方法—索氏萃取重量法 NIEA W505。

註 1：如樣品為黏著性、纖維性或油狀物質等不適合研磨的樣品，須切、撕、碎裂成小塊或較小的體積，以便萃取時，樣品與溶劑混合接觸面最大。

註 2：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 3：本方法若以乾基表示時，請參考 NIEA S280 或 NIEA R203 之水分測定計算之。

註 4：萃取時的速率和時間、乾燥和冷卻萃出物的時間宜相同，並確實執行各項步驟方可得到良好的精密度。

註 5：本檢驗相關樣品廢液，依有機溶劑廢液處理。