

環境檢測標準方法研商會議程

一、主席致詞

二、方法草案討論：

- (一) 水中油脂檢測方法－索氏萃取重量法 (NIEA W505.55B)草案，(檢測技術中心，邱啓隆)
- (二) 水中油脂檢測方法－液相萃取重量法 (NIEA W506.24B)草案，(檢測技術中心，陳明君)
- (三) 水中油脂檢測方法－固相萃取重量法 (NIEA W507.52C)草案，(檢測技術中心，徐美榕)
- (四) 水中總石油碳氫化合物檢測方法－氣相層析儀火焰離子化偵測器法(NIEA W901.51B)草案，(檢測技術中心，陳明君)
- (五) 水中臭度檢測方法－初嗅數法(NIEA W206.53C)草案，(檢測技術中心，林采蓉)

三、主席結論

註1：會議資料請上本院網站草案預告區及最新消息查詢

註2：會議以 Google Meet 視訊召開

連結網址：<https://meet.google.com/ssi-zwhe-wjm>

水中油脂檢測方法－索氏萃取重量法草案

NIEA W505.55B

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。

二、適用範圍

本方法適用於廢（污）水及放流水（註1）中油脂之檢測。

本方法為效能基準 (Performance-based) 導向的分析方法，分析人員可依所使用索式萃取裝置的不同，適當調整正己烷沖提及回收方式，惟修改後之方法，應符合品質管制之規範。

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。
- (五) 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

玻璃器具於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) 布氏 (Buchner) 漏斗：陶瓷或玻璃材質，內徑 12 公分。
- (二) 濾紙：Whatman 40 號或同級品，直徑 11 公分。
- (三) 真空抽氣機或其他抽氣設備。
- (四) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (五) 索氏萃取裝置。
- (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 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- (十) 冰水浴。
- (十一) 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。
- (十二) 乾燥器。
- (十三) 烘箱。
- (十四) 廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。
- (十五) 燒瓶：125 mL；燒瓶使用前，須先放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $115\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之烘箱中烘乾，取出放入乾燥器，以去除干擾物質。
- (十六) 玻璃攪拌棒。
- (十七) pH 測定儀：具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。

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) 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 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。
- (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 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 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) 查核標準品：移取 10 mL ± 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)。
- (十一) 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。

六、採樣與保存

- (一) 採樣時以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣，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 $> 0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 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檢測用樣品瓶中。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) 將採集於樣品瓶之檢測用水樣充分混合後，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 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）6. 索氏萃取裝置之圓筒濾紙中。

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 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，確認方式可參考六、(三)。
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°C 至 105°C 烘約 30 分鐘。
6. 稱取燒瓶之空重 (先放入 90 °C ± 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 0.1 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)，將圓筒濾紙置入索氏萃取裝置，以約 100 mL 正己烷按每小時 16 循環至 24 循環之速率，萃取 4 小時 ± 30 分鐘。
7. 燒瓶內之正己烷，在 85 °C ± 2 °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 7、註 8)。
8. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於濃縮後，放入 85 °C ± 2 °C 之烘箱內約 10 分鐘。
9. 取出燒瓶，放入乾燥器中冷卻後稱重並記錄之 (至 0.1 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。(保留燒瓶及內容物以測定礦物類油脂)。

(二) 礦物類油脂

1. 加入約 100 mL 正己烷於檢驗油脂 (正己烷抽出物) 之燒瓶，以溶解油脂，或將水樣依步驟七 (一) 1 至 6 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 至 9 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

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

A：檢驗油脂（正己烷抽出物）燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

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

B：檢驗礦物類油脂燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

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

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。

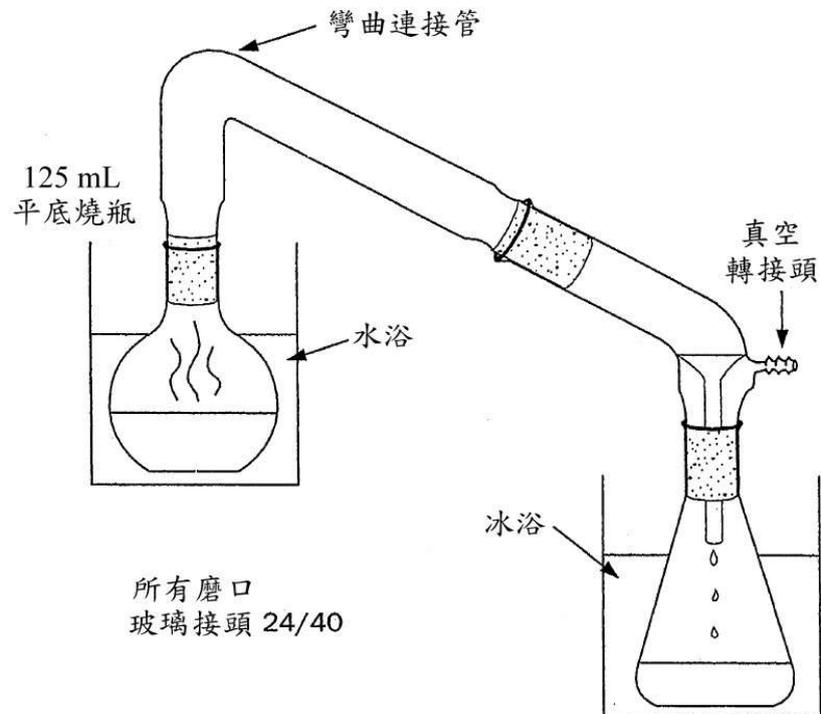
十一、參考資料

- (一) ~APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Soxhlet Extraction Method. Method 5520 Oil and Grease A, B, D, 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 1664, Revision B, 2010.

- 註 1：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。
- 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 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 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 $40 \text{ mg} \pm 1 \text{ mg}$ ，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 5：十六烷為礦物類油脂（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 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。
- 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 $85 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 註 8：若使用減壓濃縮機，水浴溫度以 $40 \text{ }^\circ\text{C}$ 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	87.2			86.0		
樣品2	86.5			84.5		
樣品3	91.5	87.8	2.6	92.0	86.6	3.7
樣品4	85.8			84.0		



附圖 蒸餾回收裝置示意圖

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：水中油脂檢測方法－索氏萃取重量法草案(NIEA W505.55B)

修正內容	現行內容	說明
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於廢（污）水、放流水（註1）中油脂之檢測。</p> <p>本方法為效能基準(Performance-based)導向的分析方法，分析人員可依所使用索式萃取裝置的不同，適當調整正己烷沖提及回收方式，惟修改後之方法，應符合品質管制之規範。</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>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。</p>	<p>增列註1及說明。</p>
<p>四、設備與材料</p> <p><u>玻璃器具於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。</u></p> <p>(一) 布氏 (Buchner) 漏斗：<u>陶瓷或玻璃材質</u>，內徑 12 公分。</p> <p>(五) 索氏萃取裝置。</p> <p>(十一) 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。</p> <p>(十五) 燒瓶：125 mL；<u>燒瓶使用前，須先放入 110 °C ± 5 °C 之烘箱中烘乾，取出放入乾燥器，以去除干擾物質。</u></p> <p>(十六) <u>玻璃攪拌棒。</u></p> <p>(十七) pH 測定儀：<u>具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。</u></p>	<p>四、設備與材料</p> <p>-</p> <p>(一) 布氏 (Buchner) 漏斗：內徑 12 公分。</p> <p>(五) 索氏萃取裝置：搭配 125 mL 萃取燒瓶。</p> <p>(十一) 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。</p> <p>-</p> <p>-</p> <p>-</p>	<p>增列說明。</p> <p>增加材質說明。</p> <p>刪除燒瓶說明。</p> <p>修正文字。</p> <p>增列項目。</p> <p>增列項目。</p> <p>增列項目。</p>
<p>五、試劑</p> <p><u>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。</u></p> <p>(十一) pH 試紙：<u>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。</u></p>	<p>五、試劑</p> <p>-</p>	<p>增列說明。</p> <p>增列項目。</p>
<p>六、採樣與保存</p>	<p>六、採樣與保存</p>	<p>玻璃器具清潔方式</p>

<p>(一) <u>採樣時以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣，水樣不得溢出樣品瓶且不得分裝樣品。檢驗時需全量分析。</u></p> <p>(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。</p> <p>(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，<u>下列 2 種方式擇一執行 pH 值之確認，並於 > 0 °C 至 ≤ 6 °C 冷藏，保存期限 28 天。</u></p> <p><u>1.方式 1</u></p> <p>(1)<u>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。</u></p> <p>(2)<u>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。</u></p> <p>(3)<u>檢測用樣品：將上述確定的加酸體積添加到檢測用樣品瓶中。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。</u></p> <p><u>2.方式 2</u></p> <p>(1)將採集於樣品瓶之檢測用水</p>	<p>(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，於試劑水洗淨乾燥後再以正己烷淋洗，以去除干擾物質。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p>	<p>調整至四、設備與材料，簡化（一）及（二）內容。</p> <p>修正水樣保存溫度範圍及增加 pH 值之確認方式。</p>
--	--	--

<p>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。</p> <p>(2)以正己烷沖洗玻璃攪拌棒 2 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）6. 索氏萃取裝置之圓筒濾紙中。</p>		
<p>七、步驟（一）</p> <ol style="list-style-type: none"> 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。 5. 將圓筒濾紙放在烘箱內以 103°C 至 105°C 烘約 30 分鐘。 7. 燒瓶內之正己烷，在 85 °C ± 2 °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 7、註 8）。 8. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於濃縮後，放入 85 °C ± 2 °C 之烘箱內約 10 分鐘。 	<p>七、步驟（一）</p> <ol style="list-style-type: none"> 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 值小於 2（一般而言，每 1 L 水樣加 5 mL 即足夠）。 5. 將圓筒濾紙放在烘箱內以 103°C 至 105°C 烘 30 分鐘。 7. 燒瓶內之正己烷，在 85°C ± 2°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）。 8. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣，於濃縮後，放入 85°C ± 2 °C 之烘箱內 10 分鐘。 	<p>修正時間條件。</p>
<p>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。</p>	<p>十、精密度與準確度 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>修正文字及刪除分析次數。</p>
<p>十一、參考資料 (一) APHA, AWWA, WEF.</p>	<p>十一、參考資料 (一) American Public Health Asso-</p>	<p>修正修正資料格</p>

<p><u>Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Soxhlet Extraction Method. Method 5520 Oil and Grease A, B, D, F, 2022.</u></p> <p>(二) U.S. EPA <u>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 1664, Revision B, 2010.</u></p>	<p>ciation, 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,D,F pp.5-41~5-47, 2017.</p> <p>(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.</p>	<p>式。</p>
<p>註 1：<u>如有地面水體、地下水體、飲用水及海域水質中油脂檢測需求，可參考本方法。</u></p>	<p>-</p>	<p>新增註釋及調整後列註釋之項次。</p>
<p>-</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>	<p>刪除無對應內文之註釋。</p>

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及飲用水中油脂之檢測。（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 定量瓶，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 $>0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 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 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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

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

A：檢驗油脂（正己烷抽出物）燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

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

B：檢驗礦物類油脂燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

(三) 動植物性油脂 (mg/L) = 油脂 (正己烷抽出物) (mg/L) - 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。

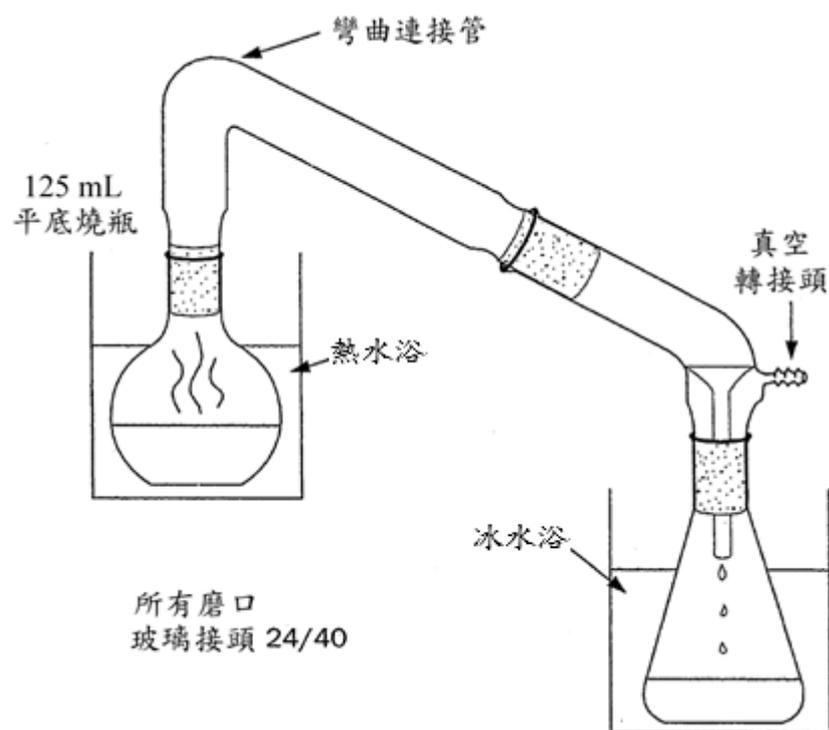
註 3：溶液可能需要加溫以完全溶解硬脂酸，若有加溫，溶液使用前須在室溫冷卻至體積回復標線，因劇烈震盪所產生的熱會增加溶液體積，而導致低回收率，溶液加溫後至少冷卻 1 個小時可獲致較佳結果。

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 $85 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 註 9：若使用減壓濃縮機，水浴溫度以 $40 \text{ }^\circ\text{C}$ 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			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		



附圖 蒸餾回收裝置示意圖

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：水中油脂檢測方法－液相萃取重量法(NIEA W506.24B)草案

修正條文	現行條文	說 明
方法名稱：水中油脂檢測方法－液相萃取重量法(NIEA W506.24B)	方法名稱：水中油脂檢測方法－液相萃取重量法(NIEA W506.23B)	依環境檢測標準方法命名及編碼原則修改編碼。
二、適用範圍 本方法適用於放流水中油脂之檢測。(註1)	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。	未有管制標準之水體，移至註1說明其適用性。
三、干擾 (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)	三、干擾 (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)	註1改為註2
四、設備與材料 <u>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。</u> (一)乾燥管：裝有約 10 g 無水硫酸鈉。 (二)蒸餾回收裝置：如 <u>附圖</u> 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。	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。	1. 新增第一段 2. 圖一改成附圖 3. 新增(十四)至(十八)

<p>(六)分析天平：可精稱至 0.1 mg。</p> <p>(七)燒瓶：200 mL。</p> <p>(八)磁石攪拌器。</p> <p>(九)磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。</p> <p>(十)水浴：能控制溫度於 85 °C ± 2 °C。</p> <p>(十一)真空抽氣機或其他抽氣設備。</p> <p>(十二)冰水浴。</p> <p>(十三)廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。</p> <p>(十四)玻璃攪拌棒。</p> <p>(十五)pH 試紙：<u>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。</u></p> <p>(十六)pH 測定儀：<u>具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。</u></p> <p>(十七)布氏 (Buchner) 漏斗：<u>陶瓷或玻璃材質，內徑 12 公分。</u></p> <p>(十八)濾紙：<u>Whatman 40 號或同級品，直徑 11 公分。</u></p>	<p>(九)磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。</p> <p>(十)水浴：能控制溫度於 85 °C ± 2 °C。</p> <p>(十一)真空抽氣機或其他抽氣設備。</p> <p>(十二)冰水浴。</p> <p>(十三)廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。</p>	
<p>五、試劑</p> <p><u>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。</u></p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>(四) 正己烷：殘量級。</p> <p>(五) 無水硫酸鈉 (Na₂SO₄)：分析級。</p>	<p>五、試劑</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</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>1. 新增第一段。</p> <p>2. 註 3 至註 5 編號依序續增為註 4 至註 6。</p> <p>3. (九)四，“溶液最長保存期限”去除“最長”</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 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）。 <p>(十) 查核標準品：移取 10 mL ± 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 6）。</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 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）。 <p>(十) 查核標準品：移取 10 mL ± 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）。</p>	
<p>六、採樣與保存</p> <p>(一) <u>以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣</u>，採樣時，水樣不得溢</p>	<p>六、採樣與保存</p> <p>(一) <u>以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣</u>，採樣前廣口玻璃瓶先</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. 刪除(一)。 2. 修改部分內文。 3. 以“> 0 °C 至 ≤

<p>出樣品瓶且不得分裝樣品。檢驗時需全量分析。</p> <p>(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。</p> <p>(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，<u>以下列 2 種方式擇一執行 pH 值之確認，並於 >0 °C 至 ≤6 °C 冷藏，保存期限 28 天。</u></p> <p><u>1.方式 1</u></p> <p>(1)<u>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。</u></p> <p>(2)<u>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。</u></p> <p>(3)<u>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。</u></p>	<p><u>以清潔劑清潔，於試劑水洗净乾燥後再以正己烷淋洗，以去除干擾物質。</u></p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>(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，<u>於此條件下，可保存 28 天。</u></p>	<p>6 °C”取代“4 °C ± 2 °C”。</p> <p>4.新增 pH 值之確認方式。</p>
---	---	---

<p><u>2.方式 2</u></p> <p><u>(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 1L 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。</u></p> <p><u>(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。</u></p>		
<p>七、步驟</p> <p>(一)油脂(正己烷抽出物)</p> <ol style="list-style-type: none"> 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。 	<p>七、步驟</p> <p>(一)油脂(正己烷抽出物)</p> <ol style="list-style-type: none"> 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,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。 	<ol style="list-style-type: none"> 1. 修改部分字句描述。 2. 萃取層改為有機層。 3. 註 6 至註 8 往後依序遞增為註 7 至註 9。

<p>(1) 乾燥管內裝有約 10 g 無水硫酸鈉，並先以正己烷潤濕。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>6. 將排出之水層及少量有機層重新倒入分液漏斗。</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>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）</p> <p>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。</p> <p>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）。</p>	<p>(1) 乾燥管內裝有約 10 g 無水硫酸鈉，並先以正己烷潤濕。</p> <p>(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。</p> <p>(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。</p> <p>6. 將排出之水層及少量有機層重新倒入分液漏斗。</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>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）</p> <p>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。</p> <p>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）。</p>	
<p>十、精密度與準確度</p>	<p>十、精密度與準確度 單一實驗室執行查核標準品</p>	<p>表一改為附表。</p>

<p>單一實驗室執行查核標準品 分析結果如附表所示。</p>	<p>分析結果如表一所示。</p>	
<p>十一、參考資料 (一) <u>APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. Method 5520 Oil and Grease A, B, F, 2022.</u> (二) U.S. EPA <u>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.</u></p>	<p>十一、參考資料 (一) American Public Health Association, American Water Works Association & Water Pollution Control Federation, <u>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.</u> (二) U.S. EPA. <u>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.</u> (三) <u>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。</u></p>	<p>1. 更新文件版本。 2. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。 3. 刪除參考資料 (三)</p>
<p>註 1：<u>如有海域水質中油脂檢測需求，可參考本方法。</u></p>		<p>註 1 內容為新增</p>
<p>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。</p>	<p>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。</p>	<p>註 1 改為註 2</p>
<p>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。</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 2 改為註 3</p>
<p>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。</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 3 改為註 4</p>

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 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。	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。	註 4 改為註 5
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 5：十六烷為礦物類油脂（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 5 改為註 6
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 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。	註 6 改為註 7
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 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。	註 7 改為註 8
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）。	註 8：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）。	註 8 改為註 9
	註 9： <u>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氣廢溶劑處理原則處理。</u>	刪除註 9
附表	表一	表一改為附表。
附圖	圖一	圖一改為附圖。

水中油脂檢測方法—固相萃取重量法草案

NIEA W507.52C

一、方法概要

水中油脂經固相萃取膜吸附並以正己烷沖提後，將經無水硫酸鈉除水之沖提液收集至燒瓶中，蒸餾後將餘留物稱重，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

本方法適用於廢（污）水及放流水（註1）中油脂之檢測。在以液相萃取法萃取時會發生嚴重乳化之樣品，可選擇使用本方法進行檢測。

本方法為效能基準 (Performance-based) 導向的分析方法，分析人員可依所使用固相萃取裝置的不同，適當調整正己烷沖提及回收方式，惟修改後之方法，應符合品質管制之規範。

三、干擾

- (一) 任何可被萃取膜萃取且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) 樣品須均勻通過固相萃取膜，否則會降低油脂之回收率。
- (三) 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。
- (四) 重油中的殘留物可能含有相當多無法萃取之物質。
- (五) 當正己烷沖提液流經乾燥管，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，再淋洗燒瓶兩次，洗液一併收集至濾液中，繼續依七、步驟（一）12 至 14 完成蒸餾及烘乾稱重。（註2）
- (六) 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。
- (七) 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

玻璃器具於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) 固相萃取裝置：儲液器 (Reservoir)、固相萃取膜固定座及沖提液收集容器組成之裝置，包含手動、半自動或全自動設備。
- (二) 油脂固相萃取膜：疏水性基質中內含 C₁₈ 吸附顆粒或同級品，膜直徑 90 mm 或其他規格。
- (三) 燒瓶：125 mL。燒瓶使用前，須先放入 105 °C 至 115 °C 之烘箱中烘乾，取出放入乾燥器，以去除干擾物質。
- (四) 水浴：能控制溫度於 85 °C ± 2 °C。
- (五) 真空抽氣機或其他抽氣設備。
- (六) 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。
- (七) 冰水浴。
- (八) 乾燥器。
- (九) 烘箱。
- (十) 磁石攪拌器。
- (十一) 磁石：以鐵氟龍 (Teflon) 塗覆。
- (十二) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (十三) 乾燥管：可裝約 10 g 無水硫酸鈉。
- (十四) 廣口玻璃瓶：1 L 或其他適當體積。
- (十五) 玻璃攪拌棒。
- (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。

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 mg \pm 2 mg 硬脂酸及 200 mg \pm 2 mg 十六烷於 100 mL 定量瓶，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 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 6）。
- (十一) 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。

六、採樣與保存

- (一) 採樣時以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣，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) 將採集於樣品瓶之檢測用水樣充分混合後，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到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. 固相萃取裝置儲液器中。

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 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，確認方式可參考六、（四）。
2. 組合固相萃取裝置，並依據廠商之使用手冊調理 (Condition) 固相萃取膜（註 8），在倒入樣品萃取前，應保持萃取膜溼潤。
3. 將樣品倒入儲液器，若樣品含大量懸浮固體或底泥，可能會阻塞萃取膜時，將樣品靜置待固體物沈澱後，將上澄液倒入儲液器中。
4. 打開真空抽氣機，以 100 mL/min 速率（註 9）進行抽氣，在萃取膜快乾前，倒入含有沉澱物之剩餘樣品。
5. 樣品萃取完成後，以真空抽氣機抽氣 10 分鐘，儘可能去除萃取膜殘留水分（註 10），然後更換收集容器。

6. 取 1 份正己烷淋洗樣品瓶後倒入儲液器，過程中要確認淋洗儲液器壁。
7. 施加些微真空，吸取數滴正己烷通過萃取膜後解除真空，使溶劑浸泡萃取膜 2 分鐘。
8. 施加足夠真空沖提並收集沖提液。（註 11）
9. 萃取膜抽乾後，取第 2 份正己烷重複沖提程序，並合併沖提液。
10. 將沖提液流經乾燥管，收集於燒瓶。
 - (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。
11. 以正己烷淋洗收集容器，移入乾燥管中一併收集於燒瓶內。
12. 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 12）
13. 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。
14. 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。（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（正己烷抽出物）之燒瓶，以溶解油脂，或將水樣依七、步驟（一）1 至 11 操作。
2. 於燒瓶中每 100 mL 溶劑或每 100 mg 油脂（正己烷抽出物）中加入 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）12 至 14 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

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

A：檢驗油脂（正己烷抽出物）燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (mL)

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

B：檢驗礦物類油脂燒瓶增加之重量 (g)

V：水樣體積 (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

(一) 單一實驗室以自動及手動固相萃取系統，分析 46 個以十六烷及硬脂酸配製濃度約 20 mg/L 之查核樣品，回收率分別為 87.1% ±7.8% 及 92.5% ±4.4%。

(二) 廢水樣品之精密度可能因基質不同而改變，單一實驗室進行 8 種家庭廢水（濃度範圍 18 mg/L 至 60 mg/L）重複分析（分析次數 = 4 至 6），平均變異係數 (CV) 為 9.0%；另一實驗室進行 16 種不同基質之廢水樣品（濃度範圍 4 mg/L 至 3000 mg/L）重複分析 (n=4)，變異係數範圍為 1.1% 至 57.1%；四家實驗室之合併結果 (Pooled results) 顯示平均變異係數為 17.0% ±13.8%。

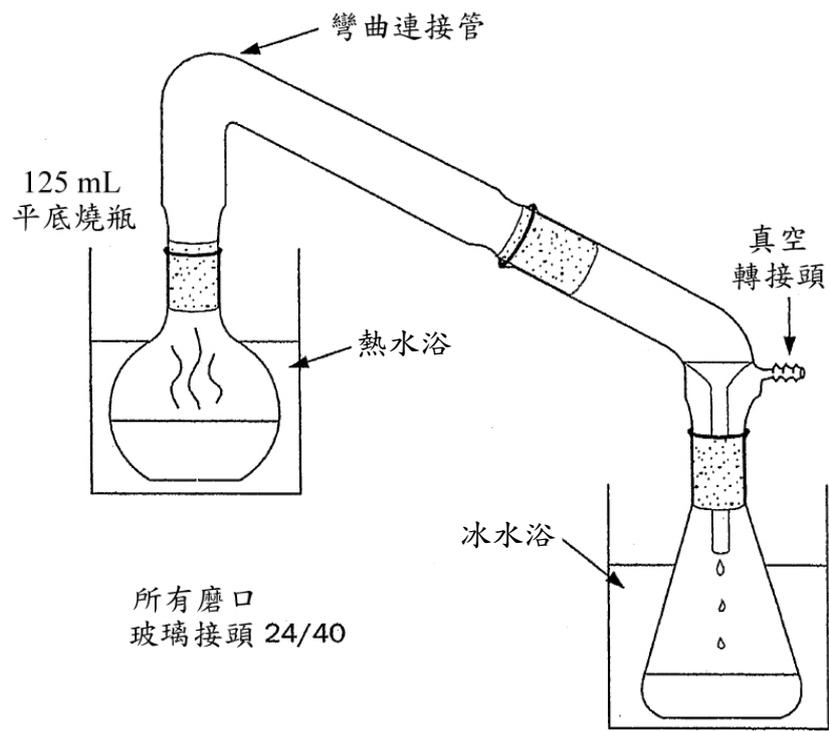
(三) 單一實驗室基質添加分析之管制圖，平均相對差異百分比為 2.2%，平均回收率為 87.2%，標準偏差為 5.5%。

十一、參考資料

(一) APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Waste water, Solid-Phase, Partition-Gravimetric Method. 5520 Oil and Grease A, B, F, G, 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 1664, Revision B, 2010.

- 註 1：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。
- 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 mg \pm 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。
- 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：調理為獲致均勻流動及良好回收率之重要程序。
- 註 9：較快的萃取速率將會減少回收率。
- 註 10：樣品萃取後，於沖提前要確保萃取膜完全乾燥；然而，使用丙酮淋洗幫助乾燥，將導致低回收率。
- 註 11：在沖提期間，小心控制真空度，以使溶劑完全滲入萃取膜。
- 註 12：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。



圖一 蒸餾回收裝置示意圖

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：水中油脂檢測方法－固相萃取重量法草案(NIEA W507.52C)

修正內容	現行內容	說明
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於廢(污)水、放流水<u>(註1)</u>中油脂之檢測。</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>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。</p>	<p>只列管制之水體 非有管制標準之水體檢測需求增列註1。</p>
<p>四、設備與材料</p> <p><u>玻璃器具於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。</u></p> <p>(三)燒瓶：125 mL。<u>燒瓶使用前，須先放入 110 °C ± 5 °C 之烘箱中烘乾，取出放入乾燥器，以去除干擾物質。</u></p> <p>(十一)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。</p> <p>(十五)玻璃攪拌棒。</p> <p>(十六)pH 測定儀：<u>具有自動溫度或手動溫度補償功能，可讀至 0.01。</u></p>	<p>四、設備與材料</p> <p>-</p> <p>(三)燒瓶：125 mL。</p> <p>(十一)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。</p> <p>-</p>	<p>增列說明。</p> <p>增加燒瓶處理說明</p> <p>修正文字。</p> <p>增列項目。</p> <p>增列項目。</p>
<p>五、試劑</p> <p><u>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。</u></p> <p>(十一)pH 試紙：<u>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。</u></p>	<p>五、試劑</p> <p>-</p>	<p>增列說明。</p> <p>增列項目。</p>
<p>六、採樣與保存</p> <p>(一)採樣時以廣口玻璃瓶採集具代表性水樣，水樣不得溢出樣品瓶且不得分裝樣品。檢驗時需全量分析。</p> <p>(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。</p> <p>(三)若水樣於採樣後 2 小時內</p>	<p>六、採樣與保存</p> <p>(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，於試劑水洗淨乾燥後再以正己烷淋洗，以去除干擾物質。</p> <p>(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。</p>	<p>增加 pH 值之確認方式及修正水樣保存溫度範圍。</p>

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 °C 至 6 °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

- (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。

<p>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。</p> <p>(2)以正己烷沖洗玻璃攪拌棒後(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. 固相萃取裝置儲液器中。</p>		
<p>七、步驟(一)</p> <p>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, <u>確認方式可參考六、(四)。</u></p> <p>12. 燒瓶內之正己烷,在 85 °C ±2 °C 水浴上蒸餾(正己烷可回收使用)並乾燥之, <u>最後以真空抽氣機抽氣 1 分鐘以上。(註 12)</u></p> <p>13. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣,於蒸餾後,放入 85 °C ±2 °C 之烘箱內約 10 分鐘。</p>	<p>七、步驟(一)</p> <p>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 值小於 2 (一般而言,每 1 L 水樣加 5 mL 即足夠)。</p> <p>12. 燒瓶內之正己烷,在 85 °C ±2 °C 水浴上蒸餾(正己烷可回收使用)並乾燥之。</p> <p>13. 為避免燒瓶內仍殘存有正己烷或水氣,於蒸餾後,放入 85 °C ±2 °C 之烘箱內 10 分鐘。</p>	<p>增加說明</p> <p>修正時間條件。</p>
<p>十一、參考資料</p> <p>(一) <u>APHA,AWWA,WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Waste water, Solid-Phase,Partition-Gravimetric Method. 5520 Oil and Grease A, B, F, G, 2022.</u></p> <p>(二) U.S.EPA Method. 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.</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,D,F pp.5-41~5-47, 2017.</p> <p>(二) U.S. EPA. n-Hexane extractable material (HEM; oil and grease) and silica gel treated n-hexaneextractable Material(SGT-HEM; on-polar material) by extraction</p>	<p>修正修正資料格式。</p>

	and gravimetry. Method 1664, Revision B, 2010. (三) 行政院環境保護署，水中油脂檢測方法—液相萃取重量法 NIEA W506.22B，中華民國 108 年。	刪除
註 1： <u>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。</u>	-	新增註釋及調整後列註釋之項次。
-	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。	刪除無對應內文之註釋。

水中總石油碳氫化合物檢測方法

— 氣相層析儀火焰離子化偵測器法草案

NIEA W901.51B

一、方法概要

本方法測定水中總石油碳氫化合物(Total petroleum hydrocabons, TPH), 其涵蓋範圍為含碳數 C_6 至 C_{50} 等之石油碳氫化合物。檢測低碳數範圍之樣品 (C_6 至 C_9 , 如汽油類), 採用吹氣捕捉(Purge & Trap) 或平衡狀態頂空(Equilibrium headspace)方式等導入氣相層析儀火焰離子化偵測器(Gas chromatograph flame ionization detector, GCFID) 中分析其含量。檢測高碳數範圍之樣品 (C_{10} 至 C_{50} , 如柴油、燃料油、機油等重質油類), 以液液萃取(Liquid-liquid extraction)或其他適當方式萃取, 萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後, 使用耐 400°C 以上高溫之層析管柱, 以 GCFID 分析其含量。

二、適用範圍

本方法適用於地面水體、地下水、放流水、飲用水及飲用水水源等之總石油碳氫化合物 (含碳數 C_6 至 C_{50} 範圍) 的含量檢測。(註 1)

三、干擾

- (一) 分析高濃度總石油碳氫化合物樣品後, 接著分析低濃度樣品, 會產生污染現象。為避免交互污染, 樣品注射針或吹氣裝置在各樣品間必須以適當的溶劑潤洗。當分析到不尋常的高濃度樣品時, 於潤洗後應隨之注入溶劑空白以查核是否仍有交互污染情形。
- (二) 鄰苯二甲酸酯類會引起分析上嚴重之干擾, 此類污染常源自塑膠器皿, 故在採樣及分析過程中, 不可使用塑膠器皿。
- (三) 玻璃器皿必須清洗以避免干擾, 一般以溶劑淋洗, 然後以清潔劑清洗, 再以自來水、試劑水或有機溶劑淋洗。玻璃器皿晾乾或烘乾 (僅限於非定容器皿) 後, 適當貯放, 避免污染。
- (四) 火焰離子化偵測器為非選擇性偵測器, 樣品中一些非石油類之有機碳氫化合物均可能會干擾分析。

- (五) 萃取過程中發生乳化現象時，可加入適量氯化鈉、攪拌或進行連續式液液萃取等方式去除乳化。
- (六) 因受到風化(Weathering)或生物分解而影響到圖譜型態之研判時，建議再以氣相層析質譜儀(Gas chromatograph mass spectrometer, GC/MS)確認之。
- (七) 高碳數油品層析圖中的基線上昇或隆丘，這是在石油系碳氫化合物分析中特有的現象，非油品有機化合物可能造成檢測之干擾。

四、設備與材料

(一) 氣相層析儀

1. 完整的氣相層析儀分析系統，應具備樣品注入或導入系統以及所有需要之配件，包括偵測器、氣相層析管柱、注射器、氣體以及數據處理系統。
2. 氣相層析管柱：
 - 管柱 1：DB-624，長度 30 m 或 60 m × 0.25 mm 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 μm 至 1.8 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₆ 至 C₉ 範圍之層析管柱。
 - 管柱 2：DB-1(HT)，長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。
 - 管柱 3：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。
3. 偵測器：火焰離子化偵測器。

(二) 吹氣捕捉進樣裝置

1. 微量注射針：2 μL、5 μL、10 μL 及 25 μL 以上之注射針；而 2 μL 及 5 μL 之注射針內，附 0.5 mm 內徑之不鏽鋼實心推針。
2. 注射針閥：二通式，具旋轉密合接頭，適用於吹氣裝置。
3. 注射針筒：5 mL 或適量容積注射針筒，氣密式具開關閥。

4. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。
5. 小樣品瓶：約 2 mL，供配製標準品盛裝用棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。
6. 樣品瓶：約 40 mL，採集水樣用之棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。
7. 氮氣及氬氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。
8. 吹氣捕捉裝置或自動化吹氣捕捉裝置：吹氣捕捉裝置包括三個獨立的設備-樣品吹氣設備、捕捉管及脫附設備。以下為參考條件：
 - (1)吹氣腔：可承裝 5 mL 至 25 mL，樣品吹氣可採用直管式或濾膜式吹氣方式。
 - (2)捕捉管：填充物的吸附劑如 VOCARB 3000、K Type Trap 等適當吸附材質。
 - (3)脫附設備：可將捕捉管快速加熱至約 270 °C 以上進行脫附。

(三) 液液萃取設備及材料

1. 採樣瓶：1 L，棕色玻璃材質，附螺旋瓶蓋，瓶蓋內襯為鐵氟龍墊片。若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以避免照光。使用前，玻璃瓶及瓶蓋內襯應事先清洗乾淨，並以丙酮或二氯甲烷淋洗後晾乾，以避免污染。
2. 分液漏斗：2 L，硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓，不得使用潤滑油脂。
3. 圓底燒瓶：250 mL 或 500 mL 等，硼矽玻璃材質。
4. 濃縮裝置：可使用減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮定量裝置、離心減壓濃縮裝置，或其他相似功能之裝置。
5. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。
6. 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
7. 注射針或微量移液管。

8. 氮氣及氬氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。
9. 氮氣吹乾裝置。
10. 水浴裝置或加熱包裝置：須可提供穩定熱源控制功能。
11. 除水裝置：無水硫酸鈉去水玻璃管柱或其他相似具除水功能之材料或裝置。

- (四) 頂空進樣裝置。
- (五) 自動注射樣品裝置。
- (六) 其他適當之進樣裝置。

五、試劑 (註 2)

- (一) 試劑水：不含待測有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水，且水中干擾物之濃度低於方法偵測極限。
- (二) 甲醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷：試藥級或同級品。
- (三) 無水硫酸鈉：粒狀，殘量級。
- (四) C₆ 至 C₉ 低碳數儲備標準溶液：可用市售之汽油或購買經確認濃度之標準溶液，做為 C₆ 至 C₉ 定量標準溶液，儲存於 -10 °C 以下。
- (五) C₆ 至 C₉ 低碳數滯留時間範圍標準品：以 2-甲基戊烷(2-methylpentane)標準品之滯留時間做為起始點，及以 1,2,4-三甲基苯(1,2,4-trimethylbenzene)標準品之滯留時間做為結束點，用以建立 C₆ 至 C₉ 低碳數範圍始末滯留時間。
- (六) C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數儲備標準溶液：購置經確認濃度之標準溶液，含有 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 成分，做為 C₁₀ 至 C₅₀ 定量標準溶液。
- (七) C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數滯留時間範圍標準品：以 C₁₀ 標準品之滯留時間做為起始點及 C₅₀ 標準品之滯留時間做為結束點，用以建立 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數始末滯留時間。
- (八) 中間標準溶液：由五、(四) 儲備標準溶液，以甲醇為溶劑配製 C₆ 至 C₉ 低碳數範圍中間標準溶液，儲存於 -10 °C 以下；由五、(六) 儲備標準溶液，以二氯甲烷為溶劑配製 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數

範圍中間標準溶液，用以製作檢量線。

- (九) 查核及添加標準溶液： C_6 至 C_9 低碳數查核及添加標準溶液，由低碳數儲備標準溶液以甲醇稀釋至適當濃度備用。 C_{10} 至 C_{50} 高碳數查核及添加標準溶液，由高碳數儲備標準溶液以丙酮或其他可溶於水相之溶劑稀釋至適當濃度備用，或使用市售之柴油或柴油以上之油品配製至適當濃度備用或購買經確認濃度之標準品備用。

六、採樣與保存

- (一) 以乾淨採樣瓶裝填樣品時，須避免採樣人員的手套接觸樣品而產生污染。
- (二) 進行 C_6 至 C_9 低碳數樣品採樣時，使用乾淨之約 40 mL 棕色玻璃樣品瓶，須以輕緩的動作將水樣導入採樣瓶內，避免震動而使水中之汽油揮發性物質漏失。裝滿水樣後，蓋上含鐵氟龍墊襯之瓶蓋鎖緊（鐵氟龍墊襯一面須接觸液面），並翻轉過來查看是否有氣泡產生，若有氣泡則重採樣品。採樣後，立即密封樣品，必須冷藏在 $>0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 保存，並於 14 天內完成分析。
- (三) 進行 C_{10} 至 C_{50} 高碳數樣品採樣時，使用乾淨之棕色玻璃採樣瓶，收集水樣 1 L 以上（採樣瓶不得以擬採之水預洗）。採樣後，立即密封樣品，所有樣品在採集後到萃取前，必須冷藏在 $>0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ ，採樣後 14 天內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。

七、步驟

若已知污染樣品來源且有足夠之證據證明其屬於何類油品洩漏或碳數範圍，直接進行低碳數或高碳數方法檢測。對於不確定或不明污染之樣品，則應同時進行低碳數（ C_6 至 C_9 ）及高碳數（ C_{10} 至 C_{50} ）之方法檢測。

(一) 樣品進樣方式及前處理方法

1. 檢測水中低碳數範圍之樣品（ C_6 至 C_9 ，如汽油類）時，可採用吹氣捕捉或平衡狀態頂空方式導入 GCFID 中分析。吹氣捕捉方式步驟參考如下：

由自動進樣設備選擇 5 mL 或 25 mL 等適量水樣導入吹氣捕捉系統，或以手動方式將 5 mL 或其他容積注射針的腔塞移出，關閉針閥，加入不含有機物的試劑水至溢流，裝回腔塞，打開針閥調整不含有機物的試劑水至 5 mL 或適當水樣，再以微量注射

針取 1 μL 檢量線標準溶液加入注射針內，關閉針閥，翻轉搖晃使之混合均勻，然後將注射針接至吹氣捕捉裝置，打開注射針之雙向閥，將此含有汽油標準溶液試劑水注入吹氣管內，關閉所有閥門，移去注射針，開始吹氣捕捉及層析分析的步驟。

2. 檢測水中高碳數範圍之樣品 (C_{10} 至 C_{50} ，如柴油、燃料油、機油等重質油類) 時，以液液萃取或其他適當方式萃取，萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後，使用耐 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 以上高溫之層析管柱，以 GCFID 分析。液液萃取步驟參考如下：

- (1) 萃取：在水樣瓶上標示水平刻度（由試劑水或自來水推算分析水樣之體積），將全量水樣倒入 2 L 之分液漏斗中，量取 60 mL 二氯甲烷，倒入採樣瓶內沖洗之，然後將洗液倒入分液漏斗，搖動，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角瓶，再重複二氯甲烷萃取步驟 2 次，有機層合併收集於三角瓶中。作添加及查核樣品分析時，標準液須先轉移於丙酮或可溶於水相之溶劑中，再行添加於水樣。

- (2) 去水

- A. 無水硫酸鈉去水管柱除水：置少許玻璃棉於去水玻璃管柱底部，然後加入適量無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於圓底燒瓶，再以二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管 2 次至 3 次，合併洗液於濃縮瓶。

- B. 其他相當除水功能之材料或裝置。

- (3) 濃縮：以適當濃縮裝置濃縮萃取液至近乾，以二氯甲烷定容至 1 mL 或適當體積（註 3）。

- (4) 注射 1 μL 此萃取液於氣相層析儀中，進行樣品的分析。

（二）氣相層析（建議參考條件）

1. 低碳數 (C_6 至 C_9) 總石油碳氫化合物

管柱 1：DB-624，長度 30 m 或 60 m \times 0.25 mm 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 μm 至 1.8 μm 或同級品。

載流氣體(He)流速：5 mL/min 至 7 mL/min

輔助氣體(N_2)流速：30 mL/min

注射口溫度：200 °C

偵測器溫度：300 °C

起始溫度：40 °C，持續 6 分鐘

升溫速度：40 °C 以每分鐘 8 °C 升溫至 240 °C

最終溫度：240 °C，持續 0 分鐘

氫氣流速：40 mL/min

空氣流速：350 mL/min

2. 高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 總石油碳氫化合物 (註 4)

管柱 2：DB-1 (HT) 長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品。

載流氣體(He)流速：2 mL/min

輔助氣體(N₂)流速：25 mL/min

注射口溫度：370 °C (註 5)

偵測器溫度：380 °C

起始溫度：40 °C，持續 5 分鐘

升溫速度：40 °C 以每分鐘 10 °C 升溫至 380 °C

最終溫度：380 °C，持續 10 分鐘

氫氣流速：35 mL/min

空氣流速：350 mL/min

3. 高碳數 C₁₀ 至 C₅₀ 總石油碳氫化合物

管柱 3：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品。

載流氣體(He)流率：3 mL/min

輔助氣體(N₂)流率：25 mL/min

注射口溫度：370 °C

偵測器溫度：380 °C

起始溫度：35 °C，持續 2.5 分鐘

升溫速度：35 °C 以每分鐘 10 °C 升溫至 380 °C

最終溫度：380 °C，持續 10 分鐘

氫氣流率：35 mL/min

空氣流率：350 mL/min

(三) 檢量線製備

1. 低碳數 (C₆ 至 C₉) 檢量線製備，以不含有機物試劑水來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液導入氣相層析儀，選取代表低碳數範圍 (C₆ 至 C₉) 所在層析滯留時間，以 2-甲基戊烷為第一個析出成份起始滯留時間，至 1,2,4-三甲基苯最後一個析出成份滯留時間結束 (如圖一) 時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和 (A_L) 與其不同濃度之標準品重量 (W_L)，計算校正因子 (Calibration factor, CF)，其公式如下：

$$CF = A_L / W_L$$

CF：校正因子

A_L：時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和

W_L：不同濃度之標準品重量，單位 ng

2. 高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 檢量線製備，以二氯甲烷或正己烷為溶劑來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液注入氣相層析儀，選取代表性高碳數烷類標準品 C₁₀、C₁₆、C₃₄ (如圖二) 三個成分之尖峰面積 (A_h) 與其不同濃度之標準品重量 (W_h)，分別計算校正因子，其公式如下：

$$CF = A_h/W_h$$

CF：校正因子

A_h ：個別成分之尖峰面積

W_h ：不同濃度之標準品重量，單位 ng

3. 建立起始檢量線，最低一點濃度宜與方法定量極限之濃度相當，其餘的濃度須涵蓋實際樣品的預測濃度，或在偵測器之工作範圍內。
4. 計算平均校正因子：

$$\overline{CF} = \frac{\sum_{i=1}^n CF_i}{n}$$

\overline{CF} ：平均校正因子

CF_i ：個別的校正因子

n：檢量線標準品點數

若校正因子在檢量範圍內之相對標準偏差(Relative standard deviation, RSD)小於或等於 20%，則可假設檢量線為通過原點之直線，以平均校正因子進行定量分析。若 RSD 大於 20%，則必須矯正系統或重新製作檢量線。

除上述要求外，以高碳數烷類標準品 C_{10} 、 C_{16} 、 C_{34} 製作之檢量線，須計算三成分之平均校正因子(\overline{CF})，其 RSD 須小於或等於 20%，否則須特別檢查 C_{34} 之感應強度可能有偏低之情形，矯正系統或重新製作檢量線。

5. 計算平均校正因子：檢量線製作之同時，須配製第二來源之檢量線中間濃度標準品進行檢量線之確認，所得校正因子之相對誤差在 $\pm 15\%$ 以內，則此檢量線有效，否則必須矯正系統或重新製

作檢量線。

(四) 計算 (註6)

1. 水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 總石油碳氫化合物樣品 (如圖三) 定量方式：以 2-甲基戊烷為起始滯留時間至 1,2,4-三甲基苯滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上之尖峰面積加總，相對於低碳數 (C₆ 至 C₉) 油品類平均 CF 計算而得。
2. 水中高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 總石油碳氫化合物樣品 (如圖四、圖五) 定量方式：以 C₁₀ 起始滯留時間至 C₅₀ 滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上尖峰面積加總，相對於以 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 三成分之平均 CF 值計算而得。

八、結果處理

(一) 外標準品校正法：樣品中待測物之濃度可依據建立之平均校正因子及待測物之尖峰面積總合計算之。

1. 水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 樣品總石油碳氫化合物計算：

$$C = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times 10^{-3}$$

C：水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 樣品濃度 (mg/L)

A：2-甲基戊烷至 1,2,4-三甲基苯滯留時間範圍內之尖峰面積總和

D：樣品稀釋倍數

V：水樣之體積 (mL)

\overline{CF} ：平均校正因子

2. 水中高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 樣品總石油碳氫化合物計算：

$$C = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times \frac{V_1}{V_2}$$

C：水中高碳數（C₁₀ 至 C₅₀）樣品濃度 (mg/L)

A：萃取液 C₁₀ 至 C₅₀ 滯留時間範圍內之尖峰面積總和

V₁：萃取液之定容體積 (mL)

D：萃取濃縮液稀釋倍數

V₂：萃取液注入量 (μL)

V：水樣之體積 (mL)

\overline{CF} ：平均校正因子

(二) 樣品分析結果若同時存在低碳數（C₆ 至 C₉）及高碳數（C₁₀ 至 C₅₀）油品污染時，需將低碳數（C₆ 至 C₉）分析結果及高碳數（C₁₀ 至 C₅₀）分析結果加總起來，即為本方法所測定之總石油碳氫化合物濃度。

(三) 報告處理：

1. 依七、步驟流程：（樣品已知油品洩漏來源）

(1) 已知屬高碳數油品污染樣品：

TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值

(2) 已知屬低碳數油品污染樣品：

TPH 測值 (mg/L) = 低碳數測值

2. 依七、步驟流程：（樣品不確定油品屬性）

(1) 高、低碳數均有測值時：

TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值 + 低碳數測值

(2) 高碳數有測值、低碳數低於偵測極限時：

TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值 + 低碳數 MDL 值

(3) 低碳數有測值、高碳數低於偵測極限時：

TPH 測值 (mg/L) = 低碳數測值 + 高碳數 MDL 值

(4) 高、低碳數均無測值時（低於偵測極限時）：

TPH 測值 (mg/L) = ND. 【小於（高碳數 MDL 值 + 低碳數 MDL 值）】

九、品質管制

- (一) 檢量線查核：每批次樣品或每 12 小時，須查核檢量線之適用性，所測得濃度之相對誤差值應在 $\pm 15\%$ 以內。
- (二) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行 1 個空白樣品分析，空白樣品分析結果應小於 2 倍方法偵測極限。
- (三) 查核樣品分析：以試劑水添加適量標準溶液或市售確認油品濃度進行查核樣品分析，計算其回收率。每一批次或每 10 個樣品執行 1 個查核樣品分析。
- (四) 重複樣品分析：每一批次或每 10 個樣品執行 1 個重複樣品分析。
- (五) 添加樣品分析：添加適量標準溶液或市售確認油品濃度到真實水樣後進行分析，計算其回收率。每批次或每 10 個樣品中應做 1 個樣品添加。

十、精密度與準確度

- (一) 表一及表二為單一實驗室進行淡水及海水基質添加汽油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 $0.81 \mu\text{g/L}$ 及 $0.88 \mu\text{g/L}$ 。
- (二) 表三及表四為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質添加汽油樣品之總碳氫化合物，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。
- (三) 表五及表六為單一實驗室進行淡水及海水基質添加柴油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 $7.5 \mu\text{g/L}$ 及 $21.2 \mu\text{g/L}$ 。
- (四) 表七及表八為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質添加柴油之總

碳氫化合物，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，水中石油系碳氫化合物檢測方法之建立，EPA-89-E3S3-03-01，中華民國 89 年。
- (二) 環境部，層析檢測方法總則 NIEA M150.00C，中華民國 91 年。
- (三) 環境部，水中揮發性有機化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析質譜儀法 NIEA W785.57B，中華民國 109 年。
- (四) 環境部，水中汽油總碳氫化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W787.51B，中華民國 99 年。
- (五) 環境部，水中柴油總碳氫化合物檢測方法—氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W802.51B，中華民國 99 年。
- (六) 環境部，樣品製備與萃取方法—吹氣捕捉法 NIEA R104.03C，中華民國 102 年。
- (七) 環境部，分液漏斗液相—液相萃取法 NIEA R106.02C，中華民國 101 年。
- (八) 環境部，連續式液相—液相萃取法 NIEA R107.02C，中華民國 101 年。
- (九) 環境部，土壤中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀火焰離子化偵測器法 NIEA S703.63B，中華民國 113 年。

註 1：如海域水質有檢測總石油碳氫化合物需求，亦可參考本方法。

註 2：檢驗中所產生含二氯甲烷之樣品廢液，須依規定處理。

註 3：部分含有高碳數以及高濃度石油碳氫化合物之水樣，不易前濃縮處理時，可依實際狀況，吹氮至適當容積。

註 4：氣相層析儀條件應選擇能夠適切分離溶劑與正己烷 (C₆)，此外，在 C₁₀ 滯留時窗之前，圖譜應有清晰的基線(Baseline)。

註 5：由於注射口設定於高溫狀態，宜注意注射口墊片之劣化與管柱之雜訊，須適時更換，或使用耐高溫耗材。

註 6：由儀器設定自動積分條件，若無法獲得良好水平基線時，而影響積分面積之偏差，再以手動積分方式調整基線，以獲得正確積分面積；當分析高碳數樣品時，若圖譜無 C₂₈ 以上層析峰存在且基線已降至水平時，可以 C₁₀ 至 C₂₈ 之基線做為樣品定量基準。

表一 淡水基質添加汽油之總碳氫化合物回收率及重複分析分析結果

樣品 編號	樣品分析值 μg/L	添加濃度 μg/L	添加分析值 μg/L	添加重複 分析值 μg/L	添加回 收率 %	添加重複 回收率 %	相對百 分偏差 %
A	3.8	6.0	10.4	9.9	110	102	5.3
B	19.9	20.0	39.9	39.6	100	98	0.8
C	9.5	10.0	19.0	18.0	95	85	5.4

註：樣品 A 至 C 分別以地下水及河川水為基質添加汽油之分析結果。

表二 海水基質添加汽油之總碳氫化合物回收率及重複分析結果

樣品 編號	樣品分析值 μg/L	添加濃度 μg/L	添加分析值 μg/L	添加重複 分析值 μg/L	添加回 收率 %	添加重複 回收率 %	相對百 分偏差 %
D	2.3	4.0	7.2	6.2	125	98	15.7
E	3.7	6.0	9.9	10.5	102	114	6.6
F	32.1	20.0	54.6	54.5	112	112	0.3

註：樣品 D 至 F 分別為以海水為基質添加汽油之分析結果。

表三 淡水基質添加汽油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果

分析值 μg/L	平均值 μg/L	平均回收率 %	標準偏差 μg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%
19.4					
18.4					
19.6	19.0	95	0.8	4.2	87 至 103
19.7					
17.9					

註：配製淡水中汽油濃度：20 μg/L

表四 海水基質添加汽油之總碳氫化合物之準確度和精密度測試結果

分析值 μg/L	平均值 μg/L	平均回收率 %	標準偏差 μg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%
19.3					
19.5					
18.7	19.3	97	0.6	3.0	91 至 103
20.2					
19.0					

註：配製海水中汽油濃度：20 μg/L

表五 淡水基質添加柴油之總碳氫化合物回收率及重複分析結果

樣品 編號	樣品分析值 μg/L	添加濃度 μg/L	添加分析值 μg/L	添加重複 分析值 μg/L	添加回 收率 %	添加重複 回收率 %	相對百分 偏差 %
A	130	100	251	265	121	135	5.5
B	22	20	45	46	115	120	2.2
C	187	200	416	418	114	115	0.5

註：樣品 A 至 C 分別以真實地下水及河川水為基質添加柴油之分析結果。

表六 海水基質添加柴油之總碳氫化合物回收率及重複分析結果

樣品 編號	樣品分析值 μg/L	添加濃度 μg/L	添加分析值 μg/L	添加重複 分析值 μg/L	添加回 收率 %	添加重複 回收率 %	相對百分 偏差 %
D	113	100	177	171	64	58	3.9
E	24	20	41	49	87	126	17.4
F	ND (<21)	200	166	27	71	/	23.1

註：樣品 D 至 F 分別以真實海水為基質添加柴油後之分析結果。

表七 淡水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果

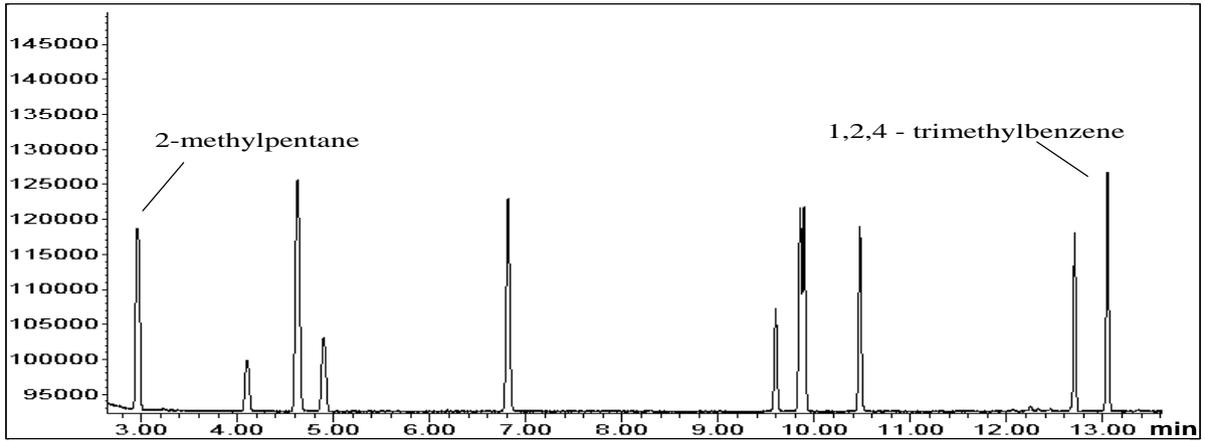
分析值 μg/L	平均值 μg/L	平均回收率 %	標準偏差 μg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%
185					
180					
173	184	92	8.9	4.8	83 至 101
197					
185					

註：配製淡水中柴油濃度：200 μg/L

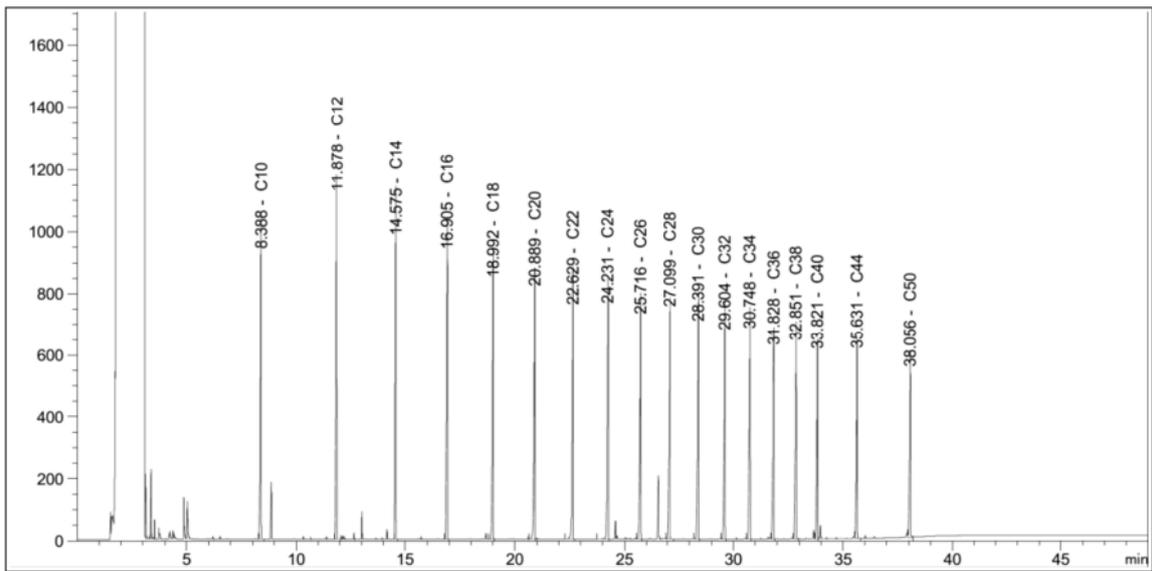
表八 海水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果

分析值 μg/L	平均值 μg/L	平均回收率 %	標準偏差 μg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%
149					
175					
165	158	79	12.5	7.9	66 至 91
144					
156					

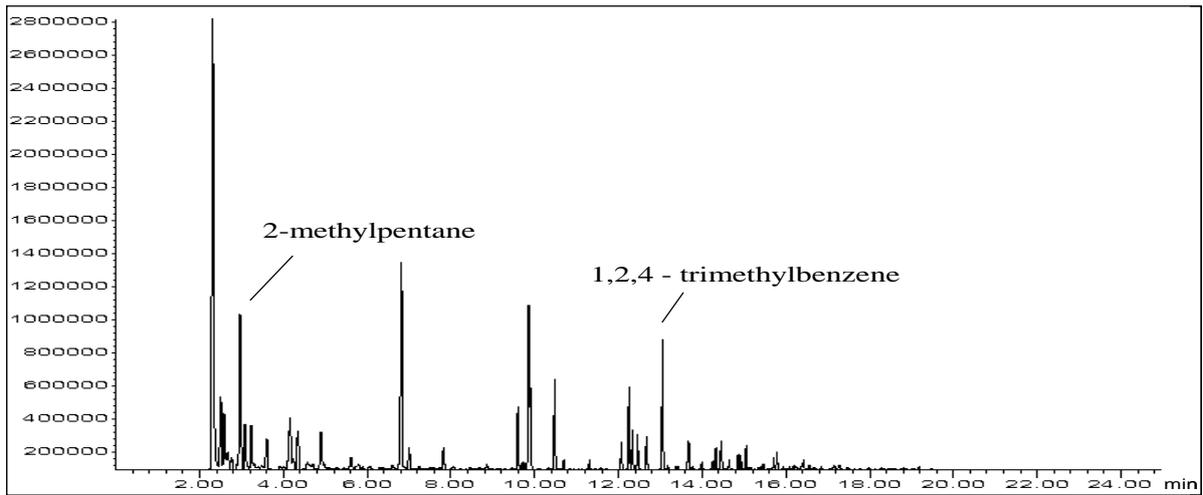
註：配製海水中柴油濃度：200 μg/L



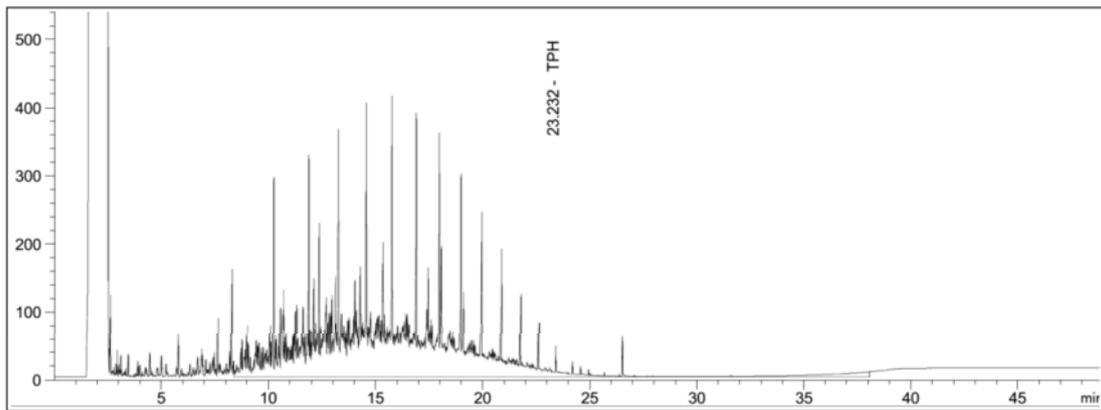
圖一 低碳數(C₆至C₉)之兩個特定成分2-甲基戊烷及1,2,4-三甲基苯滯留時窗圖



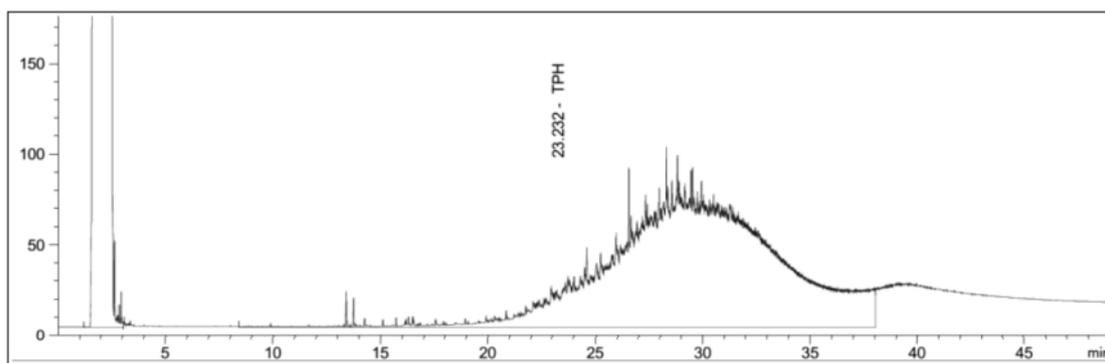
圖二 C₁₀至C₅₀之氣相層析圖例



圖三 市售汽油之氣相層析圖



圖四 市售柴油之氣相層析圖



圖五 機油氣相層析圖

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：水中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀

火焰離子化偵測器法草案(NIEA W901.51B)草案

修正條文	現行條文	說 明
方法名稱：水中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀火焰離子化偵測器法 (NIEA W901.51B)	方法名稱：水中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀／火焰離子化偵測器法 (NIEA W901.50B)	依環境檢測標準方法命名及編碼原則修改編碼。
<p>一、方法概要</p> <p>本方法測定水中總石油碳氫化合物 (Total petroleum hydrocarbon, TPH)，其涵蓋範圍為含碳數 C₆ 至 C₅₀ 等之石油碳氫化合物。檢測低碳數範圍之樣品 (C₆ 至 C₉，如汽油類)，採用吹氣捕捉(Purge & Trap)或平衡狀態頂空 (Equilibrium headspace)方式等導入氣相層析儀火焰離子化偵測器 (Gas chromatograph flame ionization detector, GCFID) 中分析其含量。檢測高碳數範圍之樣品 (C₁₀ 至 C₅₀，如柴油、燃料油、機油等重質油類)，以液液萃取(Liquid-liquid extraction)或其他適當方式萃取，萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後，使用耐 400 °C 以上高溫之層析管柱，以 GCFID 分析其含量。</p>	<p>一、方法概要</p> <p>本方法測定水中總石油碳氫化合物 (Total Petroleum Hydrocarbon, TPH)，其涵蓋範圍為含碳數 C₆ 到 C₄₀ 等之石油碳氫化合物。檢測低碳數範圍之樣品 (C₆ 到 C₉，如汽油類)，採用吹氣捕捉 (Purge&Trap) 或頂空 (Headspace) 方式等導入 GC/FID 中分析其含量。檢測高碳數範圍之樣品 (C₁₀ 到 C₄₀，如柴油、燃料油、機油等重質油類)，以液液萃取 (Liquid-Liquid Extraction) 或其他適當方式萃取，萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後，使用耐 350°C 以上高溫之層析管柱，以 GC/FID 分析其含量。</p>	<p>1.依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2.修改高碳數範圍。</p> <p>(1) 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>(2) 現今 GC 管柱較過去相比，可耐較高的溫度，有利於含碳數高的 TPH 層析出來。</p>
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於地面水體、地下水、放流水、飲用水及飲用水水源等之總石油碳氫化合物 (含碳數 C₆ 至 C₅₀ 範圍) 的含量檢測。(註 1)</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於地面水體、地下水、放流水、飲用水、飲用水水源及海水等之總石油碳氫化合物 (含碳數 C₆ 到 C₄₀ 範圍) 的含量檢測。</p>	<p>1. 修改碳數範圍。</p> <p>2. 將適用於海水移到註 1 說明。</p>
<p>三、干擾</p> <p>(一) 分析高濃度總石油碳氫化合物樣品後，接著分析低濃度樣品，會產生污染現象。為避免交互污染，樣品注射針</p>	<p>三、干擾</p> <p>(一) 分析高濃度石油系污染樣品後，接著分析低濃度樣品時，可能會產生污染現象。為避免交互污染，樣品注射</p>	<p>1.修改文字敘述。</p> <p>2.依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>

<p>或吹氣裝置在各樣品間必須以適當的溶劑潤洗。當分析到不尋常的高濃度樣品時，於潤洗後應隨之注入溶劑空白以查核是否仍有交互污染情形。</p> <p>(二) 鄰苯二甲酸酯類會引起分析上嚴重之干擾，此類污染常源自塑膠器皿，故在採樣及分析過程中，不可使用塑膠器皿。</p> <p>(三) 玻璃器皿必須清洗以避免干擾，一般以溶劑淋洗，然後以清潔劑清洗，再以自來水、試劑水或有機溶劑淋洗。玻璃器皿晾乾或烘乾（僅限於非定容器皿）後，適當貯放，避免污染。</p> <p>(四) 火焰離子化偵測器為非選擇性偵測器，樣品中一些非石油類之有機碳氫化合物均可能會干擾分析。</p> <p>(五) 萃取過程中發生乳化現象時，可加入適量氯化鈉、攪拌或進行連續式液-液萃取等方式去除乳化。</p> <p>(六) 因受到風化(Weathering)或生物分解而影響到圖譜型態之研判時，建議再以<u>氣相層析質譜儀 (Gas chromatograph mass spectrometer, GC/MS)</u> 確認之。</p> <p>(七) 高碳數油品層析圖中的基線上升或隆丘，這是在石油系碳氫化合物分析中特有的現象，非油品有機化合物可能造成檢測之干擾。</p>	<p>針或吹氣裝置在各樣品間必須以適當的溶劑潤洗。當分析到不尋常的高濃度樣品時，於潤洗後應隨之注入溶劑空白以查核是否仍有交互污染情形。</p> <p>(二) 鄰苯二甲酸酯類會引起分析上嚴重之干擾，此類污染常源自塑膠器皿，故在採樣及分析過程中，不可使用塑膠器皿。</p> <p>(三) 玻璃器皿必須清洗以避免干擾，一般以溶劑淋洗，然後以清潔劑清洗，再以自來水、試劑水或有機溶劑淋洗。玻璃器皿晾乾或烘乾（僅限於非定容器皿）後，適當貯放，避免污染。</p> <p>(四) 火焰離子化偵測器為非選擇性偵測器，樣品中一些非石油類之有機碳氫化合物均可能會干擾分析。</p> <p>(五) 萃取過程中發生乳化現象時，可加入適量氯化鈉、攪拌或進行連續式液-液萃取等方式去除乳化。</p> <p>(六) 因受到風化 (Weathering) 或生物分解而影響到圖譜型態之研判時，建議再以 GC/MS 確認之。</p> <p>(七) 高碳數油品層析圖中的基線上升或隆丘，這是在石油系碳氫化合物分析中特有的現象，非油品有機化合物可能造成檢測之干擾。</p>	
<p>四、設備與材料</p> <p>(一) 氣相層析儀</p> <p>1. 完整的氣相層析儀分析系統，應具備樣品注入或導入系統以及所有需要之配件，包括偵測器、氣相層析管柱、</p>	<p>四、設備與材料</p> <p>(一) 氣相層析儀</p> <p>1. 完整的氣相層析儀分析系統，應具備樣品注入或導入系統以及所有需要之配件，包括偵測器、氣相層析管</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p>

<p>注射器、氣體以及數據處理系統。</p> <p>2. 氣相層析管柱： 管柱 1：DB-624，長度 30 或 60 m × 0.25 mm 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 μm 至 1.8 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₆ 至 C₉ 範圍之層析管柱。 管柱 2：DB-1(HT)，長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。 管柱 3：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。</p> <p>3. 偵測器：火焰離子化偵測器。</p> <p>(二) 吹氣捕捉進樣裝置</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 微量注射針：2 μL、5 μL、10 μL 及 25 μL 以上之注射針；而 2 μL 及 5 μL 之注射針內，附 0.5 mm 內徑之不鏽鋼實心推針。 2. 注射針閥：二通式，具旋轉密合接頭，適用於吹氣裝置。 3. 注射針筒：5 mL 或適量容積注射針筒，氣密式具開關閥。 4. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。 5. 小樣品瓶：約 2 mL，供配製標準品盛裝用棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。 6. 樣品瓶：約 40 mL，採集水樣用之棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。 	<p>柱、注射器、氣體以及數據處理系統。</p> <p>2. 氣相層析管柱： 管柱 1：DB-1 (HT)，長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 到 C₄₀ 範圍之層析管柱。 管柱 2：DB-624，長度 30 或 60 m × 0.25 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 至 1.8 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₆ 到 C₉ 範圍之層析管柱。</p> <p>3. 偵測器：火焰離子化偵測器。</p> <p>(二) 吹氣捕捉進樣裝置</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 微量注射針：2 μL、5 μL、10 μL 及 25 μL 以上之注射針；而 2 μL 及 5 μL 之注射針內，附 0.5 mm 內徑之不鏽鋼實心推針。 2. 注射針閥：二通式，具旋轉密合接頭，適用於吹氣裝置。 3. 注射針筒：5 mL 或適量容積注射針筒，氣密式具開關閥。 4. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。 5. 小樣品瓶：約 2 mL，供配製標準品盛裝用棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。 6. 樣品瓶：約 40 mL，採集水樣用之棕色樣品瓶，附螺旋蓋及內襯鐵氟龍墊片。 7. 氮氣及氬氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。 8. 吹氣捕捉裝置或自動化吹氣捕捉裝置：吹氣捕捉裝置包括三個獨立的設備-樣品吹 	<ol style="list-style-type: none"> 3. 新增管柱 3。 4. 修改高碳數範圍。
--	---	---

<p>7. 氮氣及氦氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。</p> <p>8. 吹氣捕捉裝置或自動化吹氣捕捉裝置：吹氣捕捉裝置包括三個獨立的設備-樣品吹氣設備、捕捉管及脫附設備。以下為參考條件：</p> <p>(1)吹氣腔：可承裝 5 mL 至 25 mL，樣品吹氣可採用直管式或濾膜式吹氣方式。</p> <p>(2)捕捉管：填充物的吸附劑如 VOCARB 3000、K Type Trap 等適當吸附材質。</p> <p>(3)脫附設備：可將捕捉管快速加熱至約 270 °C 以上進行脫附。</p> <p>(三) 液液萃取設備及材料</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 採樣瓶：1 L，棕色玻璃材質，附螺旋瓶蓋，瓶蓋內襯為鐵氟龍墊片。若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以避免照光。使用前，玻璃瓶及瓶蓋內襯應事先清洗乾淨，並以丙酮或二氯甲烷淋洗後晾乾，以避免污染。 2. 分液漏斗：2 L，硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓，不得使用潤滑油脂。 3. 圓底燒瓶：250 mL 或 500 mL 等，硼矽玻璃材質。 4. 濃縮裝置：可使用減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮定量裝置、離心減壓濃縮裝置，或其他相似功能之裝置。 5. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。 6. 分析天平：可精秤至 0.1 mg。 7. 注射針或微量移液管。 	<p>氣設備、捕捉管及脫附設備。以下為參考條件：</p> <p>(1)吹氣腔：可承裝 5 mL 至 25 mL，樣品吹氣可採用直管式或濾膜式吹氣方式。</p> <p>(2)捕捉管：填充物的吸附劑如 VOCARB 3000、K Type Trap 等適當吸附材質。</p> <p>(3)脫附設備：可將捕捉管快速加熱至約 270°C 以上進行脫附。</p> <p>(三) 液液萃取設備及材料</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 採樣瓶：1 L，棕色玻璃材質，附螺旋瓶蓋，瓶蓋內襯為鐵氟龍墊片。若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以避免照光。使用前，玻璃瓶及瓶蓋內襯應事先清洗乾淨，並以丙酮或二氯甲烷淋洗後晾乾，以避免污染。 2. 分液漏斗：2 L，硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓，不得使用潤滑油脂。 3. 圓底燒瓶：250 或 500 mL 等，硼矽玻璃材質。 4. 濃縮裝置：可使用減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮定量裝置、離心減壓濃縮裝置，或其他相似功能之裝置。 5. 量瓶：10.0 mL 等，棕色，硼矽玻璃材質。 6. 分析天平：可精秤至 0.1 mg。 7. 注射針或微量移液管。 8. 氮氣及氦氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。 9. 氮氣吹乾裝置。 10. 水浴裝置或加熱包裝置：可提供穩定熱源控制功能。 	
---	---	--

<p>8. 氮氣及氬氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。</p> <p>9. 氮氣吹乾裝置。</p> <p>10. 水浴裝置或加熱包裝置：須可提供穩定熱源控制功能。</p> <p>11. 除水裝置：無水硫酸鈉去水玻璃管柱或其他相似具除水功能之材料或裝置。</p> <p>(四) 頂空進樣裝置。</p> <p>(五) 自動注射樣品裝置。</p> <p>(六) 其他適當之進樣裝置。</p>	<p>11. 除水裝置：無水硫酸鈉去水玻璃管柱或其他相似具除水功能之材料或裝置。</p> <p>(四) 頂空進樣裝置。</p> <p>(五) 自動注射樣品裝置。</p> <p>(六) 其他適當之進樣裝置。</p>	
<p>五、試劑 (註 2)</p> <p>1. 試劑水：不含待測有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水，且水中干擾物之濃度低於方法偵測極限。</p> <p>2. 甲醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷：試藥級或同級品。</p> <p>3. 無水硫酸鈉：粒狀，殘量級。</p> <p>4. C₆ 至 C₉ 低碳數儲備標準溶液：可用市售之汽油或購買經確認濃度之標準溶液，做為 C₆ 至 C₉ 定量標準溶液，儲存於 -10 °C 以下。</p> <p>5. C₆ 至 C₉ 低碳數滯留時間範圍標準品：以 2-甲基戊烷 (2-methylpentane) 標準品之滯留時間做為起始點，及以 1,2,4-三甲基苯 (1,2,4-trimethylbenzene) 標準品之滯留時間做為結束點，用以建立 C₆ 至 C₉ 低碳數範圍始末滯留時間。</p> <p>6. C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數儲備標準溶液：購置經確認濃度之標準溶液，含有 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 成分，做為 C₁₀ 至 C₅₀ 定量標準溶液。</p> <p>7. C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數滯留時間範圍標準品：以 C₁₀ 標準品之滯留時間做為起始點及 C₅₀ 標準品之滯留時間做為結</p>	<p>五、試劑 (註 1)</p> <p>1. 試劑水：不含待測有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水，且水中干擾物之濃度低於方法偵測極限。</p> <p>2. 甲醇、丙酮、二氯甲烷、正己烷：試藥級或同級品。</p> <p>3. 無水硫酸鈉：粒狀，殘量級。</p> <p>4. C₆~C₉ 低碳數儲備標準溶液：可用市售之汽油或購買經確認濃度之標準溶液，做為 C₆~C₉ 定量標準溶液，儲存於 -10 °C 以下。</p> <p>5. C₆~C₉ 低碳數滯留時間範圍標準品：以 2-甲基戊烷 (2-methylpentane) 標準品之滯留時間做為起始點，及以 1,2,4-三甲基苯 (1,2,4-trimethylbenzene) 標準品之滯留時間做為結束點，用以建立 C₆~C₉ 低碳數範圍始末滯留時間。</p> <p>6. C₁₀~C₄₀ 高碳數儲備標準溶液：購置經確認濃度之標準溶液，含有 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 成分，做為 C₁₀~C₄₀ 定量標準溶液，儲存於 4 ± 2 °C。</p> <p>7. C₁₀~C₄₀ 高碳數滯留時間範圍標準品：以 C₁₀ 標準品之滯留時間做為起始點及 C₄₀ 標準品之滯留時間做為結</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>3. 修改高碳數範圍。</p>

<p>結束點，用以建立 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數始末滯留時間。</p> <p>8. 中間標準溶液：由五、(四) 儲備標準溶液，以甲醇為溶劑配製 C₆ 至 C₉ 低碳數範圍中間標準溶液，儲存於 -10°C 以下；由五、(六) 儲備標準溶液，以二氯甲烷為溶劑配製 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數範圍中間標準溶液，用以製作檢量線。</p> <p>9. 查核及添加標準溶液：C₆ 至 C₉ 低碳數查核及添加標準溶液，由低碳數儲備標準溶液以甲醇稀釋至適當濃度備用。C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數查核及添加標準溶液，由高碳數儲備標準溶液以丙酮或其他可溶於水相之溶劑稀釋至適當濃度備用，或使用市售之柴油或柴油以上之油品配製至適當濃度備用或購買經確認濃度之標準品備用。</p>	<p>束點，用以建立 C₁₀~C₄₀ 高碳數始末滯留時間。</p> <p>8. 中間標準溶液：由五、(四) 儲備標準溶液，以甲醇為溶劑配製 C₆~C₉ 低碳數範圍中間標準溶液，儲存於 -10°C 以下；由五、(六) 儲備標準溶液，以二氯甲烷為溶劑配製 C₁₀~C₄₀ 高碳數範圍中間標準溶液，儲存於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$，用以製作檢量線。</p> <p>9. 查核及添加標準溶液：C₆~C₉ 低碳數查核及添加標準溶液，由低碳數儲備標準溶液以甲醇稀釋至適當濃度備用。C₁₀~C₄₀ 高碳數查核及添加標準溶液，由高碳數儲備標準溶液以丙酮或其他可溶於水相之溶劑稀釋至適當濃度備用，或使用市售之柴油或柴油以上之油品配製至適當濃度備用或購買經確認濃度之標準品備用。</p>	
<p>六、採樣與保存</p> <p>1. 以乾淨採樣瓶裝填樣品時，須避免採樣人員的手套接觸樣品而產生污染。</p> <p>2. 進行 C₆ 至 C₉ 低碳數樣品採樣時，使用乾淨之約 40 mL 棕色玻璃樣品瓶，須以輕緩的動作將水樣導入採樣瓶內，避免震動而使水中之汽油揮發性物質漏失。裝滿水樣後，蓋上含鐵氟龍墊襯之瓶蓋鎖緊（鐵氟龍墊襯一面須接觸液面），並翻轉過來查看是否有氣泡產生，若有氣泡則重採樣品。採樣後，立即密封樣品，必須冷藏在 $> 0^\circ\text{C}$ 至 $\leq 6^\circ\text{C}$ 保存，並於 14 天內完成分析。</p>	<p>六、採樣與保存</p> <p>1. 以乾淨採樣瓶裝填樣品時，須避免採樣人員的手套接觸樣品而產生污染。</p> <p>2. 進行 C₆~C₉ 低碳數樣品採樣時，使用乾淨之約 40 mL 棕色玻璃樣品瓶，須以輕緩的動作將水樣導入採樣瓶內，避免震動而使水中之汽油揮發性物質漏失。裝滿水樣後，蓋上含鐵氟龍墊襯之瓶蓋鎖緊（鐵氟龍墊襯一面須接觸液面），並翻轉過來查看是否有氣泡產生，若有氣泡則重採樣品，採樣後，立即密封樣品，必須冷藏在</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>3. 修改高碳數範圍。</p> <p>4. 以「$> 0^\circ\text{C}$ 至 $\leq 6^\circ\text{C}$」取代「$4 \pm 2^\circ\text{C}$」</p>

<p>3. 進行 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數樣品採樣時，使用乾淨之棕色玻璃採樣瓶，收集水樣 1 L 以上（採樣瓶不得以擬採之水預洗）。採樣後，立即密封樣品，所有樣品在採集後到萃取前，必須冷藏在 <u>≥0 °C 至 ≤6 °C</u>，採樣後 14 天內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。</p>	<p>4±2°C保存，並於 14 天內完成分析。</p> <p>3. 進行 C₁₀~C₄₀ 高碳數樣品採樣時，使用乾淨之棕色玻璃採樣瓶，收集水樣 1 L 以上（採樣瓶不得以擬採之水預洗）。採樣後，立即密封樣品，所有樣品在採集後到萃取前，必須冷藏在 4 ± 2°C，採樣後 14 天內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。</p>	
<p>七、步驟</p> <p>若已知污染樣品來源且有足夠之證據證明其屬於何類油品洩漏或碳數範圍，直接進行低碳數或高碳數方法檢測。對於不確定或不明污染之樣品，則應同時進行低碳數（C₆ 至 C₉）及高碳數（C₁₀ 至 C₅₀）之方法檢測。</p> <p>（一）樣品進樣方式及前處理方法</p> <p>1. 檢測水中低碳數範圍之樣品（C₆ 至 C₉，如汽油類）時，可採用吹氣捕捉或平衡狀態頂空方式導入 GCFID 中分析。吹氣捕捉方式步驟參考如下：</p> <p>由自動進樣設備選擇 5 mL 或 25 mL 等適量水樣導入吹氣捕捉系統，或以手動方式將 5 mL 或其他容積注射針的腔塞移出，關閉針閥，加入不含有機物的試劑水至溢流，裝回腔塞，打開針閥調整不含有機物的試劑水至 5 mL 或適當水樣，再以微量注射針取 1 μL 檢量線標準溶液加入注射針內，關閉針閥，翻轉搖晃使之混合均勻，然後將注射針接至吹氣捕捉裝置，打</p>	<p>七、步驟</p> <p>若已知污染樣品來源且有足夠之證據證明其屬於何類油品洩漏或碳數範圍，直接進行低碳數或高碳數方法檢測。對於不確定或不明污染之樣品，則應同時進行低碳數（C₆ 到 C₉）及高碳數（C₁₀ 到 C₄₀）之方法檢測。</p> <p>（一）樣品進樣方式及前處理方法：</p> <p>1. 檢測水中低碳數範圍之樣品（C₆ 到 C₉，如汽油類）時，可採用吹氣捕捉（<u>Purge&Trap</u>）或頂空（<u>Headspace</u>）方式導入 GC/FID 中分析。吹氣捕捉方式步驟參考如下：</p> <p>由自動進樣設備選擇 5 mL 或 25 mL 等適量水樣導入吹氣捕捉系統，或以手動方式將 5 mL 或其他容積注射針的腔塞移出，關閉針閥，加入不含有機物的試劑水至溢流，裝回腔塞，打開針閥調整不含有機物的試劑水至 5 mL 或適當水樣，再以微量注射針取 1μL 檢量線標準溶液加入注射針內，關閉針閥，翻轉搖晃使之混合均勻，然後將注射針接至吹氣捕捉裝</p>	<p>1. 修改部分字句描述。</p> <p>2. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>3. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>4. 修改高碳數範圍之樣品之儀器使用條件。</p> <p>5. 修改高碳數範圍。</p> <p>6. 品保樣品與檢量線查核相關內容移到「九、品質管制」。</p>

<p>開注射針之雙向閥，將此含有汽油標準溶液試劑水注入吹氣管內，關閉所有閥門，移去注射針，開始吹氣捕捉及層析分析的步驟。</p> <p>2. 檢測水中高碳數範圍之樣品 (C₁₀ 至 C₅₀，如柴油、燃料油、機油等重質油類) 時，以液液萃取或其他適當方式萃取，萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後，使用耐 400 °C 以上高溫之層析管柱，以 GC/FID 分析。液液萃取步驟參考如下：</p> <p>(1) 萃取：在水樣瓶上標示水平刻度 (由試劑水或自來水推算分析水樣之體積)，將全量水樣倒入 2 L 之分液漏斗中，量取 60 mL 二氯甲烷，倒入採樣瓶內沖洗之，然後將洗液倒入分液漏斗，搖動，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角瓶，再重複二氯甲烷萃取步驟 2 次，有機層合併收集於三角瓶中。作添加及查核樣品分析時，標準液須先轉移於丙酮或可溶於水相之溶劑中，再行添加於水樣。</p> <p>(2) 去水</p> <p>A. 無水硫酸鈉去水管柱除水：置少許玻璃棉於去水玻璃管柱底部，然後加入適量無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於圓底燒瓶，再以二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管 2 次至 3 次，合併洗液於濃縮瓶。</p> <p>B. 其他相當除水功能之材料或裝置。</p>	<p>置，打開注射針之雙向閥，將此含有汽油標準溶液試劑水注入吹氣管內，關閉所有閥門，移去注射針，開始吹氣捕捉及層析分析的步驟。</p> <p>2. 檢測水中高碳數範圍之樣品 (C₁₀ 到 C₄₀，如柴油、燃料油、機油等重質油類) 時，以液液萃取 (Liquid-Liquid Extraction) 或其他適當方式萃取，萃液經去水、濃縮及定量至適當體積後，使用耐 350°C 以上高溫之層析管柱，以 GC/FID 分析。液液萃取步驟參考如下：</p> <p>(1) 萃取</p> <p>在水樣瓶上標示水平刻度 (由試劑水或自來水推算分析水樣之體積)，將全量水樣倒入 2 L 之分液漏斗中，量取 60 mL 二氯甲烷，倒入採樣瓶內沖洗之，然後將洗液倒入分液漏斗，搖動，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角瓶，再重複二氯甲烷萃取步驟 2 次，有機層合併收集於三角瓶中。作添加及查核樣品分析時，標準液須先轉移於丙酮或可溶於水相之溶劑中，再行添加於水樣。</p> <p>(2) 去水</p> <p>a. 無水硫酸鈉去水管柱除水：置少許玻璃棉於去水玻璃管柱底部，然後加入適量無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於圓底燒瓶，再以二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管 2 至 3 次，合併洗液於濃縮瓶。</p>	
--	--	--

<p>(3)濃縮：以適當濃縮裝置濃縮萃取液至近乾，以二氯甲烷定容至 1 mL 或適當體積（註 3）。</p> <p>(4)注射 1 μL 此萃取液於氣相層析儀中，進行樣品的分析。</p> <p>(二) 氣相層析（建議參考條件）</p> <p>1. 低碳數（C₆ 至 C₉）總石油碳氫化合物：</p> <p>管柱 1：DB-624，長度 30 m 或 60 m \times 0.25 mm 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 μm 至 1.8 μm 或同級品。</p> <p>載流氣體 (He) 流速：5 mL/min 至 7 mL/min</p> <p>輔助氣體 (N₂) 流速：30 mL/min</p> <p>注射口溫度：200 $^{\circ}$C</p> <p>偵測器溫度：300 $^{\circ}$C</p> <p>起始溫度：40 $^{\circ}$C，持續 6 分鐘</p> <p>升溫速度：40 $^{\circ}$C 以每分鐘 8 $^{\circ}$C 升溫至 240 $^{\circ}$C</p> <p>最終溫度：240 $^{\circ}$C，持續 0 分鐘</p> <p>氫氣流速：40 mL/min</p> <p>空氣流速：350 mL/min</p> <p>2. 高碳數（C₁₀ 至 C₅₀）總石油碳氫化合物（註 4）：</p> <p>管柱 2：DB-1 (HT) 長度 30 m \times 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品。</p> <p>載流氣體 (He) 流速：2 mL/min</p> <p>輔助氣體 (N₂) 流速：25 mL/min</p> <p>注射口溫度：370 $^{\circ}$C（註 5）</p> <p>偵測器溫度：380 $^{\circ}$C</p> <p>起始溫度：40 $^{\circ}$C，持續 5 分鐘</p>	<p>b. 其他相當除水功能之材料或裝置。</p> <p>(3) 濃縮</p> <p>以適當濃縮裝置濃縮萃取液至近乾，以二氯甲烷定容至 1 mL 或適當體積（註 2）。</p> <p>(4) 注射 1μL 此萃取液於氣相層析儀中，進行樣品的分析。</p> <p>(二) 氣相層析（建議參考條件）</p> <p>1. 低碳數（C₆ ~ C₉）總石油碳氫化合物：</p> <p>管柱：DB-624，長度 30 或 60 m \times 0.25 至 0.53 mm 內徑，膜厚為 1.0 至 1.8μm 或同級品</p> <p>載流氣體 (He) 流速：5 至 7 mL/min</p> <p>輔助氣體 (N₂) 流速：30 mL/min</p> <p>注射埠溫度：200$^{\circ}$C</p> <p>偵測器溫度：300$^{\circ}$C</p> <p>起始溫度：40$^{\circ}$C，持續 6 分鐘</p> <p>升溫速度：40$^{\circ}$C 以每分鐘 8$^{\circ}$C 升溫至 240$^{\circ}$C</p> <p>最終溫度：240$^{\circ}$C，持續 0 分鐘</p> <p>氫氣流速：40 mL/min</p> <p>空氣流速：350 mL/min</p> <p>2. 高碳數（C₁₀ ~ C₄₀）總石油碳氫化合物（註 3）：</p> <p>管柱 2：DB-1 (HT) 長度 30 m \times 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1μm 或同級品</p> <p>載流氣體 (He) 流速：3 mL/min</p> <p>輔助氣體 (N₂) 流速：30 mL/min</p> <p>注射埠溫度：300~350$^{\circ}$C（註 4）</p> <p>偵測器溫度：350$^{\circ}$C</p>	
--	---	--

<p>升溫速度：<u>40 °C</u> 以每分鐘 <u>10 °C</u> 升溫至 <u>380 °C</u> 最終溫度：<u>380 °C</u>，持續 <u>10 分鐘</u> 氫氣流速：<u>35 mL/min</u> 空氣流速：<u>350 mL/min</u></p> <p>3. <u>高碳數 C₁₀ 至 C₅₀ 總石油碳氫化合物</u> <u>管柱 3：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品。</u> <u>載流氣體(He)流率：3 mL/min</u> <u>輔助氣體(N₂)流率：25 mL/min</u> <u>注射口溫度：370 °C</u> <u>偵測器溫度：380 °C</u> <u>起始溫度：35 °C，持續 2.5 分鐘</u> <u>升溫速度：35 °C 以每分鐘 10 °C 升溫至 380 °C</u> <u>最終溫度：380 °C，持續 10 分鐘</u> <u>氫氣流率：35 mL/min</u> <u>空氣流率：350 mL/min</u></p> <p>(三) 檢量線製備</p> <p>1. 低碳數 (C₆ 至 C₉) 檢量線製備，以不含有機物試劑水來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液導入氣相層析儀，選取代表低碳數範圍 (C₆ 至 C₉) 所在層析滯留時間，以 2-甲基戊烷為第一個析出成份起始滯留時間，至 1,2,4-三甲基苯最後一個析出成份滯留時間結束(如圖一)時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和(A_L)與其不同濃度之標準品重量(W_L)，計算校正因子</p>	<p>起始溫度：<u>50 °C</u>，持續 <u>5 分鐘</u> 升溫速度：<u>50 °C</u> 以每分鐘 <u>10 °C</u> 升溫至 <u>350 °C</u> 最終溫度：<u>350 °C</u>，持續 <u>10 分鐘</u> 氫氣流速：<u>30 mL/min</u> 空氣流速：<u>350 mL/min</u> <u>注射方式：split (2:1)</u></p> <p>(三) 檢量線製備</p> <p>1. 低碳數 (C₆ ~ C₉) 檢量線製備，以不含有機物試劑水來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液導入氣相層析儀，選取代表低碳數範圍 (C₆ ~ C₉) 所在層析滯留時間，以 2-甲基戊烷(2-methylpentane)為第一個析出成份起始滯留時間，至 1,2,4-三甲基苯(1,2,4-trimethylbenzene)最後一個析出成份滯留時間結束(如圖一)時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和 (A_L) 與其不同濃度之標準品重量 (W_L, ng)，計算校正因子 (Calibration factor, CF)，其公式如下：</p> $CF = A_L / W_L$ <p>2. 高碳數 (C₁₀ ~ C₄₀) 檢量線製備，以二氯甲烷為溶劑來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液注入氣相層析儀，選取代表性高碳數烷類標準品 C₁₀、C₁₆、C₃₄(如圖二) 3 個成分之尖峰面積 (A_h) 與其不同濃度之標準品重量 (W_h, ng)，分別計算校正因子 (Calibration factor, CF)，其公式如下：</p> $CF = A_h / W_h$	
--	---	--

(Calibration factor, CF)，其公式如下：

$$CF = A_L / W_L$$

CF：校正因子

A_L：時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和

W_L：不同濃度之標準品重量，單位 ng

2. 高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 檢量線製備，以二氯甲烷或正己烷為溶劑來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液注入氣相層析儀，選取代表性高碳數烷類標準品 C₁₀、C₁₆、C₃₄ (如圖二)三個成分之尖峰面積(A_h)與其不同濃度之標準品重量(W_h)，分別計算校正因子，其公式如下：

$$CF = A_h / W_h$$

CF：校正因子

A_h：個別成分之尖峰面積

W_h：不同濃度之標準品重量，單位 ng

3. 建立起始檢量線，最低一點濃度宜與方法定量極限之濃度相當，其餘的濃度須涵蓋實際樣品的預測濃度，或在偵測器之工作範圍內。
4. 計算平均校正因子：

$$\overline{CF} = \frac{\sum_{i=1}^n CF_i}{n}$$

CF：平均校正因子

CF_i：個別的校正因子

n：檢量線標準品點數

3. 建立之起始檢量線，最低一點濃度宜與方法定量極限之濃度相當，其餘的濃度須涵蓋實際樣品的預測濃度或在偵測器之工作範圍內。

4. 計算平均校正因子：

$$\overline{CF} = \frac{\sum_{i=1}^n CF_i}{n}$$

CF：平均校正因子

n：檢量線標準品點數

若校正因子在檢量範圍內之相對標準偏差(RSD)小於或等於20%，則可假設檢量線為通過原點之直線，以平均校正因子進行定量分析。若相對標準偏差(RSD)大於20%，則必須矯正系統或重新製作檢量線。

除上述要求外，以高碳數烷類標準品 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 製作之檢量線，須計算3成分之平均校正因子 (CF)，其相對標準偏差(RSD)須小於或等於20%，否則須特別檢查 C₃₄ 之感應強度可能有偏低之情形，矯正系統或重新製作檢量線。

5. 檢量線製作之同時，須配製第二來源之檢量線中間濃度標準品進行檢量線之確認，所得校正因子之相對誤差在±15%以內，則此檢量線有效，否則必須矯正系統或重新製作檢量線。

(四) 檢量線查核

在進行樣品分析時，須配製約檢量線中間濃度標準品來做檢量線之查核，若在檢量線查核時所得校正因子之相對誤差在±20%以內，則此檢量線有效，若相對誤差大

若校正因子在檢量範圍內之相對標準偏差(Relative standard deviation, RSD)小於或等於 20%，則可假設檢量線為通過原點之直線，以平均校正因子進行定量分析。若 RSD 大於 20%，則必須矯正系統或重新製作檢量線。

除上述要求外，以高碳數烷類標準品 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 製作之檢量線，須計算三成分之平均校正因子 (\overline{CF})，其 RSD 須小於或等於 20%，否則須特別檢查 C₃₄ 之感應強度可能有偏低之情形，矯正系統或重新製作檢量線。

5. 計算平均校正因子：檢量線製作之同時，須配製第二來源之檢量線中間濃度標準品進行檢量線之確認，所得校正因子之相對誤差在 ± 15% 以內，則此檢量線有效，否則必須矯正系統或重新製作檢量線。

(四) 計算 (註 6)

1. 水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 總石油碳氫化合物樣品 (如圖三) 定量方式：以 2-甲基戊烷為起始滯留時間至 1,2,4-三甲基苯滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上之尖峰面積加總，相對於低碳數 (C₆ 至 C₉) 油品類平均 CF 計算而得。
2. 水中高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 總石油碳氫化合物樣品 (如圖四、圖五) 定量方式：以 C₁₀ 起始滯留時間至 C₅₀ 滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上尖峰面積加總，相對於

於±20%，則必須矯正系統或重新製作檢量線。以校正因子計算相對誤差值之算式如下：

$$\text{相對誤差值}(\%) = \frac{CF_1 - \overline{CF}}{\overline{CF}} \times 100\%$$

\overline{CF} ：起始檢量線之平均校正因子

CF₁：查核用之中間濃度校正因子

(五) 樣品分析及分析的品質管制

樣品分析時至少應包括下述品管樣品的分析：空白樣品分析、添加樣品、重複樣品和查核樣品分析，以評估水中樣品基質效應。查核樣品可用試劑水添加檢量線中間濃度之標準溶液或市售確認油品濃度進行查核樣品分析；添加樣品分析則添加適當標準溶液或市售確認油品濃度於樣品中進行分析。

(六) 計算 (註 5)

1. 水中低碳數 (C₆ ~ C₉) 油污染樣品 (如圖三) 定量方式：以 2-甲基戊烷 (2-methylpentane) 為起始滯留時間至 1,2,4-三甲基苯 (1,2,4-trimethylbenzene) 滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上之尖峰面積加總，相對於低碳數 (C₆ ~ C₉) 油品類平均校正因子 (\overline{CF}) 計算而得。
2. 水中高碳數 (C₁₀ ~ C₄₀) 油污染樣品 (如圖四、圖五) 定量方式：以 C₁₀ 起始滯留時間至 C₄₀ 滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上尖峰面積加總，相對於以 C₁₀、C₁₆ 及 C₃₄ 三成分之平均 CF 值計算而得。

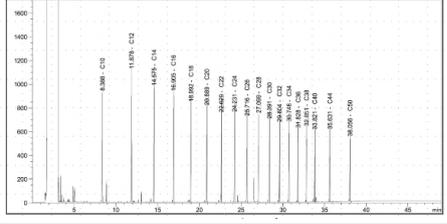
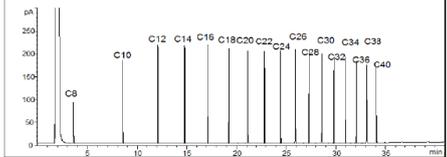
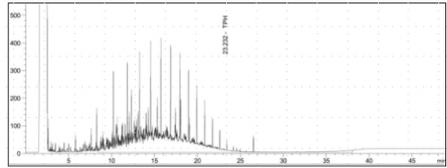
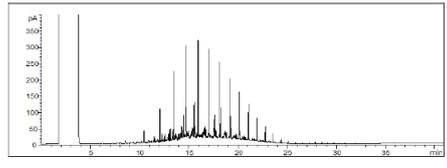
<p>以 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 三成分之平均 CF 值計算而得。</p>		
<p>八、結果處理</p> <p>(一) 外標準品校正法：樣品中待測物之濃度可依據建立之平均校正因子及待測物之尖峰面積總合計算之。</p> <p>1. 水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 樣品總石油碳氫化合物計算：</p> $C = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times 10^{-3}$ <p>C：水中低碳數 (C₆ 至 C₉) 樣品濃度 (mg/L) A：2-甲基戊烷至 1,2,4-三甲基苯滯留時間範圍內之尖峰面積總和 D：樣品稀釋倍數 V：水樣之體積 (mL) ：平均校正因子</p> <p>2. 水中高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 樣品總石油碳氫化合物計算：</p> $C = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times \frac{V_1}{V_2}$ <p>C：水中高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 樣品濃度 (mg/L) A：萃取液 C₁₀ 至 C₅₀ 滯留時間範圍內之尖峰面積總和 V₁：萃取液之定容體積 (mL) D：萃取濃縮液稀釋倍數 V₂：萃取液注入量 (μL) V：水樣之體積 (mL) \overline{CF}：平均校正因子</p> <p>(二) 樣品分析結果若同時存在低碳數 (C₆ 至 C₉) 及高碳數 (C₁₀ 至 C₅₀) 油品污染時，需將低碳數 (C₆ 至 C₉) 分析結果及高碳數 (C₁₀</p>	<p>八、結果處理</p> <p>(一) 外標準品校正法：樣品中待測物之濃度可依據建立之平均校正因子及待測物之尖峰面積總合計算之。</p> <p>1. 水中低碳數 (C₆~C₉) 樣品總石油碳氫化合物計算：</p> $\text{濃度 (mg/L)} = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times 10^{-3}$ <p>其中 A：水樣 2-甲基戊烷至 1,2,4-三甲基苯滯留時間範圍內之尖峰面積總和 D：樣品稀釋倍數 V：水樣之體積 (mL) \overline{CF}：平均校正因子</p> <p>2. 水中高碳數 (C₁₀~C₄₀) 樣品總石油碳氫化合物計算：</p> $\text{濃度 (mg/L)} = \frac{A}{\overline{CF}} \times D \times \frac{1}{V} \times \frac{V_1}{V_2}$ <p>其中 A：萃取液 C₁₀~C₄₀ 滯留時間範圍內之尖峰面積總和 V₁：萃取液之定容體積 (mL) D：萃取濃縮液稀釋倍數 V₂：萃取液注入量 (μL) V：水樣之體積 (mL) \overline{CF}：平均校正因子</p> <p>(二) 樣品分析結果若同時存在低碳數 (C₆~C₉) 及高碳數 (C₁₀~C₄₀) 油品污染時，需將低碳數 (C₆~C₉) 分析結果及高碳數 (C₁₀~C₄₀) 分析結果加總起來，即為本方法所測定之總石油碳氫化合物濃度。</p> <p>(三) 報告處理：</p> <p>1. 依七、步驟：(樣品已知油品洩漏來源)</p> <p>(1) 已知屬高碳數油品污染樣品：TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>3. 修改高碳數範圍。</p>

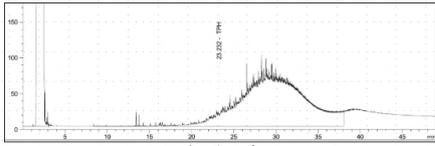
<p>至 C₅₀) 分析結果加總起來，即為本方法所測定之總石油碳氫化合物濃度。</p> <p>(三) 報告處理：</p> <p>1. 依七、步驟流程：(樣品已知油品洩漏來源)</p> <p>(1) 已知屬高碳數油品污染樣品： TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值</p> <p>(2) 已知屬低碳數油品污染樣品： TPH 測值 (mg/L) = 低碳數測值</p> <p>2. 依七、步驟流程：(樣品不確定油品屬性)</p> <p>(1) 高、低碳數均有測值時： TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值 + 低碳數測值</p> <p>(2) 高碳數有測值、低碳數低於偵測極限時： TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值 + 低碳數 MDL 值</p> <p>(3) 低碳數有測值、高碳數低於偵測極限時： TPH 測值 (mg/L) = 低碳數測值 + 高碳數 MDL 值</p> <p>(4) 高、低碳數均無測值時 (低於偵測極限時)： TPH 測值 (mg/L) = ND. 【小於(高碳數 MDL 值 + 低碳數 MDL 值)】</p>	<p>(2) 已知屬低碳數油品污染樣品：TPH 測值(mg/L) = 低碳數測值</p> <p>2.依七、步驟：(樣品不確定油品屬性)</p> <p>(1)高、低碳數均有測值時： TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值+低碳數測值</p> <p>(2) 高碳數有測值、低碳數低於偵測極限時： TPH 測值 (mg/L) = 高碳數測值 + 低碳數 MDL 值</p> <p>(3) 低碳數有測值、高碳數低於偵測極限時： TPH 測值 (mg/L) = 低碳數測值 + 高碳數 MDL 值</p> <p>(4) 高、低碳數均無測值時 (低於偵測極限時)： TPH 測值(mg/L)=ND. 【小於(高碳數 MDL 值+低碳數 MDL 值)】</p>	
<p>九、品質管制</p> <p>(一) 檢量線查核：<u>每批次樣品或每 12 小時，須查核檢量線之適用性，所測得濃度之相對誤差值應在 ± 15 % 以內。</u></p> <p>(二) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行 1 個空白樣品分析，空白樣品分</p>	<p>九、品質管制</p> <p>(一) 空白樣品分析：<u>於進行樣品分析之前，檢測人員必須執行不含有機物試劑水的方法空白分析，以確認所有玻璃器皿和試劑無干擾。每批次樣品 (樣品少於 10 個時)或每 10 個樣品至少執行一個空白樣品分析，空白</u></p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p> <p>2. 修改內容比照 NIEA S703.63B。</p> <p>3. 增加檢量線查核。</p>

<p>析結果應小於 2 倍方法偵測極限。</p> <p>(三) 查核樣品分析：以試劑水添加適量標準溶液或市售確認油品濃度進行查核樣品分析，計算其回收率。每一批次或每 10 個樣品執行 1 個查核樣品分析。</p> <p>(四) 重複樣品分析：每一批次或每 10 個樣品執行 1 個重複樣品分析。</p> <p>(五) 添加樣品分析：添加適量標準溶液或市售確認油品濃度到真實水樣後進行分析，計算其回收率。每批次或每 10 個樣品中應做 1 個樣品添加。</p>	<p>樣品分析結果需小於 2 倍方法偵測極限。</p> <p>(二) 查核樣品分析：以試劑水添加適量標準溶液或市售確認油品濃度進行查核樣品分析，計算其回收率。每一批次或每 10 個樣品執行一個查核樣品分析。</p> <p>(三) 重複樣品分析：每一批次或每 10 個樣品執行一個重複樣品分析。</p> <p>(四) 添加樣品分析：添加適量標準溶液或市售確認油品濃度到真實水樣後進行分析，計算其回收率。每批次或每 10 個樣品中應做一個樣品添加。</p>	
<p>十、精密度與準確度</p> <p>(一) 表一及表二為單一實驗室進行淡水及海水基質添加汽油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 0.81 $\mu\text{g/L}$ 及 0.88 $\mu\text{g/L}$。</p> <p>(二) 表三及表四為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質<u>添加汽油樣品之總碳氫化合物</u>，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。</p> <p>(三) 表五及表六為單一實驗室進行淡水及海水基質添加柴油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 7.5 $\mu\text{g/L}$ 及 21.2 $\mu\text{g/L}$。</p> <p>(四) 表七及表八為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質<u>添加柴油之總碳氫化合物</u>，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。</p>	<p>十、精密度與準確度</p> <p>(一) 表一及表二為單一實驗室進行淡水及海水基質添加汽油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 0.81 及 0.88 $\mu\text{g/L}$。</p> <p>(二) 表三及表四為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。</p> <p>(三) 表五及表六為單一實驗室進行淡水及海水基質添加柴油樣品之總碳氫化合物回收率及重複分析結果。方法偵測極限分別為 7.5 及 21.2 $\mu\text{g/L}$。</p> <p>(四) 表七及表八為單一實驗室以淡水及海水為樣品基質，進行 5 組添加分析，所得的精密度及準確度。</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>
<p>十一、參考資料</p> <p>(二) 環境部，層析檢測方法總則 NIEA M150.00C，中華民國 91 年。</p>	<p>十一、參考資料</p> <p>(二) 行政院環境保護署，層析檢測方法總則 NIEA</p>	<p>1. 更新文件版本。 2. 行政院環境保護署改為環境部。</p>

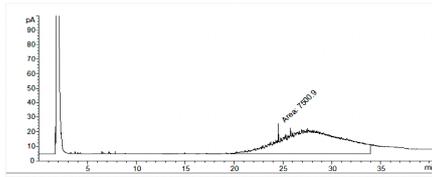
<p>(三) <u>環境部</u>，水中揮發性有機化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析質譜儀法 NIEA W785.57B，中華民國 109 年。</p> <p>(四) <u>環境部</u>，水中汽油總碳氫化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W787.51B，中華民國 99 年。</p> <p>(五) <u>環境部</u>，水中柴油總碳氫化合物檢測方法—氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W802.51B，中華民國 99 年。</p> <p>(六) <u>環境部</u>，樣品製備與萃取方法—吹氣捕捉法 NIEA R104.03C，中華民國 102 年。</p> <p>(七) <u>環境部</u>，分液漏斗液相—液相萃取法 NIEA R106.02C，中華民國 101 年。</p> <p>(八) <u>環境部</u>，連續式液相—液相萃取法 NIEA R107.02C，中華民國 101 年。</p> <p>(九) <u>環境部</u>，土壤中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀火焰離子化偵測器法 NIEA S703.63B，中華民國 113 年。</p>	<p>M150.00C，中華民國 91 年。</p> <p>(三)行政院環境保護署，水中揮發性有機化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析質譜儀法 NIEA W785.55B，中華民國 101 年。</p> <p>(四)行政院環境保護署，水中汽油總碳氫化合物檢測方法—吹氣捕捉／氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W787.51B，中華民國 99 年。</p> <p>(五)行政院環境保護署，水中柴油總碳氫化合物檢測方法—氣相層析／火焰離子偵測法 NIEA W802.51B，中華民國 99 年。</p> <p>(六)行政院環境保護署，樣品製備與萃取方法—吹氣捕捉法 NIEA R104.03C，中華民國 102 年。</p> <p>(七)行政院環境保護署，分液漏斗液相—液相萃取法 NIEA R106.02C，中華民國 101 年。</p> <p>(八)行政院環境保護署，連續式液相—液相萃取法 NIEA R107.02C，中華民國 101 年。</p> <p>(九)行政院環境保護署，土壤中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀／火焰離子化偵測器法，NIEA S703.62B，中華民國 102 年。</p>	
<p>註 1：如海域水質有檢測總石油碳氫化合物需求，亦可參考本方法。</p>		<p>註 1 為新增。</p>
<p>註 2：檢驗中所產生含二氯甲烷之樣品廢液，須依規定處理。</p>	<p>註 1：檢驗中所產生含二氯甲烷之樣品廢液，須依規定處理。</p>	<p>備註編號依序往後 1 位。</p>
<p>註 3：部分含有高碳數以及高濃度石油碳氫化合物之水樣，不易前濃縮處理時，可依實際狀況，吹氣至適當容積。</p>	<p>註 2：部分含有高碳數以及高濃度石油碳氫化合物之水樣，不易前濃縮處理時，可依實際狀況，吹氣至適當容積。</p>	<p>備註編號依序往後 1 位。</p>
<p>註 4：氣相層析儀條件應選擇能夠適切分離溶劑與正己烷 (C₆)，此外，在 C₁₀ 滯留時窗</p>	<p>註 3：氣相層析儀條件應選擇能夠適切分離溶劑與正己烷 (C₆)，此外，在 C₁₀ 滯留時</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>

<p>之前，圖譜應有清晰的基線 (Baseline)。</p>	<p>窗之前，圖譜應有清晰的基線 (baseline)。</p>	<p>2. 備註編號依序往後 1 位。</p>																																																																								
<p>註 5：由於注射口設定於高溫狀態，<u>宜注意注射口墊片之劣化與管柱之雜訊，須適時更換，或使用耐高溫耗材。</u></p>	<p>註 4：由於注射口設定於高溫狀態，<u>當發現 C₃₄ peak 感度不佳時，可能注射口溫度設定不足，可提升注射口溫度至 350°C，以提高感度。當批次樣品完成檢測後，須將注射口溫度調整，降至約至 120°C 成待機狀態，避免墊片裂化。</u></p>	<p>3. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。 4. 修改內容比照 NIEA S703.63B。 5. 備註編號依序往後 1 位。</p>																																																																								
<p>註 6：由儀器設定自動積分條件，若無法獲得良好水平基線時，而影響積分面積之偏差，再以手動積分方式調整基線，以獲得正確積分面積；當分析高碳數樣品時，若圖譜無 C₂₈ 以上層析峰存在且基線已降至水平時，可以 C₁₀ 至 C₂₈ 之基線做為樣品定量基準。</p>	<p>註 5：由儀器設定自動積分條件，若無法獲得良好水平基線時，而影響積分面積之偏差，再以手動積分方式調整基線，以獲得正確積分面積；當分析高碳數樣品時，若圖譜無 C₂₈ 以上層析峰存在且基線已降至水平時，可以 C₁₀~C₂₈ 之基線做為樣品定量基準。</p>	<p>1. 依環境檢測標準方法作業流程指引修改。 2. 備註編號依序往後 1 位。</p>																																																																								
<p>表一 註：樣品 A 至 C 分別以地下水及河川水為基質添加汽油之分析結果。</p>	<p>表一 註：樣品 A~C 分別以地下水及河川水為基質添加汽油之分析結果</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改備註。</p>																																																																								
<p>表二 註：樣品 D 至 F 分別為以海水為基質添加汽油之分析結果。</p>	<p>表二 註：樣品 D~F 分別為以海水為基質添加汽油之分析結果。</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改備註。</p>																																																																								
<p>表三 表三 淡水基質添加汽油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1" data-bbox="199 1435 643 1608"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 %</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>19.4</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>18.4</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.6</td> <td>19.0</td> <td>95</td> <td>0.8</td> <td>4.2</td> <td>87 至 103</td> </tr> <tr> <td>19.7</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>17.9</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>註：配製淡水中汽油濃度：20 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	19.4						18.4						19.6	19.0	95	0.8	4.2	87 至 103	19.7						17.9						<p>表三 表三 淡水基質添加汽油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1" data-bbox="678 1435 1121 1608"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 (%)</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度(RSD) %</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>19.4</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>18.4</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.6</td> <td>19.0</td> <td>95</td> <td>0.8</td> <td>4.2</td> <td>87~103</td> </tr> <tr> <td>19.7</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>17.9</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>註：配製淡水中汽油濃度：20 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 (%)	標準偏差 µg/L	精密度(RSD) %	準確度 (X)%	19.4						18.4						19.6	19.0	95	0.8	4.2	87~103	19.7						17.9						<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
19.4																																																																										
18.4																																																																										
19.6	19.0	95	0.8	4.2	87 至 103																																																																					
19.7																																																																										
17.9																																																																										
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 (%)	標準偏差 µg/L	精密度(RSD) %	準確度 (X)%																																																																					
19.4																																																																										
18.4																																																																										
19.6	19.0	95	0.8	4.2	87~103																																																																					
19.7																																																																										
17.9																																																																										
<p>表四 表四 海水基質添加汽油之總碳氫化合物之準確度和精密度測試結果</p> <table border="1" data-bbox="199 1700 643 1872"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 %</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>19.3</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.5</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>18.7</td> <td>19.3</td> <td>97</td> <td>0.6</td> <td>3.0</td> <td>91 至 103</td> </tr> <tr> <td>20.2</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>註：配製海水中汽油濃度：20 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	19.3						19.5						18.7	19.3	97	0.6	3.0	91 至 103	20.2						19.0						<p>表四 表四 海水基質添加汽油之總碳氫化合物之準確度和精密度測試結果</p> <table border="1" data-bbox="678 1700 1121 1872"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 (%)</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>19.3</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.5</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>18.7</td> <td>19.3</td> <td>97</td> <td>0.6</td> <td>3.0</td> <td>91~103</td> </tr> <tr> <td>20.2</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>19.0</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table> <p>註：配製海水中汽油濃度：20 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 (%)	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	19.3						19.5						18.7	19.3	97	0.6	3.0	91~103	20.2						19.0						<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
19.3																																																																										
19.5																																																																										
18.7	19.3	97	0.6	3.0	91 至 103																																																																					
20.2																																																																										
19.0																																																																										
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 (%)	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
19.3																																																																										
19.5																																																																										
18.7	19.3	97	0.6	3.0	91~103																																																																					
20.2																																																																										
19.0																																																																										
<p>表五</p>	<p>表五</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改備註。</p>																																																																								

<p>註：樣品 A 至 C 分別以真實地下水及河川水為基質添加柴油之分析結果。</p>	<p>註：樣品 A ~ C 分別以真實地下水及河川水為基質添加柴油之分析結果。</p>																																																																									
<p>表六 註：樣品 D 至 F 分別以真實海水為基質添加柴油後之分析結果。</p>	<p>表六 註：樣品 D ~ F 分別以真實海水為基質添加柴油後之分析結果。</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改備註。</p>																																																																								
<p>表七 淡水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 %</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>185</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>180</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>173</td><td>184</td><td>92</td><td>8.9</td><td>4.8</td><td>83 至 101</td></tr> <tr><td>197</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>185</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>註：配製淡水中柴油濃度：200 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	185						180						173	184	92	8.9	4.8	83 至 101	197						185						<p>表七 淡水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 % ↓</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>185</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>180</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>173</td><td>184</td><td>92</td><td>8.9</td><td>4.8</td><td>83 ~ 101</td></tr> <tr><td>197</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>185</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>註：配製淡水中柴油濃度：200 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 % ↓	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	185						180						173	184	92	8.9	4.8	83 ~ 101	197						185						<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
185																																																																										
180																																																																										
173	184	92	8.9	4.8	83 至 101																																																																					
197																																																																										
185																																																																										
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 % ↓	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
185																																																																										
180																																																																										
173	184	92	8.9	4.8	83 ~ 101																																																																					
197																																																																										
185																																																																										
<p>表八 海水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 %</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>149</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>175</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>165</td><td>158</td><td>79</td><td>12.5</td><td>7.9</td><td>66 至 91</td></tr> <tr><td>144</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>156</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>註：配製海水中柴油濃度：200 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	149						175						165	158	79	12.5	7.9	66 至 91	144						156						<p>表八 海水基質添加柴油之總碳氫化合物準確度和精密度測試結果</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析值 µg/L</th> <th>平均值 µg/L</th> <th>平均回收率 % ↓</th> <th>標準偏差 µg/L</th> <th>精密度 (RSD)%</th> <th>準確度 (X)%</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>149</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>175</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>165</td><td>158</td><td>79</td><td>12.5</td><td>7.9</td><td>66 ~ 91</td></tr> <tr><td>144</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> <tr><td>156</td><td></td><td></td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table> <p>註：配製海水中柴油濃度：200 µg/L</p>	分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 % ↓	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%	149						175						165	158	79	12.5	7.9	66 ~ 91	144						156						<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改。</p>
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 %	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
149																																																																										
175																																																																										
165	158	79	12.5	7.9	66 至 91																																																																					
144																																																																										
156																																																																										
分析值 µg/L	平均值 µg/L	平均回收率 % ↓	標準偏差 µg/L	精密度 (RSD)%	準確度 (X)%																																																																					
149																																																																										
175																																																																										
165	158	79	12.5	7.9	66 ~ 91																																																																					
144																																																																										
156																																																																										
<p>圖一 圖一 低碳數(C₆ 至 C₉)之兩個特定成分 2-甲基戊烷及 1,2,4-三甲基苯滯留時窗圖</p>	<p>圖一 圖一 低碳數(C₆ ~ C₉)之兩個特定成分 2-甲基戊烷(2-methylpentane)及 1,2,4-三甲基苯(1,2,4-trimethylbenzene)滯留時窗圖</p>	<p>依環境檢測標準方法作業流程指引修改圖片說明。</p>																																																																								
<p>圖二 </p> <p>圖二 C₁₀ 至 C₅₀ 之氣相層析圖例</p>	<p>圖二 </p> <p>圖二 C₈~C₄₀ 之氣相層析圖例</p>	<p>1. 抽換圖二。 2. 修改圖片說明。</p>																																																																								
<p>圖四 </p> <p>圖四 市售柴油之氣相層析圖</p>	<p>圖四 </p> <p>圖四 市售柴油之氣相層析圖</p>	<p>抽換圖四。</p>																																																																								
<p>圖五</p>	<p>圖五</p>	<p>1. 抽換圖五。</p>																																																																								



圖五 機油氣相層析圖



圖五 ESSO 10W/40 市售機油氣相層析圖

2. 修改圖片說明。

水中臭度檢測方法—初嗅數法草案

NIEA W206.53C

一、方法概要

臭度乃水樣以無臭水作系列稀釋後，檢驗員仍可聞到臭味之水樣最高稀釋比率，單位以初嗅數(Threshold odor number, T.O.N.)表示。人對臭度的敏感度變異很大，即使同一個人也可能每日嗅覺反應不一致。因此，臭度檢驗員不可少於五人，以克服一人檢驗時之誤差，並應另有一位樣品稀釋人員。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水中臭度之檢測；如地面水體、地下水體、廢（污）水、放流水或含鹽分水樣(Saline water)有臭度檢測需求，亦可參考本方法。高臭度樣品在檢驗時必須以無臭水稀釋之，以降低濃度。

三、干擾

大部分自來水和某些廢水均經加氯處理，若欲同時檢驗水樣和該水樣除氯後之臭度，可加入適量除氯劑（五、（二））去除水樣中之氯。若除氯劑會產生臭度，則水樣以除氯劑處理時，必須加等量除氯劑於無臭水做為空白對照。除非除氯劑使用過量，否則由除氯劑產生之臭度通常於靜置後消失。

四、設備與材料

檢測時使用之設備與材料，不可使用塑膠材質。

- （一）無臭玻璃器具：玻璃器具於使用前必須以無臭肥皂和酸性清洗液洗滌，然後再以無臭水洗滌。臭度檢驗必須有專屬的玻璃器材，不可與其他檢驗項目混用。橡皮塞、軟木塞或塑膠瓶均不可使用於臭度之檢驗。
- （二）恆溫水浴或電熱板：可控制檢驗溫度在 60 °C 或 40 °C，且其誤差在 ±1 °C 內，且不應附（放）有任何足以影響臭度檢驗之物質。
- （三）臭度檢驗瓶：具玻璃瓶蓋（32 號磨砂）之 500 mL 錐形瓶或瓶口加蓋（玻璃培養皿）之 500 mL 廣口錐形瓶。用於盛裝稀釋

後之樣品。

注意：1、窄口瓶不適用於臭度之檢驗。

2、使用鋁箔包裹臭度檢驗瓶或使用褐色錐形瓶，可避免水樣中色度及濁度可能引起的正偏差(Potential positive bias)。

(四) 樣品瓶：具玻璃瓶蓋或含鐵氟龍墊片螺旋蓋之玻璃瓶。

(五) 移液管：1.0 mL 和 10 mL，具 1/10 刻度。

(六) 刻度量筒：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL 和 250 mL。

(七) 溫度計：刻度需準確至 1 °C。

(八) 無臭水製造設備：以自來水、蒸餾水或去離子水通過活性碳，用於產生無臭水之設備。簡便的無臭水製造設備可自行組裝，例如以每分鐘約 0.1 L 之速率使自來水或蒸餾水通過長 0.9 公尺、管徑 51 mm，填充 12×40 mesh 活性碳之玻璃管柱，亦可購買市售設備組裝。最初由製造設備流出之過濾水，因含活性碳微粒，應予捨棄。活性碳的壽命依運作狀況及濾水量而異。檢測結束後，因無臭水製造設備中活性碳保持濕潤狀態，若閒置不用時，會有微生物滋長而產生微臭。由無臭水之臭度檢測結果，可決定何時須更換活性碳。

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) 無臭水：經由活性碳管柱之過濾以製備稀釋用無臭水。大多數自來水可適用於無臭水之製備，但必須檢查過濾水是否含有餘氯、含異常之鹽類濃度或異常高或低之 pH，這些因素會影響某些含臭度樣品之檢驗。若以蒸餾水製備無臭水，將可避免上述困擾。無臭水必須每日在特定溫度（如 60 °C 或 40 °C）下檢測是否無臭。

(二) 除氯劑：溶解 3.5 g 硫代硫酸鈉($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)於試劑水中，再定量至 1,000 mL。須每週配製。在 200 mL 水樣中，使用 1 mL 除氯劑，可去除 2.5 mg/L 的餘氯（可先依「水中餘氯檢測方法—分光光度計法(NIEA W408.5)」(註)檢測水樣餘氯

值)。

六、採樣與保存

- (一) 水樣必須收集於玻璃瓶，並以玻璃瓶蓋或含鐵氟龍墊片之螺旋蓋密封，不可使用塑膠容器盛裝水樣。
- (二) 水樣採集後應儘速完成分析。如必須儲存，應採集至少 1,000 mL 之水樣盛裝於玻璃瓶，使滿至瓶口，於暗處 $> 0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 冷藏之，並於採樣後 6 小時內進行分析。冷藏時應確認冷藏庫中無外來的臭味污染水樣。

七、步驟

(一) 注意事項

1. 檢驗臭度之人員必須慎加選擇，不敏感者不宜參與檢驗。
2. 會影響嗅覺反應之外來刺激物應予避免，例如檢驗員於聞臭前不可抽煙、飲食或使用香皂、香水或刮鬍膏等，以防干擾臭度之檢驗。此外，檢驗員必須沒有感冒或過敏，以免影響嗅覺偵測，並建議經常於無臭環境中休息。
3. 臭度之檢驗室內應無令人分心之物、通風孔及其他臭味。在特定工業環境下，必須有特殊的無臭室，通入經活性炭過濾之空氣，並保持恆定舒適的溫度和濕度。
4. 臭度因溫度之不同而異， 40°C 及 60°C 各為冷、熱臭度檢驗之標準溫度。一般水樣應在 60°C 檢驗其臭度，但在某些特殊情況下，例如水樣之臭度極易消失或對熱格外敏感時，則可以 40°C 進行臭度之檢驗，檢驗報告中應註明聞臭之溫度。
5. 為了確保檢驗之準確性，檢驗員應為 5 人或 5 人以上。
6. 稀釋樣品之調配應由樣品稀釋人員操作，且樣品稀釋倍數亦不應讓檢驗員知道。
7. 檢驗員應預先熟習檢驗流程。一般而言，由最高稀釋倍數之樣品開始聞臭，以避免臭度較濃之水樣使嗅覺麻痺。
8. 聞臭時水樣之溫度應保持在指定檢驗溫度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 之內。

(二) 臭度初步檢驗 (近似範圍之測定)

1. 樣品稀釋人員取水樣 200 mL、50 mL、12.5 mL 及 3.1 mL，分別加入內含適當體積無臭水之 500 mL 加蓋錐形瓶中，使每瓶總體積均為 200 mL。另取一錐形瓶放入無臭水，作為比較之參考。若在 60 °C 檢驗臭度時，稀釋水樣與無臭水均應放置在 60 °C ± 1 °C 之恆溫水浴中，以作比較。
2. 檢驗員搖晃含無臭水之錐形瓶，移去瓶蓋，用鼻子聞蒸氣。以相同方法，由最高稀釋倍數之稀釋水樣開始聞臭，若此稀釋水樣仍可偵測到臭度時，則依下述步驟 3、之方法將水樣再稀釋。假如最高稀釋倍數之稀釋水樣聞不到臭味時，則往次低稀釋倍數之稀釋液繼續聞臭，並以此類推，直到可明確地聞到臭味為止。
3. 若水樣仍需再擴大稀釋倍數，則取 20 mL 原水樣，以無臭水稀釋至 200 mL。此稀釋水樣再依步驟七、(一) 1 至 2 之方法稀釋，並測定其臭度之近似範圍。

(三) 臭度檢驗

1. 樣品稀釋人員以初步檢驗結果為基準，依下表配製一系列稀釋水樣。該系列稀釋水樣中應於預估之初嗅數附近穿插一或數個空白 (無臭水)，但該系列稀釋水樣中應避免放置相同的空白對照穿插次序。檢驗員應不知道系列樣品中何者為空白或稀釋水樣。由最低濃度稀釋水樣開始，依序檢驗每一樣品並與已知之無臭水比較，直到可明確偵測到臭度為止。

(1)初步檢驗測得近似臭度之原水樣體積(mL)			
200	50	12.5	3.1
(2)稀釋至 200 mL 之原水樣體積(mL)			
200	100	50	依步驟七、 (一) 3、之方式稀 釋後，再系列稀釋 之。
100	50	25	
50	25	12.5	
25	12.5	6.3	
12.5	6.3	3.1	
註：若(1)初步檢驗 200 mL 原水樣與無臭水比較，聞不到臭味時，逕以 200 mL 原水樣，依(2)臭度檢驗進行。			

2. 將每一檢驗員之聞臭結果記錄於個別之臭度檢驗表，以符號“+”表示有嗅覺反應，“-”表示無嗅覺反應，例如：

稀釋至 200 mL 之 原水樣體積(mL)	12.5	0	25	0	50	100	200
嗅覺反應	-	-	+	-	+	+	+

八、結果處理

- (一) 以步驟七、(二) 2、之範例為例，若稀釋水樣中含原水樣之體積為 25 mL 時，即首次被偵測到臭度，則初嗅數為 200 除以 25 等於 8。下表顯示稀釋至 200 mL 之原水樣體積與相對應之初嗅數。若水樣之測定曾另經步驟七、(一) 3、之程序稀釋 10 倍，則原水樣之初嗅數應為測定值之 10 倍。

稀釋至 200 mL 之原水樣體積	臭度 (初嗅數)
200	1
100	2
50	4
25	8
12.5	16
6.3	32
3.1	64
1.6	128
0.8	256

- (二) 水樣之測定有時會有異常反應發生。例如在系列稀釋水樣中，檢驗員對某一低濃度者有嗅覺反應，而對某一較高濃度者無嗅覺反應，此情況下，初嗅數應為可偵測到臭度之最高稀釋比例，且其後之稀釋水樣中再無異常測定現象發生，而可偵測到臭度之最高稀釋比率。例如：

稀釋至 200 mL 之 原水樣體積(mL)	6.3	12.5	0	25	50	100
嗅覺反應	+	-	-	+ 初嗅點	+	+

(三) 臭度檢驗結果由一組檢驗員（至少 5 人）所測得之臭度值求得之幾何平均數表示。幾何平均數之計算如下述範例：

1. 依檢驗步驟可得到反應結果，如下紀錄。

無臭水體積(mL)	原水樣體積(mL)	檢驗員嗅覺反應*				
		1	2	3	4	5
188	12.5	-	-	-	-	-
175	25	-	⊕	-	+	⊕
200	0	--	-	-	-	
150	50	⊕	+	-	-	+
200	0	--	-	-	-	
100	100	+	+	⊕	⊕	+
0	200	+	+	+	+	+

*"⊕"表示初嗅點

2. 依前述結果及八、(二)可得到個別的臭度值

檢驗員	臭度(初嗅數)
1	4
2	8
3	2
4	2
5	8

3. n 個數目字相乘所得結果開 n 次方根，即得幾何平均數。

$$4 \times 8 \times 2 \times 2 \times 8 = 1,024$$

$$\text{初嗅數} = \sqrt[5]{1,024} = 4$$

(四) 當水樣臭度極低時，部分檢驗員未聞到臭味，其檢測報告以「<1」表示。

九、品質管制

略

十、精密度與準確度

略。

十一、參考資料

- (一) APHA, AWWA, WEF. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 24th ed., Odor Method 2150 A, and B.
- (二) U.S. EPA Methods. Odor (Threshold Odor, Consistent Series). Method 140.1, 1971.
- (三) American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Odor in Water, D 1292-15, 2021.

註：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。

環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：水中臭度檢測方法－初嗅數法(NIEA W206.53C) 草案

修正內容	現行內容	說明
<p>一、方法概要</p> <p>… (Threshold odor number, T.O.N.)…</p>	<p>一、方法概要</p> <p>… (Threshold odor number , T.O.N.) …</p>	標點符號修正。
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於飲用水中臭度之檢測；如地面水體、地下水體、廢(污)水、放流水或含鹽分水樣(Saline water)有臭度檢測需求，亦可參考本方法。高臭度樣品在檢驗時必須以無臭水稀釋之，以降低濃度。</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於飲用水、<u>地面水、含鹽分水樣(Saline waters)、家庭廢水以及工業廢水</u>之臭度檢測。高臭度樣品在檢驗時必須以無臭水稀釋之，以降低濃度。<u>本方法之應用範圍可從幾乎無臭的自然水至初嗅數為數千的工業廢水。</u></p>	分列法規管制項目及非法規管制項目之適用。並因應後續內文連貫性，保留非法規管制項目適用之說明於本章節。
<p>四、設備與材料</p> <p><u>檢測時使用之設備與材料，不可使用塑膠材質。</u></p> <p>(四) 樣品瓶：具玻璃瓶蓋或含鐵氟龍墊片螺旋蓋之玻璃瓶。</p> <p>(五) 移液管：1.0 mL 和 10 mL，具 1/10 刻度。</p> <p>(六) 刻度量筒：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL 和 250 mL。</p> <p>(七) 溫度計：刻度需準確至 1 °C。</p> <p>(八) <u>無臭水製造設備：以自來水、蒸餾水或去離子水通過活性碳，用於產生無臭水之設備。簡便的無臭水製造設備可自行組裝，例如以每分鐘約 0.1 L 之速率使自來水或蒸餾水通過長 0.9 公尺、管徑 51 mm，填充 12x40 mesh 活性碳</u></p>	<p>四、設備及材料</p> <p>(四) 樣品瓶：具玻璃瓶蓋或含鐵氟龍墊片螺旋蓋之玻璃瓶。</p> <p>(五) 吸管：1.0 和 10 mL，具 1/10 刻度。</p> <p>(六) 刻度量筒：25、50、100、200 和 250 mL。</p> <p>(七) 溫度計：<u>酒精溫度計或水銀溫度計</u>，刻度需準確至 1 °C。</p> <p>(八) <u>無臭水製造器：見圖一。</u></p>	<p>1. 章節標題依現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引修正。</p> <p>2. 度量衡單位修正。</p> <p>3. 無臭水製造設備相關敘述由原五、試劑(一)移列四、設備與材料(八)，並修正可自行組裝或購買市售設備，刪除附圖。</p>

<p><u>之玻璃管柱，亦可購買市售設備組裝。最初由製造設備流出之過濾水，因含活性碳微粒，應予捨棄。活性碳的壽命依運作狀況及濾水量而異。檢測結束後，因無臭水製造設備中活性碳保持濕潤狀態，若閒置不用時，會有微生物滋長而產生微臭。由無臭水之臭度檢測結果，可決定何時須更換活性碳。</u></p>		
<p>五、試劑</p> <p><u>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。</u></p> <p>(一) 無臭水：經由活性碳管柱之過濾以製備稀釋用無臭水。大多數自來水可適用於無臭水之製備，但必須檢查過濾水是否含有餘氯、含異常之鹽類濃度或異常高或低之pH，這些因素會影響某些含臭度樣品之檢驗。若以蒸餾水製備無臭水，將可避免上述困擾。<u>無臭水必須每日在特定溫度（如60℃或40℃）下檢測是否無臭。</u></p> <p>(二) 除氯劑：溶解 3.5 g 硫代硫酸鈉[Na₂S₂O₃·5H₂O]於試劑水中，再定量至 1,000 mL。須每週配製。在 200 mL 水樣中，使用 1 mL 除氯劑，可去除 2.5</p>	<p>五、試劑</p> <p>(一) 無臭水：經由活性碳床之過濾以製備稀釋用無臭水。大多數自來水可適用於無臭水之製備，但必須檢查過濾過之水是否含有餘氯、含異常之鹽類濃度或異常高或低之pH，這些因素會影響某些含臭度樣品之檢驗。若以蒸餾水製備無臭水，將可避免上述困擾。<u>簡便的無臭水製造機(如圖一)可自行組裝。以每分鐘0.1 L 之速率使自來水或蒸餾水通過無臭水製造器，最初由製造器流出之過濾水，因含活性碳微粒，應予捨棄。由無臭水製造器產生之水，必須每日在特定溫度（如60或40℃）下檢驗是否無臭。活性碳的壽命依運作狀況及濾水量而異。檢驗結束後，因無臭水製造器</u></p>	<p>1. 無臭水製造設備相關敘述由五、試劑（一）移列四、設備與材料（八）。</p> <p>2. 增列「試劑可依試藥配製比例製備所需使用體積」等文字以配合實際使用量需求及環保目的。</p> <p>3. 度量衡單位修正。</p>

<p>mg/L 的餘氯(可先依「<u>水中餘氯檢測方法—分光光度計法(NIEA W408.5)</u>」(註)檢測水樣餘氯值)。</p>	<p>中<u>活性炭保持濕潤狀態</u>,若閒置不用時,會有<u>微生物滋長而產生微臭</u>。由<u>過濾水之臭度檢驗結果</u>,可決定何時須更換活性炭。</p> <p>(二)除氯劑:溶解 3.5 g 硫代硫酸鈉(<u>Na₂S₂O₃·5H₂O</u>)於試劑水中,再定量至 1000 mL。須每週配製。在 200 mL 水樣中,使用 1 mL 除氯劑,可去除 2.5 mg/L 的餘氯(可先依 NIEA W408 檢測水樣餘氯值)。</p>	
<p>六、<u>採樣與保存</u></p> <p>(一)水樣必須收集於玻璃瓶,並以玻璃瓶蓋或含鐵氟龍墊片之螺旋蓋密封,不可使用塑膠容器盛裝水樣。</p> <p>(二)水樣採集後應儘速完成分析。如必須儲存,應採集至少 1,000 mL 之水樣盛裝於玻璃瓶,使滿至瓶口,於暗處 <u>> 0 °C 至 ≤ 6 °C</u> 冷藏之,並於採樣後 6 小時內進行分析。冷藏時應<u>確認</u>冷藏庫中無外來的<u>臭味</u>污染水樣。</p>	<p>六、<u>採樣及保存</u></p> <p>(一)水樣必須收集於玻璃瓶,並以玻璃瓶蓋或含鐵弗龍墊片之螺旋蓋密封,不可使用塑膠容器盛裝水樣。</p> <p>(二)水樣採集後應儘速完成分析。如必須儲存,應採集至少 1,000 mL 之水樣盛裝於玻璃瓶,使滿至瓶口,於暗處 <u>4 ± 2 °C</u> 冷藏之,並於採樣後 6 小時內進行分析。冷藏時應<u>確定</u>冷藏庫中無外來的<u>臭度可污染</u>冷藏之水樣。</p>	<p>1. 章節標題依現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引修正。</p> <p>2. 依本院近期公告檢測方法,保存溫度由「<u>4 ± 2 °C</u>」修正為「<u>> 0 °C 至 ≤ 6 °C</u>」。</p>
<p>七、<u>步驟</u></p> <p>(一)注意事項</p> <p>1. <u>檢驗臭度之人員必須慎加選擇,不敏感者不宜參與檢驗。</u></p> <p>2. <u>會影響嗅覺反應之外來刺激物應予避免,例如檢驗員於聞臭前不可抽煙、飲食或使用香皂、香水或刮鬍膏等,以防干擾臭度之檢驗。</u></p>	<p>七、<u>步驟</u></p> <p>(一)臭度初步檢驗(近似範圍之測定)</p> <p>1、樣品稀釋人員取水樣 200、50、12.5 及 3.1 mL, …, 稀釋水樣與無臭水均應放置在 <u>60 ± 1 °C</u> 之恆溫水浴中,以作比較。</p> <p>2、…以相同方法,由最高稀釋倍數之稀釋</p>	<p>1. 九、品質管制內容移至七、(一)注意事項。</p> <p>2. 度量衡單位修正。</p> <p>3. 文字格式依現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引修正。</p>

此外，檢驗員必須沒有感冒或過敏，以免影響嗅覺偵測，並建議經常於無臭環境中休息。

3. 臭度之檢驗室內應無令人分心之物、通風孔及其他臭味。在特定工業環境下，必須有特殊的無臭室，通入經活性炭過濾之空氣，並保持恆定舒適的溫度和濕度。
 4. 臭度因溫度之不同而異，40 °C 及 60 °C 各為冷、熱臭度檢驗之標準溫度。一般水樣應在 60 °C 檢驗其臭度，但在某些特殊情況下，例如水樣之臭度極易消失或對熱格外敏感時，則可以 40 °C 進行臭度之檢驗，檢驗報告中應註明聞臭之溫度。
 5. 為了確保檢驗之準確性，檢驗員應為 5 人或 5 人以上。
 6. 稀釋樣品之調配應由樣品稀釋人員操作，且樣品稀釋倍數亦不應讓檢驗員知道。
 7. 檢驗員應預先熟習檢驗流程。一般而言，由最高稀釋倍數之樣品開始聞臭，以避免臭度較濃之水樣使嗅覺麻痺。
 8. 聞臭時水樣之溫度應保持在指定檢驗溫度 ± 1 °C 之內。
- (二) 臭度初步檢驗 (近似範圍之測定)
1. 樣品稀釋人員取水樣 200 mL、50 mL、12.5

水樣開始聞嗅，若此稀釋水樣仍可偵測到臭度時，則依下述步驟 3、之方法將水樣再稀釋。假如最高稀釋倍數之稀釋水樣聞不到臭味時，則往次低稀釋倍數之稀釋液繼續聞嗅，...

3、... 再依步驟七、(一) 1-2 之方法稀釋，並測定其臭度之近似範圍。

(二) 臭度檢驗

1、樣品稀釋人員以初步檢驗結果為基準，依表一之要領配製一系列稀釋水樣。

表一 各種近似臭度原水樣之稀釋

(一) 初步檢驗測得近似臭度之原水樣體積 (mL)			
200	50	12.5	3.1
(二) 稀釋至 200 mL 之原水樣體積 (mL)			
200	100	50	依步驟七、(一) 3、之方式稀釋後，再系列稀釋之。
100	50	25	
50	25	12.5	
25	12.5	6.3	
12.5	6.3	3.1	

註：若 (一) 初步檢驗 200 mL 原水樣與無臭水比較，聞不到臭味時，選以 200 mL 原水樣，依 (二) 臭度檢驗進行。

2、將每一檢驗員之聞嗅結果記錄於個別之臭度檢驗表...

mL 及 3.1 mL, …, 稀釋水樣與無臭水均應放置在 $60 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 之恆溫水浴中, 以作比較。

2. …以相同方法, 由最高稀釋倍數之稀釋水樣開始聞臭, 若此稀釋水樣仍可偵測到臭度時, 則依下述步驟 3、之方法將水樣再稀釋。假如最高稀釋倍數之稀釋水樣聞不到臭味時, 則往次低稀釋倍數之稀釋液繼續聞臭, …。

3. …再依步驟七、(一) 1 至 2 之方法稀釋, 並測定其臭度之近似範圍。

(三) 臭度檢驗

1. 樣品稀釋人員以初步檢驗結果為基準, 依下表配製一系列稀釋水樣。

(1) 初步檢驗測得近似臭度之原水樣體積 (mL)			
200	50	12.5	3.1
(2) 稀釋至 200 mL 之原水樣體積 (mL)			
200	100	50	依步驟七、(一) 3、之方式稀釋後, 再系列稀釋之。
100	50	25	
50	25	12.5	
25	12.5	6.3	
12.5	6.3	3.1	

註: 若(1)初步檢驗 200 mL 原水樣與無臭水比較, 聞不到臭味時, 遂以 200 mL 原水樣, 依(2)臭度檢驗進行。

2. 將每一檢驗員之聞臭結果記錄於個別之臭度檢驗表…:

八、結果處理

(一) …下表顯示稀釋至 200 mL 之原水樣體積與相對應之初嗅數。

(三) 臭度檢驗結果由一組檢驗員 (至少 5 人) 所測得之臭度值求得之幾何平均數表示。

八、結果處理

(一) …表二顯示稀釋至 200 mL 之原水樣體積與相對應之初嗅數。

表二 稀釋前原水樣體積與相對應之臭度值

文字格式依現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引修正。

<p>1.依檢驗步驟可得到反應結果，如下紀錄。</p> <p>2、<u>依前述結果及八、(二)</u>可得到個別的臭度值</p>	<p>(三) <u>為了獲得較可靠的平均臭度值，一組檢驗員之臭度檢驗結果，應以適當的統計方法計算。通常可由一組檢驗人員所測得之臭度值求得幾何平均數，以作為水樣之臭度。</u></p> <p>1、<u>依檢驗步驟可得到反應結果，如下紀錄。表三、水樣臭度系列檢驗結果</u></p> <p>2、<u>前述結果依表二所列可得到個別的臭度值</u></p>	
<p>九、品質管制 <u>略</u></p>	<p>九、品質管制</p> <p>(一) <u>檢驗臭度之人員必須慎加選擇，不敏感者不宜參與檢驗。</u></p> <p>(二) <u>會影響嗅覺反應之外來刺激物應予避免，例如檢驗員於聞臭前不可抽煙、飲食或使用香皂、香水或刮鬍膏等，以防干擾臭度之檢驗。此外，檢驗員必須沒有感冒或過敏，以免影響嗅覺偵測，並建議經常於無臭環境中休息。</u></p> <p>(三) <u>臭度之檢驗室內應無令人分心之物、通風孔及其他臭度。在特定工業環境下，必須有特殊的無臭室，通入經活性碳過濾之空</u></p>	<p>九、品質管制內容移至七、(一)注意事項。</p>

	<p>氣，並保持恆定舒適的溫度和濕度。</p> <p>(四) <u>臭度因溫度之不同而異，40 °C 及 60 °C 各為冷、熱臭度檢驗之標準溫度。一般水樣應在 60 °C 檢驗其臭度，但在某些特殊情況下，例如水樣之臭度極易消失或對熱格外敏感時，則可以 40 °C 進行臭度之檢驗，檢驗報告中應註明聞臭之溫度。</u></p> <p>(五) <u>為了確保檢驗之準確性，檢驗人員應為 5 人或 5 人以上。</u></p> <p>(六) <u>稀釋樣品之調配應由樣品稀釋人員操作，且樣品稀釋倍數亦不應讓檢驗人員知道。</u></p> <p>(七) <u>檢驗人員應預先熟習檢驗流程。一般而言，由最高稀釋倍數之樣品開始聞臭，以避免臭度較濃之水樣使嗅覺麻痺。</u></p> <p>(八) <u>聞臭時水樣之溫度應保持在指定檢驗溫度 ± 1 °C 之內。</u></p>	
<p>十、精密度與準確度</p>	<p>十、精密度及準確度</p>	<p>章節標題依現行環境檢測標準方法制訂作業流程指引修正。</p>
<p>十一、參考資料 (一) <u>APHA, AWWA, WEF, Standard</u></p>	<p>十一、參考資料 (一) <u>American Public Health Association,</u></p>	<p>參考資料版次更新，格式依現行環境檢測標準方法</p>

<p>Methods for the Examination of Water and Wastewater, 24th ed., <u>Odor Method 2150 A, and B.</u></p> <p>(二) <u>U.S. EPA Methods. Odor (Threshold Odor, Consistent Series). Method 140.1, 1971.</u></p> <p>(三) <u>American Society for Testing and Materials, Standard Test Method for Odor in Water, D 1292-15, 2021.</u></p>	<p><u>American Water Works Association & Water Environment Federation. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed., Method 2150 A, and B, pp.2-11 - 2-15, Washington, D.C., USA, 1998.</u></p> <p>(二) <u>U.S. Environmental Protection Agency, Environmental Monitoring and Support Laboratory. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, Method 140.1 Cincinnati, OH., USA, 1971.</u></p>	<p>制訂作業流程指引修正。</p>
<p><u>註：本文引用之公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。</u></p>	<p><u>註 1：廢液分類處理原則—本檢驗廢液依一般無機廢液處理。</u></p>	<p>1. 本方法廢液無特殊需求，爰刪除廢液處理相關說明。</p> <p>2. 增列「本文引用之公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。」等文字。</p>
<p><u>(刪除)</u></p>	<p><u>圖一、無臭水製造器</u></p>	<p>刪除附圖，實際規格需符合四、設備與材料(八)規定。</p>