

行政院環境保護署公告

中華民國 107 年 9 月 17 日

環署授檢字第 1070005866 號

主 旨：預告訂定「水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（NIEA W506.22B）」草案。

依 據：行政程序法第 154 條第 1 項。

公告事項：

- 一、訂定機關：行政院環境保護署。
- 二、訂定依據：水污染防治法第 68 條。
- 三、草案如附件。本案另詳載於本署環境檢驗所網站（http://www.niea.gov.tw/niea/epa_www.asp）「環境檢測方法草案預告」網頁及公共政策網路參與平台之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。
- 四、對於本草案內容有任何意見或修正建議者，請於本預告刊登公報之次日起 60 日內陳述意見或洽詢：
 - (一) 承辦單位：行政院環境保護署環境檢驗所
 - (二) 地址：桃園市中壢區民族路 3 段 260 號
 - (三) 電話：(03)4915818 分機 2117
 - (四) 傳真號碼：(03)4910419
 - (五) 電子郵件：tjlin@epa.gov.tw

署 長 李應元 休假

副 署 長 張子敬 代行

水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（NIEA W506.22B）草案總說明

為執行水中油脂之檢測，參考美國公共衛生協會「水與廢水檢驗標準方法」(American Public Health Association, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd ed., Method 5520) 及行政院環境保護署「水中油脂檢測方法—固相萃取重量法（NIEA W507.50C）」，爰依水污染防治法第六十八條，整併現行檢測相關規定，擬具「水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（NIEA W506.22B）」草案（以下簡稱本草案），其要點如下：

- 一、因法規管制項目並無動植物性油脂，故無動植物性油脂相關內容。
- 二、本草案適用於飲用水、地面水體、地下水體、放流水及廢(污)水中油脂之檢測。
- 三、精密度與回收率標準品之製備及製備所需試劑。
- 四、起始精密度與回收率相關規範。
- 五、單一實驗室執行總油脂及礦物性油脂分析結果。
- 六、度量衡單位區間依「法定度量衡單位」表示。

水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（NIEA W506.22B）草案

公告	說明
主旨：公告「水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（NIEA W506.22B）」，並自中華民國一百零八年四月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：水污染防治法第六十八條。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

水中油脂檢測方法—液相萃取重量法草案

NIEA W506.22B

一、方法概要

水中油脂經正己烷萃取後，將經無水硫酸鈉除水之有機層收集至燒瓶中，蒸餾及烘乾後將餘留物稱重，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，過濾蒸餾並烘乾稱重，即得礦物性油脂量。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、地面水體、地下水體、放流水及廢（污）水中油脂之檢測。

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℃）之油脂類物質在蒸餾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）重油中的殘留物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燒瓶中，於蒸餾烘乾後，將於燒瓶中析出，而造成正干擾。此時，於燒瓶加入 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，再淋洗燒瓶 2 次，洗液一併收集至濾液中，繼續依步驟七、（一）8 至 10 完成蒸餾及烘乾稱重。
（註1）
- （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。

- (六) 重量法易受環境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。

四、設備與材料

- (一) 乾燥管：裝有約 10 g 無水硫酸鈉。
- (二) 蒸餾回收裝置：如圖一所示，亦可使用減壓濃縮機或其他溶劑回收裝置。
- (三) 烘箱。
- (四) 乾燥器。
- (五) 分液漏斗：2 L。
- (六) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (七) 燒瓶：200 mL。
- (八) 磁石攪拌器。
- (九) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。
- (十) 水浴：能控制溫度於 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- (十一) 真空抽氣機或其他抽氣設備。
- (十二) 冰浴。

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 1 體積之濃鹽酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。
- (三) 1 + 1 硫酸：將 1 體積之濃硫酸緩緩加入 1 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 mesh 至 200 mesh， $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 乾燥 24 小時後，置於乾燥器或密封容器內備用。

(七) 十六烷 (Hexadecane)：純度 98% 以上。

(八) 硬脂酸 (Stearic acid)：純度 98% 以上。

(九) 十六烷 / 硬脂酸標準溶液 (1 + 1)，製備於丙酮中，十六烷及硬脂酸濃度皆為 2000 mg/L，可依下列方式製備或購買市售標準溶液。

1. 稱取 $200\text{ mg} \pm 2\text{ mg}$ 硬脂酸及 $200\text{ mg} \pm 2\text{ mg}$ 十六烷於 100 mL 定容量瓶，以丙酮定容至標線（註 2）。
2. 溶解硬脂酸及十六烷，且溶液在室溫冷卻至體積回復標線後，將溶液轉移至 100 mL 至 150 mL 具鐵氟龍裡襯且附螺旋蓋之瓶中，旋緊瓶蓋，於瓶上標示液面位置，室溫下貯存於暗處。
3. 使用前，確認瓶上液面標示，若有需要，以丙酮補充體積至標示處。加熱再溶解所有可見之沈澱物，惟在使用前，須將溶液在室溫冷卻至體積回復標線（註 3）。
4. 溶液最長保存期限為 6 個月，若有變質或蒸發現象時應重新配製。

(十) 精密度與回收率標準品 (Precision and recovery standard)：移取 $10\text{ mL} \pm 0.1\text{ mL}$ 十六烷 / 硬脂酸標準溶液至 950 mL 至 1050 mL 試劑水中，十六烷及硬脂酸之濃度皆約 20 mg/L。

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 $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 4）；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 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）燒瓶使用前，須先放入 $90^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 0.1 mg）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後 2 次重量差小於 0.5 mg，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. 重複步驟 3 至 5 之萃取步驟 2 次，並合併萃取後之有機層。
7. 再以約 10 mL 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燒瓶內。
8. 燒瓶內之正己烷，在 $85 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 5、註 6）
9. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 $85 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 之烘箱內 10 分鐘。
10. 取出燒瓶，放入乾燥器中冷卻後稱重並記錄之（至 0.1 mg）；重複前述烘乾、冷卻及稱重步驟，直至前後 2 次重量差小於 0.5 mg，此為空瓶重加油脂量。（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 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 至 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. 以先用溶劑潤濕之濾紙過濾，收集濾液於已稱重之燒瓶內，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）8 至 10 操作。

八、結果處理

（一）

$$\text{總油脂量 (mg/L)} = \frac{(\text{檢驗總油脂燒瓶增加之重量 (g)} \times 10^6)}{(\text{水樣體積 (mL)})}$$

（二）

$$\text{礦物性油脂量 (mg/L)} = \frac{(\text{檢驗礦物性油脂燒瓶增加之重量 (g)} \times 10^6)}{(\text{水樣體積 (mL)})}$$

九、品質管制

- （一）起始精密度與回收率：為建立產生可接受精密度與回收率之分析能力，實驗室須執行 4 個精密度與回收率標準品之總油脂及（或）礦物性油脂分析。

1. 依據 4 次分析結果，計算總油脂及礦物性油脂（若有檢測）之平均回收率 (X) 及標準偏差 (s)。當測定礦物性油脂，真實濃度必須將總油脂濃度除以 2，以反應去除硬脂酸後，殘留之十六烷濃度。
2. 與表一起始精密度與回收率之限值比較，若 X 及 s 皆符合規範，則可開始進行實際樣品分析。
3. 若 s 超過精密度限值或 X 超出回收率範圍，則須執行修正動作，解決問題後，再重複此測試步驟。
4. 實驗室須將測試結果建檔備查。

- （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

- (一) 單一實驗室以海水添加 40.16 mg/L 油脂品管樣品進行 16 次分析，其標準偏差為 ± 1.7 mg/L，平均回收率為 101%。
- (二) 單一實驗室執行 4 個精密度與回收率標準品之總油脂及礦物性油脂分析，結果如表二所示。

十一、參考資料

- (一) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd ed., Method 5520-oil and grease-A,B,F pp.5-41~5-47, 2017.
- (二) 行政院環境保護署，水中油脂檢測方法—固相萃取重量法 NIEA W507.50C，中華民國106年。

註1：為避免無水硫酸鈉於沖提液中析出之干擾，亦可使用市售溶劑相分離濾紙 (Solvent phase separation paper) 來取代無水硫酸鈉。

註2：溶液可能需要加溫以完全溶解硬脂酸，若有加溫，溶液使用前須在室溫冷卻至體積回復標線，因劇烈震盪所產生的熱會增加溶液體積，而導致低回收率，溶液加溫後至少冷卻 1 個小時可獲致較佳結果。

註3：以移液管取 10 mL 標準溶液於已知重量之稱盤中，置於排煙櫃中蒸發至乾，增加之重量應為 $40 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ ，否則需重新配製。使用大口徑平滑壁之鋁稱盤可獲致較佳結果。

註4：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5：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6：若使用減壓濃縮機，水浴溫度以 40°C 為宜，避免沸騰，轉速不宜太快，大約為 60 rpm 至 80 rpm。

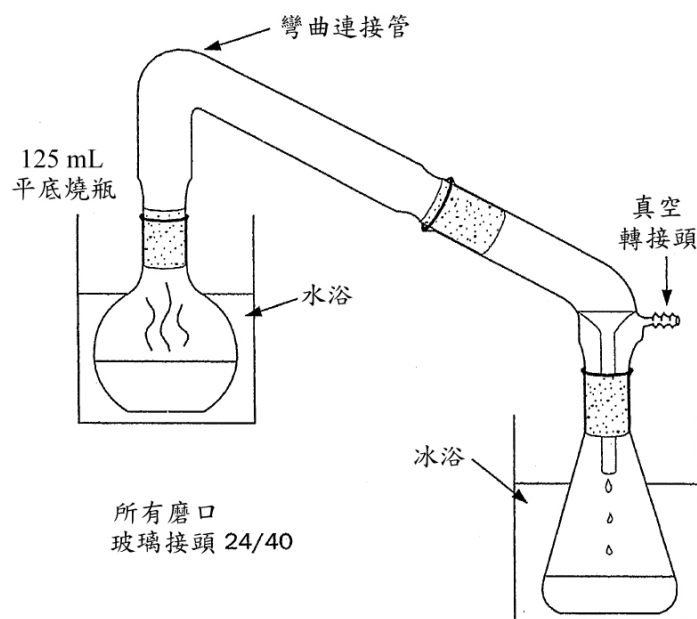
註7：廢液分類處理原則—本檢驗產生之廢液依一般無機廢液處理原則處理，產生之廢溶劑依一般不含氯廢溶劑處理原則處理。

表一 起始精密度與回收率規範

項 目	限 值 (%)
總油脂回收率 (X)	83-101
總油脂標準偏差 (s)	11
礦物性油脂回收率 (X)	83-116
礦物性油脂標準偏差 (s)	28

表二 單一實驗室執行起始精密度與回收率結果

	總油脂			礦物性油脂		
	回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)
樣品1	94.8			89.7		
樣品2	90.8			87.7		
樣品3	88.8	91.2	2.6	84.7	87.2	2.1
樣品4	90.3			86.7		



圖一 蒸餾回收裝置示意圖