

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

「海水中油脂檢測方法－液相萃取重量法（OCA W502.50C）」公告（以下簡稱本公告）於一百零八年八月二十二日發布，並自一百零八年九月十五日生效。為因應海洋污染防治法（以下簡稱本法）於一百十二年五月三十一日修正公布，本公告授權依據由本法第九條第三項修正為第九條第五項，且因應行政院環境保護署更新相關方法，爰修正本公告，其修正要點如下：

- 一、修正生效日期。（修正主旨）
- 二、配合本法修正調整授權之項次。（修正依據）
- 三、修正本公告附件方法內容。（修正附件）

「海水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（OCA W502.50C）」公告附件「海水中油脂檢測方法—液相萃取重量法」修正規定對照表

修正規定	現行規定	說明
指定行政院環境保護署公告之「水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（NIEA W506.23B）」為「海水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（OCA W502.50C）」。	指定行政院環境保護署公告之「水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（NIEA W506.22B）」為「海水中油脂檢測方法—液相萃取重量法（OCA W502.50C）」。	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。
水中油脂檢測方法—液相萃取重量法	水中油脂檢測方法—液相萃取重量法	未修正。
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（<u>正己烷抽出物</u>）量；將油脂（<u>正己烷抽出物</u>）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，即得礦物類油脂量；油脂（<u>正己烷抽出物</u>）量與礦物類油脂量之差，即為動植物性油脂量。 二、適用範圍 本方法適用於地面水體、地下水體、廢（污）水、放流水及飲用水中油脂之檢測。 三、干擾 （一）任何可溶解於正己烷溶劑中之元素硫、複雜的芳香族化合物、含	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，即得礦物類油脂量；總油脂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、複雜的芳香族化合物、含	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。

(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 (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：2L。 (六) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。 (七) 燒瓶：200mL。 (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) 冰水浴。 (十三) <u>廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。</u> 五、試劑 (一) 試劑水：不含有待測物質及干擾	未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) 冰水浴。 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	
--	---	--

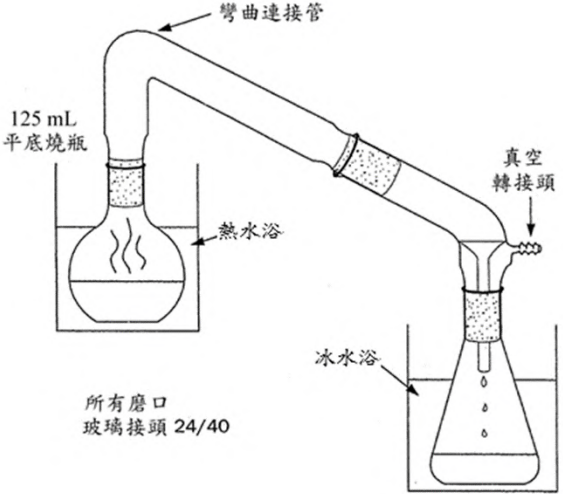
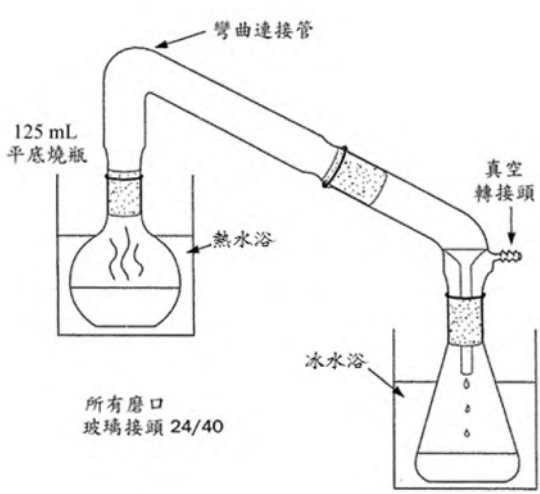
2. 溶解硬脂酸及十六烷，且溶液在室溫冷卻至體積回復標線後，將溶液轉移至 100 mL 至 150 mL 具鐵氟龍裡襯且附螺旋蓋之瓶中，旋緊瓶蓋，於瓶上標示液面位置，室溫下貯存於暗處（註3）。 3. 使用前，確認瓶上液面標示，若有需要，以丙酮補充體積至標示處。加熱再溶解所有可見之沈澱物，惟在使用前，須將溶液在室溫冷卻至體積回復標線。 4. 溶液最長保存期限為 6 個月，若有變質或蒸發現象時應重新配製（註4）。 （十）<u>查核標準品</u>：移取 10 mL $\pm$ 0.1 mL 十六烷/硬脂酸標準溶液至 950 mL 至 1050 mL 試劑水中，十六烷及硬脂酸之濃度皆約 20 mg/L（註5）。 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<u>試劑</u>	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3）。 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（註4）。 （十）<u>精密度與回收率標準品</u>（<u>Precision and recovery standard</u>）：移取 10mL $\pm$ 0.1 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	
---	---	--

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，<u>排出水層及少量有機層之後收集於樣品瓶，排出有機層使</u>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	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。	
---	---	--

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(<u>正己烷抽出物</u>)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 油脂(<u>正己烷抽出物</u>)加入 3.0 g 矽膠，最多加入 30.0 g 矽膠(1000 mg 油脂(<u>正己烷抽出物</u>))，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) <u>動植物性油脂</u> <u>步驟七(一)之油脂(正己烷抽出物)量減去步驟七(二)之礦物類油脂量即為動植物性油脂量。</u> 八、結果處理	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) <u>總油脂量</u> $(mg/L) = \frac{A \times 10^6}{V}$ A：檢驗<u>總油脂</u>燒瓶增加之重量(g) V：水樣體積(mL) (二) <u>礦物類油脂量</u> $(mg/L) = \frac{B \times 10^6}{V}$ B：檢驗<u>礦物類油脂</u>燒瓶增加之重量(g) V：水樣體積(mL) (三) <u>動植物性油脂量</u> (mg/L) = C - D C：<u>總油脂量</u> (mg/L) D：<u>礦物類油脂量</u> (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 次精密度與回收率標準品分析，<u>總油脂</u>回收率應介於	
--	---	--

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) U.S. EPA. 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 1664, Revision B, 2010. (三) 行政院環境保護署，水中油脂檢測方法—固相萃取重量法 NIEA W507.51C，中華民國109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	(二) U.S. EPA. 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 1664, Revision B, 2010. (三) 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3：十六烷/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8：若使用減壓濃縮機，水浴溫度以 40℃ 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）。 註9：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。		
---	--	--

修正規定	現行規定	說明
 圖一 蒸餾回收裝置示意圖	 圖一 蒸餾回收裝置示意圖	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。