

索氏萃取法

中華民國 105 年 11 月 18 日環署檢字第 1050092864 號公告

自中華民國 106 年 3 月 15 日生效

NIEA M165.01C

一、方法概要

固體樣品與無水硫酸鈉混合後，置入一萃取圓形濾筒中或二團玻璃棉之間，以適當的溶劑於索氏萃取裝置中進行萃取、濃縮或置換成適當的溶劑，以供其後之淨化或檢測之用。

二、適用範圍

本方法適用於固體物，如土壤、底泥、污泥及固體廢棄物中萃取非揮發性及半揮發性有機化合物的步驟。此索氏萃取步驟（Soxhlet extraction process）可確保萃取溶劑與樣品基質密切接觸。

本方法適用於萃取及濃縮不溶於水及微溶於水之含有機化合物固態樣品的製備，以供各項層析分析步驟之用。

三、干擾

- （一）溶劑、試劑、玻璃器皿及其他樣品處理過程中所用之器皿，皆可能對樣品分析造成誤差或干擾。所有這些物質必須在設定的分析條件下，進行方法空白分析，證明其無干擾。
- （二）樣品中共萃取之干擾物隨來源之不同而異。若被萃取後的樣品，因干擾而無法分析，則樣品萃液須進行淨化。
- （三）實驗室中常用的塑膠製品極易造成鄰苯二甲酸酯的污染。因鄰苯二甲酸酯常被用做可塑劑，且極易自塑膠物質中被萃取出來，若不執行一系列的品質管制，則會發生嚴重的鄰苯二甲酸酯污染，因此塑膠製品必須避免使用。
- （四）玻璃器皿之污染導致分析物裂解：肥皂殘留在玻璃器皿上可能會使某些待測物裂解。對較難清洗的玻璃器皿特別明顯，故須非常小心地以人工清洗此類器皿，以避免此問題。

四、設備與材料

- （一）索氏萃取設備：附 500 mL 圓底瓶，或其他適當體積圓底瓶。
- （二）乾燥管：20 mm 內徑之 Pyrex 玻璃層析管，底部填充 Pyrex 玻璃綿。（註 1）
- （三）濃縮裝置：

1.K—D (Kuderna — Danish) 濃縮裝置：

- (1) 濃縮管：10 mL，有刻度 (Kontes K — 570050 — 1025 或同級品)，具磨砂口玻璃瓶蓋，以防止萃液蒸發。
- (2) 蒸發瓶：500 mL (Kontes K — 570001 — 500 或同級品)，與濃縮管連接處，以彈簧、卡夾或同級品夾緊。
- (3) 史耐得管 (Snyder column)：大型三球 (Kontes K — 503000 — 0121 或同級品)。
- (4) 史耐得管：小型二球 (Kontes K — 569001 — 0219 或同級品)。
- (5) 彈簧：1 / 2 吋 (Kontes K — 662750 或同級品)。
- (6) 溶劑蒸氣回收系統 (Solvent vapor recovery system，Kontes K — 545000 — 1006 或 K547300 — 0000，Ace Glass 6614 — 30 或同級品)。

2.減壓濃縮裝置。

3.加熱減壓吹氮濃縮定量裝置

4.振盪減壓濃縮裝置

5.離心減壓濃縮裝置

6.其他相似功能之裝置。

- (四) 沸石：以溶劑萃取清洗過，約 10 / 40 mesh (碳化矽或同級品)。
- (五) 水浴：附環狀同心圓蓋子，能控溫精確至 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以內者。在抽風櫃中使用。
- (六) 樣品瓶 (Vials)：2 mL，玻璃瓶具鐵氟龍內襯之螺旋蓋或夾壓式密封蓋。
- (七) 玻璃纖維或紙製圓形濾筒或玻璃綿：無干擾物質。
- (八) 加熱包：以可變電阻器控制。
- (九) 可丟棄式巴斯德玻璃移液管 (Disposable glass Pasteur pipet) 及吸球。
- (十) 測定乾重百分比設備
 - 1.乾燥烘箱。
 - 2.乾燥器。

3.瓷坩堝或可丟棄式鋁坩堝。

(十一) 研磨設備。

(十二) 分析天平：可精秤至 0.0001 g。

五、試劑

(一) 所有檢測時使用的無機化合物必須是試藥級，若須使用其他等級試藥，則在使用前必須確認該試藥的純度，俾使檢測結果準確度不致降低。

(二) 試劑水：不含有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。

(三) 無水硫酸鈉：置於淺盤中於 400°C 加熱 4 小時；或以二氯甲烷預洗硫酸鈉純化之。若以二氯甲烷預洗法純化硫酸鈉，則須進行方法空白測試，證明硫酸鈉中無干擾存在。

(四) 萃取溶劑：所有溶劑均須是殘量級或同級品，常用之溶劑如下：

1.丙酮 / 正己烷 (1:1, v/v) (註 2)

2.二氯甲烷 / 丙酮 (1:1, v/v)

3.二氯甲烷

4.甲苯 / 甲醇 (10:1, v/v)

(五) 置換溶劑：所有溶劑均須是殘量級或同級品（詳見表一）。

1.正己烷

2.2-丙醇

3.環己烷

4.乙腈

六、採樣與保存

依據「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」、「土壤採樣方法 NIEA S102」及「底泥採樣方法 NIEA S104」各相關檢測方法之採樣與樣品品保規定。

七、步驟

(一) 樣品前處理

1.底泥/土壤樣品：樣品靜置後，將土壤或底泥樣品中的水層倒出並丟棄，將樣品充份混合，尤其是混合組成的樣品。

2.廢棄物樣品：樣品包括多相組合時，於進行萃取前，須選擇正確的步驟進行相分離。本步驟只用於固體廢棄物。

(1) 可研磨之乾燥廢棄物樣品：研磨或細分廢棄物樣品使其能通過 1 mm 篩網或穿過 1 mm 開口，將足夠的樣品放入研磨設備中，使研磨後的樣品至少有 10 g。

(2) 黏著性、纖維性或油狀物質不適合研磨的樣品，須切、撕、碎裂成小塊或較小的體積，以便萃取時，樣品與溶劑混合接觸面最大。添加無水硫酸鈉至樣品中 (1:1) 也許有助混合物的研磨。

(二) 樣品乾重百分比測定：當樣品測試結果須以乾重出具報告時，則於秤取樣品進行分析的同時，另外秤一份樣品作為水分含量測定之用。可參照「土壤及底泥水分含量測定方法—重量法 NIEA S280」或「廢棄物含水分測定方法—間接測定法 NIEA R203」。(註 3)

若確知或懷疑樣品含有相當濃度之毒性、燃燒性或爆炸性成分時，為考量安全因素，則不應立即將樣品置於烘箱中乾燥，分析人員應自行判斷，待收集到其他相關分析結果，知道樣品大概成分後再行乾燥。

(三) 將約 10 g 固體樣品與 10 g 無水硫酸鈉混合後，若有需要可多加無水硫酸鈉，直至樣品呈乾燥粉狀般為止，置入萃取圓形濾筒中，在萃取過程中萃取圓形濾筒須能使溶劑自由排出；或在索氏萃取管中樣品的上下各以玻璃綿填塞，為可接受的替代圓形濾筒的方式，並依相關檢測方法規定於樣品中添加擬似標準品及進行添加樣品分析。

(四) 於一圓底瓶中，放入大約 200 mL 之萃取溶劑 (五 (四) 節) 及 1 或 2 粒乾淨沸石，將圓底瓶接至萃取設備，進行樣品萃取，以每小時 4 至 6 循環 (cycles/hr) 萃取 16 至 24 小時。

(五) 當萃取完成後，冷卻萃液。

(六) 濃縮處理：使用濃縮裝置進行濃縮；K-D 濃縮裝置與減壓濃縮裝置說明如下：

1. K-D 濃縮裝置

(1) 組裝 K-D 濃縮裝置，將 10 mL 濃縮管接到 500 mL 蒸發瓶上 (四 (三) 1 節)。

- (2)根據製造商說明書指示，連接溶液蒸氣回收玻璃器皿（濃縮器和收集裝置）（四（三）1 節）至 K-D 裝置的史耐得管。
- (3)將萃液通過一含有 10 公分長的無水硫酸鈉之乾燥管，收集脫水後之萃液於 K-D 濃縮裝置中，以 100 至 125 mL 萃取溶劑清洗萃取瓶及硫酸鈉管柱，將洗液一併倒入上述濃縮裝置中，儘量不使樣品在轉置過程中逸失。
- (4)於蒸發瓶內加入 1 或 2 粒乾淨沸石，接上三球史耐得管，由史耐得管頂端加入約 1 mL 之二氯甲烷或其他溶劑，使其濕潤。將 K-D 濃縮裝置放入水浴中（溫度高於溶劑沸點 15 至 20 °C），使濃縮管有部份浸在熱水中，蒸發瓶之整個下部圓球面則浴在熱蒸氣中。調整濃縮裝置之所需縱向高度位置及水溫，使濃縮過程在 10 至 20 分鐘內完成。適當的濃縮速度將使史耐得管內的玻璃球不停的振動，但整個管腔中不應充滿冷凝的溶劑。觀看溶液約為 1 至 2 mL 時，將 K-D 濃縮裝置移離水浴，使其乾燥並冷卻至少 10 分鐘。
- (5)若需置換溶劑（如表一所示），立即移開史耐得管，加入大約 50 mL 置換溶劑，及新的沸石，再接上史耐得管，依七（六）1(4)節步驟進行濃縮，若有需要，可提高水浴溫度，以保持適當的濃縮速度。觀看溶液為 1 至 2 mL 時，將 K-D 濃縮裝置移離水浴，使其乾燥並冷卻至少 10 分鐘。
- (6)移開史耐得管，以 1 至 2 mL 之二氯甲烷或置換溶劑淋洗蒸發瓶及下部連接處，將洗液併入濃縮管中。若有硫結晶的問題，則依去硫淨化法進行淨化。萃液可依七（七）節所列步驟再行濃縮，或以最後所用的溶劑定容至 10.0 mL。

2. 減壓濃縮裝置

- (1) 條件設定：設定冰水機溫度約 16°C(不高於 20°C)，設定水浴溫度約 45°C(不高於 60°C)，待溫度到達設定值後，握住把手向下壓使燒瓶 1/2 高度浸在水浴中。
- (2) 設定轉速約 40 rpm，設定真空度約 850 mbar (此為溶劑是二氯甲烷的參考值，使用者可依據不同溶劑進行調整)，開始濃縮。
- (3) 燒瓶內萃液需保持無突沸狀態。
- (4) 當冷凝管無溶劑冷凝下來時，可下降真空度 25 mbar。

(5) 將樣品萃液濃縮至近乾，萃液可依七（七）節所列步驟再進行溶劑置換、濃縮，或直接定容至適當體積。

(七) 如表一，若需再行濃縮步驟，則使用小型二球史耐得管濃縮技術（七（七）1 節）或氮氣吹除技術（七（七）2 節），將萃液定容至最終所需體積。若需溶劑置換，在開始濃縮前，於萃液中先加入欲置換的溶劑，並視情況決定加入置換溶劑的次數與體積。

1. 小型二球史耐得管濃縮技術

(1) 另外加入 1 或 2 粒乾淨的沸石於濃縮管中並接上小型二球史耐得管，由史耐得管頂端加入 0.5 mL 二氯甲烷或置換溶劑，使其濕潤。將 K-D 濃縮裝置放入熱水浴中，使濃縮管有部份浸在熱水中，調整濃縮裝置之所需縱向高度位置及水溫，使濃縮過程在 5 至 10 分鐘內完成。適當的濃縮速度將使史耐得管內的玻璃球不停的振動，但整個管腔中不應充滿冷凝的溶劑。

(2) 當溶液體積至 0.5 mL 時，將 K-D 濃縮裝置移離水浴，使其乾燥並冷卻至少 10 分鐘。移開小型二球史耐得管，以 0.2 mL 之適當溶劑淋洗蒸發瓶及下部連接處，將洗液併入濃縮管中。依表一，以溶劑調整最終體積為 1.0 至 2.0 mL。

2. 氮氣吹除技術

(1) 將濃縮管放在一溫水浴中（約 35 °C），以一和緩流量之乾淨且乾燥的氮氣吹除溶劑，使溶劑蒸發至所需的體積。（註 4）

(2) 在操作過程中，濃縮管內壁必須以適當溶劑淋洗數次。在蒸發過程中，濃縮管中溶劑液面位置必須適當，以防止冷凝的水掉入樣品中（如溶劑液面須低於水溶液面）。在正常操作條件下，萃液不應完全被蒸乾。（註 5）最終將萃液定容至適當體積。

(八) 所得之萃液，可依適當的有機物分析技術（如氣相層析儀、氣相層析質譜儀和高效能液相層析儀等）進行目標待測物的分析。若萃液不立即進行分析，則將濃縮管蓋緊並冷藏保存；若萃液將保存 2 天以上，則須自濃縮管中轉置到具鐵氟龍內襯之螺旋瓶蓋或夾壓式密封蓋之樣品瓶中並標示清楚。

八、結果處理

略。

九、品質管制

品質管制之規定依據各檢測方法執行。

十、精密度與準確度

參考各有機化合物檢測方法上的測試數據。

十一、參考資料

(一) U.S. EPA. Soxhlet Extraction. Method 3540C, 1996.

(二) 行政院環境保護署，事業廢棄物檢測方法總則，NIEA R101.02C，中華民國 92 年。

註 1：多孔性玻璃濾片於過濾高污染之萃液後，很難將污染物清除乾淨。可購買不含多孔性玻璃濾片的層析管，使用一小撮 Pyrex 玻璃綿團填充在底部，留滯填充劑。以吸附劑填充乾燥管之前，須先清洗裝填用之玻璃綿團，先以 50 mL 丙酮清洗後，再用 50 mL 流洗溶劑清洗。

註 2：本溶劑系統之棄置花費較低，且毒性較低。

註 3：乾燥用之烘箱須放在抽風櫃中或抽氣設備中，明顯的實驗室污染可能源於嚴重污染的有害廢棄物樣品。

註 4：於活性碳過濾管與樣品間切勿使用塑膠聯接管。

註 5：當溶劑體積少於 1 mL 時，半揮發性分析物可能會逸失。

表一 各種檢測方法之特定萃取條件

檢測方法	分析需用之 置換溶劑	淨化需用之 置換溶劑	淨化所需之萃 液體積(mL)	進行分析之最終 萃液體積(mL) ^a
酚類	2-丙醇	正己烷	1.0	1.0, 0.5 ^b
鄰苯二甲酸酯類：毛細管柱	正己烷	正己烷	2.0	10.0
亞硝胺類：填充管柱	甲醇	二氯甲烷	2.0	10.0
有機氯農藥：毛細管柱	正己烷	正己烷	10.0	10.0
PCBs：毛細管柱	正己烷	正己烷	10.0	10.0
硝基芳香族及環酮類	正己烷	正己烷	2.0	1.0
多環芳香族碳氫化合物	無	環己烷	2.0	1.0
氯化醚類	正己烷	正己烷	2.0	10.0
氯化碳氫化合物：毛細管柱	正己烷	正己烷	2.0	1.0
有機磷農藥：毛細管柱	正己烷	正己烷	10.0	10.0
半揮發性有機物(GC/MS)：毛細管柱 ^c	無	—	—	1.0
多環芳香族碳氫化合物	乙腈	—	—	1.0
溶劑萃取非揮發性化合物	甲醇	—	—	1.0
溶劑萃取非揮發性化合物	甲醇	—	—	1.0
半揮發性有機物(GC/FTIR)：毛細管柱	二氯甲烷	二氯甲烷	10.0	0.0(乾燥)

a 檢測方法中建議最終萃液體積為 10.0 mL，而體積也許可降至 1.0 mL 以獲得較低的偵測極限。

b 酚類之分析方法，係以 GC / FID 分析 1.0 mL 之 2-丙醇萃液。本方法亦包括酚類的光學異構物衍生步驟，最後收集於 0.5 mL 之正己烷萃液中，以 GC / ECD 分析。

c 由於 GC / MS 的特性分析，萃液不需進行淨化步驟。若需進行淨化，則參考淨化方法上的提示。