

水中油脂檢測方法－索氏萃取重量法

中華民國 105 年 11 月 18 日環署檢字第 1050092838 號公告
自中華民國 106 年 3 月 15 日生效
NIEA W505.52C

一、方法概要

水樣中油類及固態或黏稠之脂類，藉過濾法與液體分離後，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，過濾蒸乾後稱重，即得礦物性油脂量；總油脂量與礦物性油脂量之差，即得動植物性油脂量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、飲用水水源、地面水、地下水及廢（污）水中油脂之檢測，尤其適用於水樣中含較大極性之重油或較高濃度之非揮發性油脂。

三、干擾

- （一）任何可溶解於正己烷溶劑中之元素硫、芳香環有機物、含氯、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，以致樣品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）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、設備與材料

- （一）布氏（Buchner）漏斗：內徑 12 公分。
- （二）濾紙：Whatman 40 號或同等品，直徑 11 公分。
- （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）索氏萃取裝置：搭配 125 mL 萃取燒瓶。
- （六）圓筒濾紙（Extraction thimble）。

- (七) 磁石攪拌器。
- (八) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。
- (九) 水浴：能控制溫度於 $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。
- (十) 冰浴。
- (十一) 溶劑回收裝置：如圖一所示，亦可使用減壓濃縮機或其他溶劑回收裝置。
- (十二) 乾燥器。
- (十三) 烘箱。

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) 矽藻土助濾劑懸浮液：每 1 L 試劑水加入 10 g 矽藻土 (Diatomaceous Silica 使用 Hyflo Super-Cel、Johns Manville Corp. 或同等品)，混合均勻。
- (五) 正己烷：殘量級。
- (六) 矽膠 (Silica gel)：100 至 200 網目， $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 乾燥 24 小時後，置於乾燥器內備用。

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 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 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. 備妥布氏漏斗，上覆濾紙，以試劑水充分潤溼並壓平後，抽氣將 100 mL 矽藻土助濾劑懸浮液過濾，再以 1 L 試劑水洗滌，保持抽氣狀態，直至全部濾完為止。
3. 將酸化之水樣抽氣過濾之。
4. 用鑷子將濾紙移至錶玻璃，以浸過正己烷之小片濾紙擦拭樣品瓶內部與漏斗，以收集所有油脂膜及粘有油脂之固體，並一併置於錶玻璃之濾紙上；將濾紙捲妥置於圓筒濾紙內，再以小片浸過正己烷之濾紙擦拭錶玻璃後，併入圓筒濾紙內。
5. 將圓筒濾紙放在烘箱內以 103 至 105°C 烘 30 分鐘。
6. 稱取燒瓶之空重（先放入 90 ± 2°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），將圓筒濾紙置入索氏萃取裝置，以約 100 mL 正己烷按每小時 20 循環之速率，萃取 4 小時。
7. 燒瓶內之正己烷，在 85 ± 5°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）。
8. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於濃縮後，放入 85 ± 2°C 之烘箱內 10 分鐘。
9. 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 0.0005 g。（保留燒瓶及內容物以測定礦物性油脂）。

（二）礦物性油脂

1. 加入約 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~ 6 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）7~ 9 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，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

經分析含 Crisco 及 Shell S.A.E. No.20 各種油脂濃度之合成水樣，平均回收率為 98.7%，標準偏差為 1.86%。

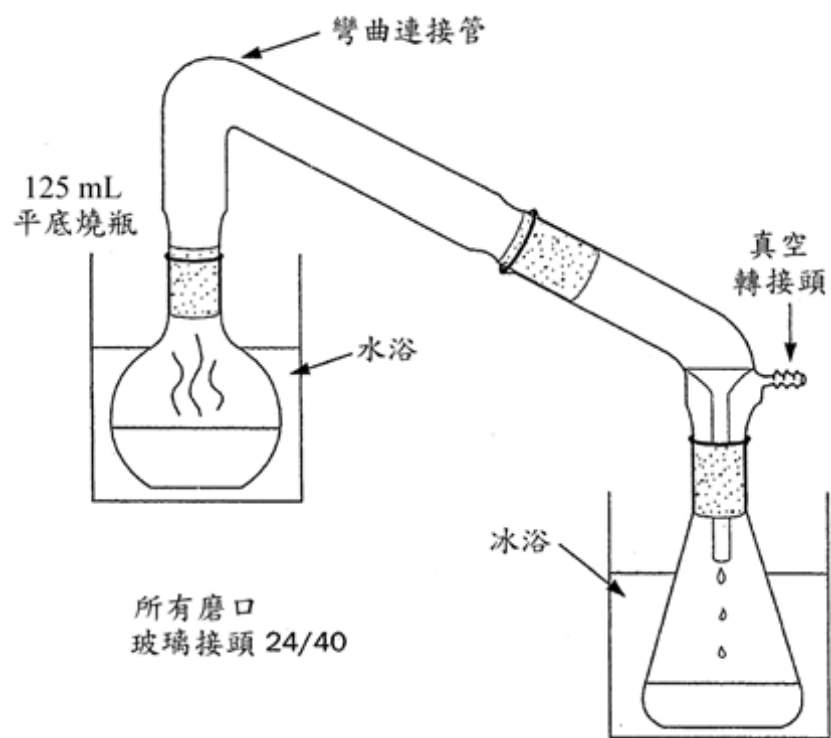
十一、參考資料

American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 22nd ed., Method 5520-oil and grease-A, B, D, F pp.5-38 ~ 5-44, APHA, Washington, D.C.,USA, 2012。

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：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：本檢驗廢液依一般廢液處理原則處理。



圖一 溶劑回收裝置示意圖