

「海水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（OCA W502.50C）」公告修正對照表

修 正 公 告	現 行 公 告	說 明
主旨： <u>修正</u> 「海水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（OCA W502.50C）」 <u>公告</u> ，自 <u>即日</u> 生效。	主旨：訂定「海水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（OCA W502.50C）」，並自中華民國一百零八年九月十五日生效。	修正生效日期，並作文字修正。
依據：海洋污染防治法第九條第 <u>五</u> 項。	依據：海洋污染防治法第九條第三項。	配合本法修正，授權依據修正為第九條第五項。
公告事項：方法內容詳如附件。	公告事項：方法內容詳如附件。	公告事項未修正，另附件修正之對照如附。

香族化合物、含氮、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)

氮、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) 於檢測礦物類油脂時，若矽膠粉

<p>物質之蒸餾水或去離子水。</p> <p>(二) <u>鹽酸, 1+1</u>: 將 1 體積之濃鹽酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。</p> <p>(三) <u>硫酸, 1+1</u>: 將 1 體積之濃硫酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。</p> <p>(四) 正己烷: 殘量級。</p> <p>(五) 無水硫酸鈉 (Na₂SO₄): 分析級。</p> <p>(六) 矽膠 (Silica gel): 100 mesh 至 200 mesh, 110°C ± 5°C 乾燥 24 小時後, 置於乾燥器或密封容器內備用。</p> <p>(七) 十六烷 (Hexadecane): 純度 98% 以上。</p> <p>(八) 硬脂酸 (Stearic acid): 純度 98% 以上。</p> <p>(九) 十六烷/硬脂酸標準溶液, <u>1+1</u>: 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。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 稱取 200 mg ± 2 mg 硬脂酸及 200 mg ± 2 mg 十六烷於 100 mL 定量瓶, 以丙酮定容至標線 (註2)。 	<p>之試劑水中。</p> <p>(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。</p> <p>(四) 正己烷: 殘量級。</p> <p>(五) 無水硫酸鈉 (Na₂SO₄): 分析級。</p> <p>(六) 矽膠 (Silica gel): 100 mesh 至 200 mesh, 110°C ± 5°C 乾燥 24 小時後, 置於乾燥器或密封容器內備用。</p> <p>(七) 十六烷 (Hexadecane): 純度 98% 以上。</p> <p>(八) 硬脂酸 (Stearic acid): 純度 98% 以上。</p> <p>(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。</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 稱取 200 mg ± 2 mg 硬脂酸及 200 mg ± 2 mg 十六烷於 100 mL 定量瓶, 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 	
--	--	--

水洗淨乾燥後再以正己烷淋洗，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 值小於 2，並於 4°C ± 2°C 冷藏，於此條件下，可保存 28 天。

七、步驟

(一) 油脂 (正己烷抽出物)

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6)；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 值小於 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

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 ± 2°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5)；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

鋪上經正己烷潤濕之濾紙將雜物濾出，以免影響重量。

6. 將排出之水層及少量有機層重新倒入分液漏斗。

7. 重複步驟 3 至 6 之萃取步驟 2 次，並合併萃取後之有機層。

8. 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。

9. 燒瓶內之正己烷，在 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 7、註 8）

10. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 之烘箱內 10 分鐘。

11. 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 次重量差於小

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 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 6、註 7）

9. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 次重量差於小於 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類油脂）

（二）礦物類油脂

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。

<p>(一) 油脂 (正己烷抽出物) (mg/L) = $\frac{A \times 10^6}{V}$</p> <p>A: 檢驗油脂 (正己烷抽出物) 燒瓶增加之重量 (g)</p> <p>V: 水樣體積 (mL)</p> <p>(二) 礦物類油脂 (mg/L) = $\frac{B \times 10^6}{V}$</p> <p>B: 檢驗礦物類油脂燒瓶增加之重量 (g)</p> <p>V: 水樣體積 (mL)</p> <p>(三) 動物性油脂 (mg/L) = $\frac{\text{油脂 (正己烷抽出物) (mg/L)} - \text{礦物類油脂 (mg/L)}}{1}$</p> <p>九、品質管制</p> <p>(一) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少執行 1 次查核標準品分析，油脂 (正己烷抽出物) 回收率應介於 78% 至 114%，礦物類油脂回收率應介於 64% 至 132%。</p> <p>(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，空白分析值應小於法規管制標準值的 5%。</p> <p>十、精密度與準確度</p> <p>單一實驗室執行查核標準品分析 (分析次數 = 4) 結果如表一所示。</p>	<p>78%至114%，礦物類油脂回收率應介於 64% 至132%。</p> <p>(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，空白分析值應小於法規管制標準值的5%。</p> <p>十、精密度與準確度</p> <p>(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%。</p> <p>(二) 單一實驗室執行精密度與回收率標準品分析 (n=4) 結果如表一所示。</p> <p>十一、參考資料</p> <p>(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.</p>	
--	--	--

<p>separation paper) 來取代無水硫酸鈉。</p> <p>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。</p> <p>註3：十六烷/硬脂酸標準溶液可以分成數等份分裝於已知容量之瓶中，但仍須於瓶上標示液面位置，室溫下貯存於暗處。</p> <p>註4：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 mg ± 1 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。</p> <p>註5：<u>十六烷為礦物類油脂（濃度 20 mg/L），硬脂酸為動植物性油脂（濃度 20 mg/L），兩者總和為油脂（正己烷抽出物）（濃度 40 mg/L）。</u></p> <p>註6：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。</p> <p>註7：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。</p>	<p>註4：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 mg ± 1 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。</p> <p>註5：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。</p> <p>註6：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。</p> <p>註7：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。</p> <p>註8：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。</p>	
---	---	--

修正規定						現行規定						說明
表一 單一實驗室執行查核標準品分析 (分析次數 = 4) 結果						表一 單一實驗室執行精密度與回收率標準品分析 (n = 4) 結果						因應行政院環境保護署廢止「水中油脂檢測方法－液相萃取重量法 (NIEA W506.22B)」，訂定「水中油脂檢測方法－液相萃取重量法 (NIEA W506.23B)」，爰配合修正「海水中油脂檢測方法－液相萃取重量法 (OCA W502.50C)」方法內容。
油脂(正己烷抽出物)			礦物類油脂			總油脂			礦物類油脂			
回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	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 1	94.8		89.7			
樣品 2	90.8		87.7			樣品 2	90.8		87.7			
樣品 3	88.8	91.2 2.6	84.7			樣品 3	88.8	91.2 2.6	84.7	87.2 2.1		
樣品 4	90.3		86.7			樣品 4	90.3		86.7			