

# 微波萃取技術應用於土壤中高碳數(C10-C40)之分析

## Analyzing highly contaminated C10-C40 soil using microwave extraction technology

董秀華/正修科技大學環境毒物與新興污染物研究中心

### 一、前言

索式萃取法為發展已久的傳統萃取法，因萃取效果佳。常用來萃取固體中酯類化合物，萃取時間長及使用大量有機溶劑為其缺點，在以往的數年中，人們做了多種嘗試找到一種高效、快捷的方法以取代傳統的萃取法。

微波試樣製備系統及微波萃取法的研究進展，顯現出微波萃取有其發展優勢。樣品經由微波萃取之高溫高壓提升其效率，大大提高生產力，相較傳統萃取技術(如索式萃取法或超音波萃取法)，分析速度更快，溶劑消耗明顯減少，以達到綠色環保。

實驗室目前以微波萃取法取代傳統的索式萃取法分析土壤中高碳數化合物，藉由微波萃取法高效的前處理技術，達到縮短萃取時間、減少溶劑使用量及得到有效準確的數據為目的進行實驗分析。

### 二、微波萃取步驟及分析流程

(一).微波原理：微波是指頻率微 300 到 300000 電磁波，介於紅外線和無線電波之間。微波萃取是利用電磁場的作用使固體或半固體物質中的某些有機物成分與基體有效的分離，並能保持樣品的原本化合物狀態的一種分離方法。

#### (二).裝置設備

##### (a) 氣相層析儀：

高碳數 C10~C40 之油污染分析(如柴油類或柴油以上)

1.1 氣相層析儀 GC-FID Agilent 6890N

1.2 層析管柱：DB-1HT；30m×0.32 mm×0.1μm

(b) 微波萃取裝置：溫度條件在本方法中為樣品萃取時之主要控制機制，其準確與否將影響本方法之再現性，而溫度感測器之準確性必須在±2.5°C 誤差範圍內，且能感測到溫度在±2°C範圍內之變化，在感測後之 2 秒內自動調整微波輸出功率。

#### (三)萃取步驟

土壤樣品以均質取樣，再倒入微波萃取管中，沿著微波萃取管依序加入 10mL 丙酮及 10mL 二氯甲烷。將轉盤放置微波裝置裡，關上門，並啟動高碳數分析方法。

#### (四)檢量線製作

檢量線製作方式在高碳數(C10~C40)之檢量線是以正烷類標準品來製作並以層析圖之C10、C16、C34(如圖一)之尖峰面積與標準液濃度作線性回歸圖並計算校正因子。

2.測物的濃度作線性回歸圖並計算校正因子。

校正因子(CF) = 尖峰面積 / 所注入之總量(μg)

平均校正因子(CFavg) = ΣCF / n

3. 校正因子在檢量範圍內之相對標準偏差(RSD)小於或等於20%。

### 三、微波與索式萃取技術之比較

索式在萃取上所需溶劑量大、萃取時間長、萃取設備體積大。相較於微波萃取有能量消耗低、操作時間短、溶劑耗量小、樣品選擇性高、目標成分回收率高多項優點，已成為分析化學的一種快速萃取樣品方法。

萃取方法	溶劑量(mL)	萃取時間	樣品量(g)	
索式迴流	200~250	4~48hrs	10~30	
密閉式微波	15~40	12~18min	10~30	*
樣品/待測物	魚/甲基汞	底泥/PAHs	塑料/PBDE	土壤/TPH
萃取溫度	100°C	115°C	125°C	105°C
微波萃取時間	10min	15min	30min	10min
索式迴流時間	18-24hr	16hr	16hr	12hr

### 四、結

### 果

- 1.重覆樣品分析：由執行的樣品筆數可知差異百分比為0.9%~19.9%。由重複樣品的分析結果可確定微波萃取結果之精密度。
- 2.查核樣品回收率結果：由執行的樣品查核可知回收率為73.2%~111.1%，RSD13.21%。分析結果可確認微波萃取之可信度和分析結果的準確度。
- 3.樣品添加回收率結果：回收率為76.8%~114.3%，RSD 14.55%。從分析結果可了解樣品中無基質干擾，微波檢測的方法是適當的。
- 4.微波萃取過程中有加入市售土壤驗證參考物質：數據在容許範圍內(如表一)。
- 5.微波萃取與索式萃取方法比對，其差異百分比皆落在±20%內(如表一)。

### 五、結論

微波萃取應用於土壤高碳數中(C10~C40)，從(表一)知樣品經過微波萃取和索式萃取後數據比較，其差異百分比皆落在±20%內，和市售土壤驗證參考物質數據皆在容許範圍內。

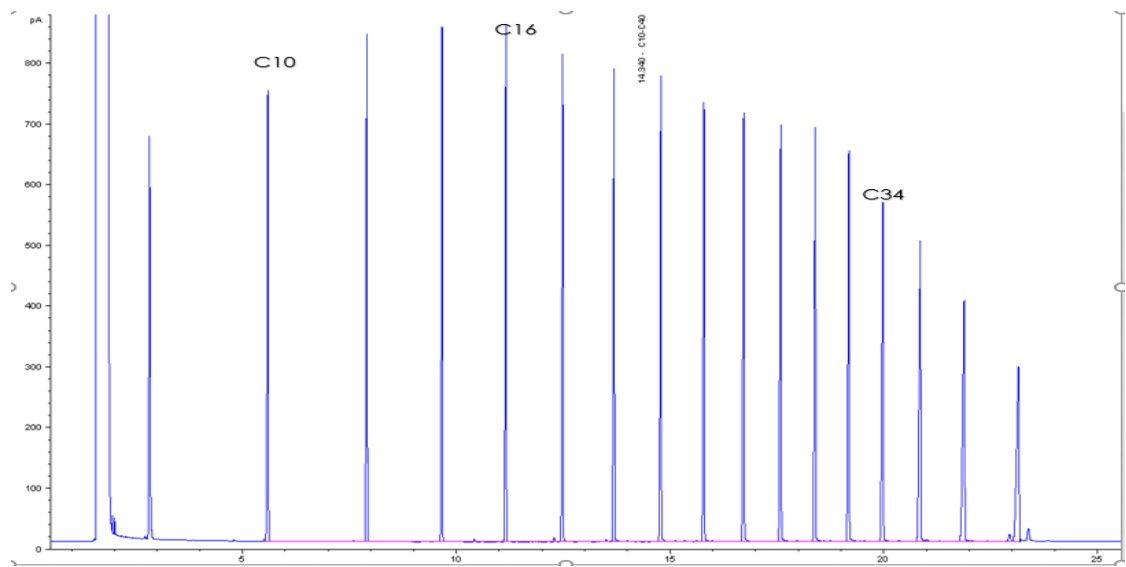
土壤高碳數(C10~C40)樣品經過微波萃取和通過數據比較發現微波萃取有較高的精密度、可信度和準確度。

微波萃取應用範圍廣，用于環境樣品預處理的研究最多，在環境分析中，如對土壤，沉積物 and 水中各種污染物的萃取上。微波萃取具有操作方便、萃取時間短和使用溶劑量少的優點。

微波萃取法雖然還是一門新技術,卻為樣品預處理方法帶來了許多新思維，有很大的發展潛力和應用前景。可以預見，不久的將來，微波萃取法將在更多領域內被廣泛運用。

## 六、參考文獻

- [1] 微波加熱基本原理 科安企業股份有限公司 應用部門。
- [2] 微波萃取技術之應用 陳崇宇、李茂榮 科儀新知第二十五卷第二期  
2003年10月。
- [3] 微波輔助萃取技術研究進展，謝明勇、陳奕、南昌大學(食品科學教育部重點實驗室，江西南昌 30047)食品與生物技術學報第25卷第1期  
2006年1月。
- [4] 陳亞妮、張軍民，微波萃取技術研究進展，應用化工，2010年。
- [5] 張慧、劉宗敏、黎繼烈，微波萃取在食品工業中的應用，食品與機械，2006。
- [6] 微波萃取法研究進展，分析測試學報，第18卷，第2期 1999年3月。



(圖一)正烷類檢量線標準品(Accu Standard)

(表一)單一實驗室微波驗證物質與微波、索式萃取方法適用性比較

同樣品萃取結果				市售土壤參考物質		
次數(n)	迴流萃取數據(mg/ mL)	微波萃取數據(mg/ mL)	差異百分比±20%	Cerified Value(mg/ mL)	Acceptance Interval(mg/ mL)	分析數據(mg/ mL)
1	47.6	42.8	10.08	1800	1260-2340	1810
2	36.6	38.7	-5.74	1800	1260-2340	1520
3	77.0	73.8	4.16	875	613-1138	843
4	69.9	70.4	-0.72	875	613-1138	780
5	97.0	116	-19.59	875	613-1138	763