

環境部公告

中華民國113年3月28日

環部授研字第1135104079號

主 旨：預告訂定「水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（NIEA W506.24B）」草案。

依 據：行政程序法第154條第1項。

公告事項：

一、訂定機關：環境部。

二、訂定依據：水污染防治法第68條。

三、草案如附件。本案另載於本部國家環境研究院全球資訊網

（<https://www.moeenv.gov.tw/nera/C79C6CF22A0FE69D>）「核心業務與研究」／「檢測技術與方法」／「草案預告」網頁、行政院公報資訊網

（<https://gazette.nat.gov.tw/egFront/>）及公共政策網路參與平臺之眾開講（<https://join.gov.tw/policies/>）。

四、對於本公告內容有任何意見或修正建議者，請於本公告刊登公報之次日起60日內陳述意見或洽詢：

（一）承辦單位：國家環境研究院

（二）地址：桃園市中壢區民族路3段260號

（三）電話：（03）4915818分機2118

（四）傳真：（03）4910419

（五）電子郵件：junhuei.fan@moeenv.gov.tw

（六）聯絡人：范小姐

部 長 薛富盛

水中油脂檢測方法—液相萃取重量法(NIEA W506.24B)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檢測方法(APHA, 24th ed., Method 5520)及美國環境保護署檢測方法(U.S. EPA. Method 1664, Revision B)，且整合國際二種方法，並經國內一家實驗室驗證，爰依水污染防治法第六十八條，整併現行檢測相關規定，訂定「水中油脂檢測方法—液相萃取重量法(NIEA W506.24B)」草案，其要點如下：

- 一、 本方法適用於廢（污）水及放流水中油脂之檢測。
- 二、 水樣中油脂以正己烷萃取，經除水、蒸餾及烘乾，將正己烷蒸發後之餘留物稱重，即得油脂（正己烷抽出物）量；將油脂（正己烷抽出物）溶於正己烷，以活性矽膠吸附極性物質，過濾蒸乾後稱重，即得礦物類油脂量；油脂（正己烷抽出物）與礦物類油脂量之差，即為動植物性油脂量。
- 三、 如地面水體、地下水體、飲用水及海域水質中有油脂檢測需求，亦可參考本方法。

水中油脂檢測方法－液相萃取重量法(NIEA W506.24B)草案

公 告	說 明
主旨：訂定「水中油脂檢測方法－液相萃取重量法(NIEA W506.24B)」，並自中華民國一百十三年八月三十一日生效。	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 W506.24B

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，即得油脂（正己烷抽出物）量；將油脂溶於正己烷（正己烷抽出物），以活性矽膠吸附極性物質，過濾蒸餾並烘乾稱重，即得礦物類油脂量；油脂（正己烷抽出物）量與礦物類油脂量之差，即為動植物性油脂量。

二、適用範圍

本方法適用於放流水中油脂之檢測。（註1）

三、干擾

- （一）任何可溶解於正己烷溶劑中之元素硫、複雜的芳香族化合物、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2）
- （五）於檢測礦物類油脂時，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

玻璃器具在使用前須以清潔劑清潔，於試劑水洗淨乾燥後再以正己烷淋洗，以去除干擾物質。

- (一) 乾燥管：裝有約 10 g 無水硫酸鈉。
- (二) 蒸餾回收裝置：如附圖所示，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 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- (十一) 真空抽氣機或其他抽氣設備。
- (十二) 冰水浴。
- (十三) 廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。
- (十四) 玻璃攪拌棒。
- (十五) pH 試紙：pH 值測試範圍應可確認 pH 小於 2 之試紙，如範圍為 0 至 6 或 0 至 14。
- (十六) pH 測定儀：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。
- (十七) 布氏 (Buchner) 漏斗：陶瓷或玻璃材質，內徑 12 公分。
- (十八) 濾紙：Whatman 40 號或同級品，直徑 11 公分。

五、試劑

檢測時使用之試劑除非另有說明，否則至少必須為試藥級。使用之溶液或試劑，可依試藥配製比例製備所需使用體積。

- (一) 試劑水：不含有待測物質及干擾物質之蒸餾水或去離子水。
- (二) 鹽酸，1+1：將 1 體積之濃鹽酸緩緩加入 1 體積之試劑水中。

- (三) 硫酸，1+1：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， $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 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 定容瓶，以丙酮定容至標線（註 3）。
 - 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（註 4）。
 - 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。
 - 4. 溶液保存期限為 6 個月，若有變質或蒸發現象時應重新配製（註 5）。
- (十) 查核標準品：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（註 6）。

六、採樣與保存

- (一) 以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣。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。
- (二) 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。
- (三) 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，以下列 2 種方式擇一執行 pH 值之確認，並於 $>0\text{ }^\circ\text{C}$ 至 $\leq 6\text{ }^\circ\text{C}$ 冷藏，保存期限 28 天。。

1.方式 1

- (1)收集同體積的 2 瓶水樣，1 瓶僅限添加保存試劑調整確認 pH 值，不進實驗室分析油脂，另 1 瓶為檢測用樣品。
- (2)添加保存試劑測試樣品：將樣品瓶中水樣充分混合後，使用玻璃攪拌棒（或吸管）沾（吸）取樣品滴於 pH 試紙（請勿將 pH 試紙浸入瓶中或接觸蓋子上的樣品），或使用 pH 測定儀之電極，確認水樣 pH 值；若水樣 pH 值非小於 2，則在水樣中加入適量 1+1 鹽酸或 1+1 硫酸（一般而言，每 1 L 水樣加 5 mL 即足夠）酸化水樣，蓋上瓶蓋後搖晃瓶子充分混合，再依前項步驟確認 pH 值；重複調整及確認，直至水樣 pH 值小於 2，確定所需的酸體積。
- (3)檢測用樣品：將上述確定的加酸體積添加到代表性樣品瓶中。此樣品勿將 pH 試紙、pH 電極、攪拌棒或其他材料浸入將用於油脂測定的樣品中。

2.方式 2

- (1)將採集於樣品瓶之代表性水樣充分混合後，使用玻璃攪拌棒沾取樣品滴於 pH 試紙（請勿將 pH 試紙浸入瓶中或接觸蓋子上的樣品），確認水樣 pH 值；若水樣 pH 值非小於 2，則在水樣中加入適量 1+1 鹽酸或 1+1 硫酸（一般而言，每 1 L 水樣加 5 mL 即足夠）酸化水樣，蓋上瓶蓋後搖晃瓶子充分混合，再依前項步驟確認 pH 值；重複調整及確認，直至水樣 pH 值小於 2。
- (2)以正己烷沖洗玻璃攪拌棒 2 次至 3 次後（或目視確認無可萃取物殘留於玻璃攪拌棒），沖洗液併入步驟七（一）3. 分液漏斗中。

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 7）；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，確認方式可參考六、（三）。
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 分鐘以上。

5. 靜置分層，排出水層及少量有機層之後收集於樣品瓶，排出有機層使流經乾燥管，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) 若有機層不乾淨時，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. 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 分鐘以上。（註 8、註 9）
10. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於蒸餾後，放入 $85^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 之烘箱內約 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 正己烷於檢驗油脂之燒瓶，以溶解油脂（正己烷抽出物），或將水樣依步驟七（一）1 至 7 操作。
2. 於燒瓶中每 100 mg 油脂（正己烷抽出物）加入 3.0 g 矽膠，最多加入 30.0 g 矽膠（1000 mg 油脂（正己烷抽出物）），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。

(三) 動植物性油脂

七、步驟(一)項之油脂(正己烷抽出物)量減去七、步驟(二)項之礦物類油脂量即為動植物性油脂量。

八、結果處理

$$(一) \text{ 油脂(正己烷抽出物) (mg/L)} = \frac{A \times 10^6}{V}$$

驗油脂(正己烷抽出物)燒瓶增加之重量(g)

樣體積(mL)

$$(二) \text{ 礦物類油脂 (mg/L)} = \frac{B \times 10^6}{V}$$

驗礦物類油脂燒瓶增加之重量(g)

樣體積(mL)

$$(三) \text{ 動植物性油脂 (mg/L)} = \text{油脂(正己烷抽出物) (mg/L)} - \text{礦物類油脂 (mg/L)}$$

九、品質管制

(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%。

(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%。

十、精密度與準確度

單一實驗室執行查核標準品分析結果如附表所示。

十一、參考資料

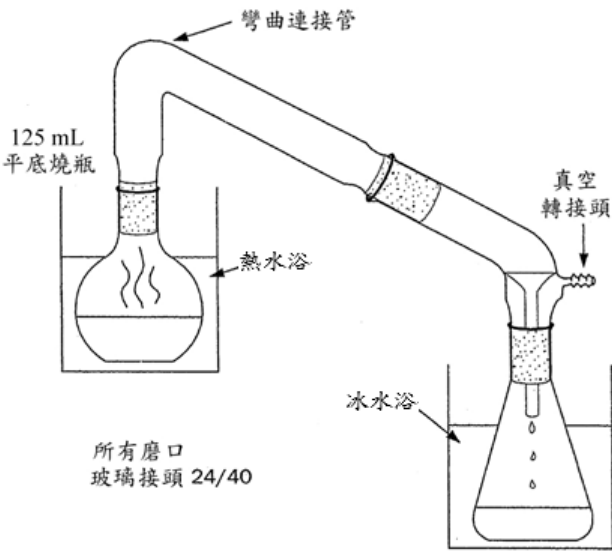
(一) APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Method 5520 Oil and Grease A, B, F, 2022.

(二) U.S. EPA Methods. n-Hexane extractable material (HEM; oil and grease) and silica gel treated n-hexane extractable material (SGT-HEM; non-polar material) by extraction and gravimetry. Method 1664B, 2010.

- 註1：如有地面水體、地下水體、廢（污）水、飲用水及海域水質中油脂檢測需求，可參考本方法。
- 註2：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3：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4：十六烷 / 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。
- 註5：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6：十六烷為礦物類油脂（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）。
- 註7：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8：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9：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，大約為每分鐘 60 轉至 80 轉（60 rpm 至 80 rpm）。

附表 單一實驗室執行查核標準品分析（分析次數＝4）結果

	油脂（正己烷抽出物）			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（%）
樣品1	94.8	91.2	2.6	89.7	87.2	2.1
樣品2	90.8			87.7		
樣品3	88.8			84.7		
樣品4	90.3			86.7		



附圖 蒸餾回收裝置示意圖