

水中油脂檢測方法－萃取重量法

中華民國91年9月23日環署檢字第0910065645號公告

自中華民國91年12月23日起實施

NIEA W506.21B

一、方法概要

水中油脂經正己烷萃取後，將經無水硫酸鈉去除水之有機層收集至圓底燒瓶中，減壓濃縮及烘乾後移入乾燥器，冷卻後將餘留物稱重，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，過濾減壓濃縮並烘乾稱重，即得礦物性油脂量；總油脂量與礦物性油脂量之差，即為動植物性油脂量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水水質、飲用水水源水質、地面水體（含海水）、地下水體及廢（污）水中油脂之檢測。

三、干擾

- （一）某些有機物可能會一併被萃取出而被誤判為油脂。
- （二）低沸點（小於 85 °C）之油脂類物質在減壓濃縮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）殘量重油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圓底燒瓶中，於減壓濃縮烘乾後，將於圓底燒瓶中析出，而造成正干擾。此時，於圓底燒瓶加入 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，再淋洗圓底燒瓶兩次，洗液一併收集至濾液中，繼續依步驟七、（一）8. ~10. 完成減壓濃縮及烘乾稱重。
- （五）於檢測礦物性油脂時，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。

四、設備及材料

- （一）乾燥管：裝有約 10 g 無水硫酸鈉。

- (二) 減壓濃縮裝置。
- (三) 烘箱。
- (四) 乾燥器。
- (五) 分液漏斗：2 L。
- (六) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- (七) 圓底燒瓶：200 mL。
- (八) 磁石攪拌器。
- (九) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。

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：將一體積之濃鹽酸緩緩加入一體積之試劑水中。
- (三) 1+1 硫酸：將一體積之濃硫酸緩緩加入一體積之試劑水中。
- (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 ~ 200 網目，110 °C 乾燥 24 小時後，置於玻璃乾燥器內備用。

六、採樣及保存

- (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°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1）；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 1 L 水樣加 5 mL 即足夠）。
2. 將水樣倒入 2 L 之分液漏斗中。
3. 用 30 mL 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 200 mL 圓底燒瓶。
 - (1) 乾燥管內裝有約 10 g 無水硫酸鈉，並先以正己烷潤濕。
 - (2) 圓底燒瓶使用前，須先放入 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 0.0005 g，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. 重覆步驟3. ~5. 之萃取步驟二次，並合併萃取後之有機層。
7. 再以約 10 至 20 mL 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圓底燒瓶內。
8. 將圓底燒瓶內之有機層以減壓濃縮裝置濃縮至乾。
 - (1) 水浴溫度以 40 °C 為宜，避免沸騰。

(2)轉速不宜太快，大約為 60 至 80 rpm。

9. 為避免圓底燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於濃縮後，放入 85 °C 之烘箱內 10 分鐘。
10. 取出圓底燒瓶，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於小於 0.0005 g，此為空瓶重加油脂量。（保留圓底燒瓶及內容物以測定礦物性油脂）。

（二）礦物性油脂

1. 加入 100 mL 正己烷於檢驗總油脂之圓底燒瓶，以溶解油脂，或將水樣依步驟七（一）1. ~ 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. 以濾紙過濾，收集濾液於已稱重之圓底燒瓶內，再以 10 mL 正己烷洗滌濾紙及燒瓶，洗液併於圓底燒瓶內。
4. 依七、步驟（一）8. ~ 10. 操作。

（三）動植物性油脂

七、步驟（一）項之總油脂量減去七、步驟（二）項之礦物性油脂量即為動植物性油脂量。

八、結果處理

- （一）總油脂量 (mg/L) = (檢驗總油脂圓底燒瓶增加之重量 (g) × 10⁶) / (水樣體積 (mL))
- （二）礦物性油脂量 (mg/L) = (檢驗礦物性油脂圓底燒瓶增加之重量 (g) × 10⁶) / (水樣體積 (mL))
- （三）動植物性油脂量 (mg/L) = 總油脂量 (mg/L) - 礦物性油脂量 (mg/L)

九、品質管制

(一) 重量法易受天候乾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。

(二) 空白分析：每批次樣品或每十個樣品至少執行一次試劑水之方法空白分析，以確認所有玻璃器皿和試劑干擾不存在。

十、精密度與準確度

單一實驗室以海水添加 40.16 mg/L 油脂品管樣品進行十六次分析，其標準偏差為 ± 1.7 mg/L，平均回收率為 101 %。

十一、參考資料

American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed., Method 5520 - oil and grease-A, B, F pp. 5-34 ~ 5-40, APHA, Washington, D. C., USA, 1998。

註1：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2：本檢驗廢液依一般無機廢液處理原則處理。