

土壤及底泥中得克隆檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析高解析 或串聯式質譜法技術文件

環研文件 O-01-01-2026-08-07

一、方法概要

本技術文件針對土壤及底泥中得克隆(Dechlorane Plus)等化合物經由萃取、淨化及濃縮等前處理後，以氣相層析高解析質譜儀(Gas chromatography high-resolution mass spectrometer, GC/HRMS) 或氣相層析串聯式質譜儀 (Gas chromatography tandem mass spectrometer, GC/MS/MS)分析，測定三種得克隆濃度。

二、適用範圍

本技術文件適用於土壤及底泥樣品中得克隆-601 (Dechlorane-601)、順式-得克隆 (syn-Dechlorane plus) 及反式-得克隆 (anti-Dechlorane plus)之含量，待測物及相關標準品資料如表一所示。

三、干擾

- (一) 本方法干擾來源可能來自於溶劑、試劑、玻璃器皿及樣品處理過程中使用的硬體設備之污染，干擾物質會導致層析圖基線之飄移，須執行方法空白樣品測試，以確認無干擾情形。
- (二) 儀器分析時，需選擇適當之層析管柱及條件避免得克隆-601 及順式-得克隆產生共析(Co-elution)干擾。

四、設備及材料

- (一) 玻璃棉：使用前依序以二氯甲烷及正己烷浸泡淋洗後，以氮氣吹乾後置於棕色瓶內備用，亦可使用市售清洗過之玻璃棉。
- (二) 丟棄式玻璃移液管： 10 mL 、 5 mL 、 1 mL 或其他適當體積。
- (三) 洗瓶：鐵氟龍材質， 500 mL 或其他適當體積。
- (四) 樣品瓶：內容量分別 24 mL 、 16 mL 及 12 mL 或其他適當體積，附鐵氟龍內襯螺旋蓋。
- (五) 篩網：孔徑 $\leq 2\text{ mm}$ (10 mesh)。
- (六) 篩網：孔徑 $\leq 1\text{ mm}$ (18 mesh)。

- (七) 圓(平)底燒瓶：Pyrex 材質或同等品，1,000 mL 及 500 mL，接口處規格 24 mm / 40 mm，或其他適當尺寸。
- (八) 濾筒：43 mm × 123 mm、25 mm × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (九) 鐵氟龍沸石。
- (十) 銅粒。
- (十一) 索氏萃取管：Pyrex 材質或同等品，下端接口處規格 24 mm / 40 mm，上端接口處規格 50 mm / 50 mm，或其他適當尺寸。
- (十二) 冷凝管：Pyrex 材質或同等品，接口處規格 50 mm / 50 mm，或其他適當尺寸。
- (十三) 矽膠軟管：8 mm (內徑) × 12 mm (外徑)，或其他適當尺寸。
- (十四) 尖底玻璃管：16 mm × 300 mm，或其他適當尺寸。
- (十五) 藥勺：不銹鋼材質或其他適當材質。
- (十六) 玻璃血清瓶：Pyrex 材質或同等品，附鐵氟龍內襯螺旋蓋。
- (十七) 拋棄式玻璃滴管。
- (十八) 矽膠帽：1 mL 或其他適當體積。
- (十九) 天平：可精稱至 0.0001 g。
- (二十) 微波輔助萃取設備：具微波加熱、控溫、控壓之功能者。
- (二十一) 吹氮濃縮裝置：附流量調整閥。
- (二十二) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (二十三) 烘箱：溫度可達 400 °C。
- (二十四) 乾燥器(Desiccator)。
- (二十五) 氣相層析儀：須包含下列部分：

1.配置可設定升溫程式功能之氣相層析儀，並整合注射針、

氣相層析管柱及氣體供應模組等必須配件。

2.毛細管層析管柱：

HT8-PCB， 10 m（長）× 0.10 mm（內徑），膜厚度 0.1 μm 的毛細管柱或同級品。

（二十六）高解析質譜儀：解析度 10,000 以上（10 % 波谷），可執行選擇性離子監測(Selected ion monitoring, SIM)。

（二十七）串聯式質譜儀：三重四極柱串聯質譜解析度設定需等於或優於單位質量解析度（能夠分離 1 個原子質量單位(Atomic mass unit)差異的 2 支質譜峰）。

五、試劑

（一）正己烷：殘量級或同級品。

（二）二氯甲烷：殘量級或同級品。

（三）正壬烷：殘量級或同級品。

（四）丙酮：殘量級或同級品。

（五）硫酸：濃度為 98 %，試藥級或同級品。

（六）無水硫酸鈉：粒狀，試藥級或同級品。

（七）矽膠：100 mesh 至 200 mesh 或同級品。使用前以 180 °C 至少加熱 30 min 活化之，於乾燥器中冷卻至室溫後儲存於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶備用。

（八）酸性矽膠(Acid silica gel)：將 30 g 經活化後之矽膠與 20 g 之濃硫酸置於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶內，並充分震盪攪拌，使其完全混合。

（九）固相萃取管匣：

1.矽酸鎂(Florisil)，2,000 mg / 12 mL ；或同級品。

2.GCB/PSA，250 mg / 250 mg / 6 mL ；或同級品。

（十）氮氣：純度 99.99 % 以上。

(十一) 氫氣：純度 99.9995 % 以上。

(十二) 氫氣：純度 99.9995 % 以上。

(十三) 同位素標幟標準溶液（註 1）：

1.內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製含如表二所示參考濃度之同位素標幟內標準品的儲備標準溶液亦可使用市售已製備好之標準溶液。

2.回收標準溶液(Recovery standard solution)：以正壬烷配製含如表二所示參考濃度之得克隆同位素標幟回收標準品的儲備標準溶液，亦可使用市售已製備好之標準溶液。

(十四) 檢量線標準溶液：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物、內標準品及回收標準品之檢量線標準溶液，亦可使用市售之標準溶液。表三所示之參考濃度亦可依儀器之靈敏度，配製適當濃度之檢量線標準溶液。

六、採樣及保存

土壤及底泥可參考本部公告「土壤採樣方法(NIEA S102.6)」及「底泥採樣方法(NIEA S104.3)」等相關採樣方法採樣（註 2），採得之樣品裝入棕色玻璃樣品瓶內，保存在 10 °C 以下運送至實驗室，實驗室萃取後 45 天內完成分析。

七、步驟

本方法為效能基準(Performance-based)分析方法，對於特殊基質之樣品，分析人員可適當修改本方法七、步驟之程序，以克服干擾物質對分析結果的影響，惟修改後之方法其執行檢測之所有步驟及程序應符合本方法所述品質管制規範。

(一) 檢量線製備：

1.建立待測物分析操作條件時，其待測物所對應定量之同位素標幟物參考如表四。

2.起始檢量線製備：配製至少 5 種不同濃度之標準品，各待測物對應之內標準品如表四，配置濃度可參考表三，亦可依儀器廠牌的感度及線性範圍作適當的修正。每一待測物及內標準品之平均相對感應因子的相對標準偏差都應小於或等於

25 %。

3.檢量線查核：

- (1) 檢量線查核：分析檢量線中間濃度之標準溶液（1 μL 至 2 μL ），計算每項待測物與內標準品之相對感應因子，所測得之相對誤差不得超過 $\pm 25\%$ 。此外，離子強度比必須符合表五或表六之理論比值 $\pm 15\%$ 以內。
- (2) 每批次或每 12 小時，應執行檢量線查核一次，計算每項待測物之相對感應因子，並與起始檢量線之相對應的平均感應因子比較，並符合檢量線查核規範。

（二）樣品預處理：

土壤及底泥樣品放置於乾淨的玻璃器皿中或鋁箔紙上置於乾淨區域，先剔除石礫、樹枝等雜物後，自然風乾（註 3）（約需 7 天至 10 天）或冷凍乾燥。風乾過程需偶爾將團粒（如粒徑大於 15 mm）剝散，並有利於乾燥速度。風乾完成後以木鎚或適當工具敲碎，用 2 mm (10 mesh) 標準篩網過篩，再經過研磨使其通過 18 mesh（即孔徑小於或等於 1 mm）標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶，待進行萃取處理程序（註 4）。另取乾燥前之樣品依土壤及底泥水分含量測定方法—重量法(NIEA S280.6)（註 2）進行含水率測試。

（三）樣品萃取：

樣品進行萃取時可選用索氏萃取或微波輔助萃取，惟萃取前應先添加內標準溶液，如表二 10 $\text{pg}/\mu\text{L}$ 添加 10 μL 。

1.索氏萃取（註 5）

稱取約 10 g（或適量）已研磨之樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中。並將鐵氟龍沸石及丙酮：正己烷混合溶劑 (1:1, v/v) 250 mL 加入燒瓶，承接索氏萃尿管進行萃取迴流，若樣品含有硫干擾成分則需另外添加適量銅粒於燒瓶中進行除硫。調整熱源令其每小時至少迴流 4 次，萃取至少 8 小時，萃取後冷卻至室溫並將樣品與萃液分離，後續萃液以吹氮濃縮至約 1 mL。

2.微波輔助萃取

稱取約 10 g（或適量）已研磨之樣品及丙酮：正己烷混合溶劑 (1:1, v/v) 30 mL 置入微波消化消化管中，後續設定微波功率 1500 W、萃取溫度程序由 20 °C 以 10 °C/min 升溫至 120 °C 並保持 20 min，萃取後冷卻至室溫並將樣品與萃液分離，後續萃液以吹氮濃縮至約 1 mL。

（四）樣品淨化步驟：

樣品之淨化步驟可參考下述進行之。

1. 酸性矽膠淨化：

(1) 淨化管柱製備：

A. 管柱配置：取尖底玻璃管底部填充適量玻璃棉，再填裝約 10 g 酸性矽膠。

B. 管柱活化：以 20 mL 之正己烷活化酸性矽膠管柱。

(2) 管柱淨化：

將七、（三）之萃取濃縮溶液直接轉移至活化後之酸性矽膠管柱，並以正己烷重複潤洗原容器三次，潤洗液一併併入管柱內。隨後以 40 mL 正己烷沖提淨化管柱，收集於玻璃器皿中。收集液最終以吹氮濃縮至約 0.5 mL 並編號儲存待進行固相萃取管柱淨化。

2. 固相萃取管柱淨化：

依樣品特性使用矽酸鎂管柱或 GCB/PSA 管柱，下方步驟以矽酸鎂管柱說明。

(1) 淨化管活化：

先以 12 mL 二氯甲烷流經矽酸鎂管匣，隨後再以 12 mL 正己烷進行活化，全程維持自然重力滴流。

(2) 管柱淨化：

A. 將酸性矽膠淨化濃縮液移入已活化的固相萃取管匣，並以正己烷潤洗原容器後一併併入管匣淨化。

B. 萃取管匣以 5 mL 正己烷流洗並棄置，後續以二氯甲烷：丙酮混合溶劑 (1:1, v/v) 10 mL 沖提並收集之。

C. 沖提液吹氮濃縮至約 0.1 mL，後續轉移至樣品瓶持續吹氮至近乾，最終加入 10 μ L（註 6）如表二所示之回收標準溶液，完成上機液之前處理。待進行七、（五）之儀器分析。

（五）上機分析：

使用 GC/MS/MS 或 GC/HRMS 分析樣品，分析條件如下所述，GC/MS/MS 層析圖譜如圖一；GC/HRMS 層析圖譜如圖二。

1. 氣相層析操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 樣品注射量：1 μ L。
- (2) 注射口：非分流模式，280 $^{\circ}$ C。
- (3) 載流氣體：氮氣，0.3 mL/min。
- (4) 管柱：HT8-PCB，10 m（長） $\times$ 0.10 mm（內徑），膜厚度 0.1 μ m。
- (5) 管柱溫度：150 $^{\circ}$ C（2 min）以 33 $^{\circ}$ C/min 升溫至 280 $^{\circ}$ C（0 min），隨後以 5 $^{\circ}$ C/min 升溫至 325 $^{\circ}$ C（2 min）。

2. 串聯式質譜儀操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 碰撞氣體：氮氣。
- (2) 離子化模式：電子游離法(Electron ionization, EI)，70 eV。
- (3) 離子源溫度：300 $^{\circ}$ C。
- (4) 監測模式：多重反應監測(Multiple reaction monitoring, MRM)，兩監測離子對如表七及表八所列。

3. 高解析質譜儀操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 參考標準品：Perfluorokerosene, PFK 或 Perfluorotributyl amine, PFTBA。
- (2) 解析度：10,000（10 % 波谷）。
- (3) 離子化模式：電子撞擊式（EI 28 eV 至 40 eV）。

(4) 離子源溫度： 280 °C 。

(5) 監測模式：選擇性離子監測 (Selected ion monitoring, SIM)，監測離子如表九所列。

4. 鑑定準則：鑑定待測物係用於下列定性準則。

(1) 離子強度比須在理論比值 $\pm 15\%$ 以內，GC/MS/MS 理論比值詳如表五；GC/HRMS 理論比值詳如表六。

(2) 待測物之滯留時間須落在對應內標準品之滯留時間 3 秒範圍內。

(3) 表七及表九所列待測物之兩監測離子（對）之滯留時間差在 3 秒範圍內。

(4) 得克隆-601 並無 ^{13}C 取代之得克隆-601 作為內標準品，故選擇滯留時間相近之內標準品計算相對滯留時間(Relative retention time, RRT)，RRT 落在連續檢量線查核時所得之相對滯留時間的 0.005 RRT 內，則可鑑定其存在。

(5) 樣品中待測物之兩監測離子（對）S/N 須為 2.5 以上。

5. 定量準則：

(1) 每一待測物之二監測離子(對)之電流積分值和可用以代表該待測物的含量。當樣品待測物濃度超過檢量校正曲線時，可先考慮再添加適量之正壬烷溶液，重新上機分析，使其待測物之二監測離子(對)之電流積分值和可在檢量校正曲線範圍內，否則應再稱取適量樣品重新進行萃取分析。

(2) 用內標準品定量待測物；用 $^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl 計算內標準品之回收率。

八、結果處理

(一) 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$$RRF_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{A_{cij}/A_{ci}^*}{M_{cij}/M_{ci}^*}$$

RRF_i ：檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

A_{cij} ：第 j 濃度檢量校正標準溶液中，待測物 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

A^*_{cij} ：第 j 濃度檢量校正標準溶液中，內標準品 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

M_{cij} ：第 j 濃度檢量校正標準溶液中，待測物 i 注入儀器的質量(pg)

M^*_{ci} ：檢量校正標準溶液中，內標準品 i 注入儀器的質量(pg)

（二）待測物之濃度

$$C_i = \frac{A_i \times M_i^*}{A_i^* \times RRF_i \times W}$$

C_i ：樣品中待測物的濃度

A_i ：樣品中待測物 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

A^*_i ：樣品中內標準品 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

M^*_i ：樣品中內標準品 i 之添加量(pg)

RRF_i ：檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

W ：樣品分析量(g)

（三）內標準品相對於回收標準品之平均相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{A_{ci}^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{ci}^*}$$

RRF_{IS}：內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

A^{*}_{ci}：檢量校正標準溶液中，內標準品 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

A_{rs}：回收標準品的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

M_{rs}：回收標準品注入儀器的質量(pg)

M^{*}_{ci}：檢量校正標準溶液中，內標準品 i 注入儀器的質量(pg)

（四）內標準品之回收率：

$$R^* = \frac{A_i^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_i^* \times RRF_{IS}} \times 100\%$$

R^{*}：內標準品回收率（回收率須落在 30 % 至 130 %）

A^{*}_i：樣品中內標準品 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

A_{rs}：回收標準品的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

M_{rs}：回收標準品注入儀器的質量(pg)

M^{*}_i：樣品中內標準品 i 之添加量(pg)

RRF_{IS}：內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

（五）得克隆 601 相對滯留時間(RRT)

$$RRT = \left| \frac{Rt_{Dec601}}{Rt_{13C10-syn-DP}} - \frac{Rt'_{Dec601}}{Rt'_{13C10-syn-DP}} \right|$$

Rt_{Dec601}:樣品得克隆 601 滯留時間

Rt_{13C10-syn-DP}:樣品順式-得克隆內標準品滯留時間

Rt'_{Dec601}:檢量線查核樣品得克隆 601 滯留時間

Rt'_{13C10-syn-DP}:檢量線查核樣品順式-得克隆內標準品滯留時間

(六) 最低可偵測極限(Minimum detectable limit, MinDL)

$$M_{in}DL = \frac{2.5 \times A_{ai} \times M_i^*}{A_{ci}^* \times RRF_i}$$

或

$$M_{in}DL = \frac{2.5 \times N_x \times M_i^*}{H_{is} \times RRF_i}$$

A_{ai}: 待測物滯留時間出現之雜訊的離子電流積分值

A_{ci}^{*}: 檢量校正標準溶液中，內標準品 i 的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

M_i^{*}: 樣品中內標準品 i 之添加量(pg)

RRF_i: 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

N_x: 待測物滯留時間附近出現之背景雜訊高度

H_{is}: 樣品中內標準品 i 的兩監測離子（對）高度之和

任何待測物其結果低於 M_{in}DL 時，則將其結果以零計算（或依相關規定採 M_{in}DL 或二分之一 M_{in}DL 計算）。另當 M_{in}DL 為 0 時，則以實驗室方法偵測極限之值替代。

九、品質管制

(一) 檢量線查核：每批次或每 12 小時，需查核檢量線之適用性，待測物及內標準品測得相對感應因子，其相對誤差不得超過 ± 25 %。

(二) 空白樣品分析：每批次或每 12 小時，應執行空白樣品分析，

空白樣品分析應小於方法偵測極限之 2 倍。

(三) 查核樣品分析：每批次或每 12 小時，應執行查核樣品分析，待測物回收率須落在 70 % 至 130 % 範圍內。

(四) 內標準品回收率：每個樣品應於萃取前加入，其回收率須落在 30 % 至 130 % 範圍內。

十、精密度與準確度

單一實驗室空白、查核樣品及真實樣品分析之精密度與準確度的結果如表十、表十一及表十二。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，戴奧辛及呋喃檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析／串聯式質譜儀法 (NIEA M805.01B)，中華民國 108 年。
- (二) 行政院環境保護署，六溴聯苯檢測方法—氣相層析高解析或串聯式質譜儀法 (NIEA M503.60B)，中華民國 111 年。
- (三) 李俊璋、田倩蓉等，113 年化學物質環境流布背景調查專案工作計畫，113 年度環境部化學物質管理署委託研究，計畫編號：113DA001，中華民國 113 年。
- (四) Shuai Zhu; Yating Shen; Meng Pan; Jing Jia; Zhipeng Yang; Jianhua Cao; Yu Wang. Determination of Dechlorane Plus Compounds in Complex Matrix Sludge by GC-MS/MS with Microwave-Assisted Extraction and Evaluation of Treatment Efficiency. Rock and Mineral Analysis 2025,44(2), 290-304.
- (五) Inas Abdel Malak; Ronan Cariou; Anaïs Vénisseau; Gaud Dervilly-Pinel; Farouk Jaber; Marc Babut; Bruno Le Bizec. Occurrence Of Dechlorane Plus And Related Compounds In Catfish (*Silurus spp.*) From Rivers In France. Chemosphere 2018, 207, 413-420.

註1：同位素標幟標準溶液之濃度、添加量可依樣品最終定量體積及所使用之檢量線濃度範圍而調整之。

註2：本文引用之所有公告方法編號，以環境部最新公告者為準。

- 註3：固態樣品在剔除雜物時應儘量將附著其上的樣品回收，風乾樣品厚度最好不超過 15 mm，風乾時須避免直接日曬，並使用不吸水的容器。對受有機性污染的土壤樣品應注意避免與皮膚接觸，且在乾燥過程必須注意通風與排氣等。
- 註4：乾燥、研磨、過篩等預處理工作，最好能在個別獨立的空間中進行，並避免樣品間交互污染，敲碎或研磨、過篩後，皆應將樣品重新混合。若檢測樣品量小於 2 g，則須另取經過 2 mm (10 mesh) 篩的代表性樣品至少 20 g 進一步研磨，使通過 250 μ m (60 mesh) 篩網後，再稱取樣品。
- 註5：以溶劑進行有機物之萃取，樣品中應避免殘留水分，如直接取濕重樣品檢測時，至少需加入 3 倍至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，此時需考慮容積較大之索氏萃取裝置。
- 註6：回收標準溶液之加入量即為樣品之最終定量體積，回收標準品添加體積係配合內標準品添加體積而定，一旦內標準品添加體積固定之後，回收標準品添加體積就不可以更動，其絕對量須與檢量線之回收標準溶液一致。

表一 待測物與同位素標幟物一覽表

化合物名稱	CAS 登錄碼
待測物	
Dechlorane-601	13560-90-2
<i>syn</i> -Dechlorane plus	135821-03-3
<i>anti</i> -Dechlorane plus	135821-74-8
內標準品	
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	1449479-07-5
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	-
回收標準品	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	208263-74-5

表二 同位素標幟工作標準品溶液

成份	濃度(pg/ μL)
內標準溶液 (Internal standard solution)	
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10
回收標準溶液(Recovery standard solution)	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	10

表三 起始檢量校正標準溶液組成一覽表

化合物名稱	1	2	3	4	5	6
待測物	濃度(pg/μL)					
Dechlorane-601	1	2	5	10	50	100
<i>syn</i> -Dechlorane plus	1	2	5	10	50	100
<i>anti</i> -Dechlorane plus	1	2	5	10	50	100
內標準品						
¹³ C ₁₀ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	10	10	10	10	10
¹³ C ₁₀ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	10	10	10	10	10
回收標準品						
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	10	10	10	10	10	10

表四 內標準品與對應之檢測化合物

待測物	對應內標準品	對應回收標準品
Dechlorane-601	¹³ C ₁₀ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl
<i>syn</i> -Dechlorane plus	¹³ C ₁₀ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	
<i>anti</i> -Dechlorane plus	¹³ C ₁₀ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	

表五 GC/MS/MS 中離子強度比之品管範圍

產物離子 氯原子數	產物離子型態*	理論比值**	管制值	
			下限	上限
5	(M)/(M+2)	0.6251	0.5313	0.7188
5	(M+4)/(M+2)	0.6399	0.5439	0.7359
6	(M+4)/(M+2)	0.7995	0.6795	0.9194

* 參考表八之監測離子對，如 *anti*-Dechlorane plus 270 → 235(M)，272 → 237(M+2)，計算產物離子 235 (M) 及 237 (M+2) 之離子強度比。若選擇不同的離子型態需重新計算理論比值。

** 以豐度 $^{35}\text{Cl} = 75.76\%$ 、 $^{37}\text{Cl} = 24.24\%$ 計算理論比值，理論比值之 $\pm 15\%$ 作為管制值上下限。

表六 GC/HRMS 中離子強度比之品管範圍

氯原子數	離子型態	理論比值*	管制值	
			下限	上限
6	(M+4)/(M+2)	0.7999	0.6799	0.9199
8	(M+2)/(M+4)	0.8930	0.7590	1.027

* 以豐度 $^{35}\text{Cl} = 75.76\%$ 、 $^{37}\text{Cl} = 24.24\%$ 計算理論比值，理論比值之 $\pm 15\%$ 作為管制值上下限。

表七 待測物及同位素標幟物於 GC/MS/MS 之參數

化合物	滯留時間 (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量 (eV)
待測物				
Dechlorane-601	13.65	270	235	12
		272	237	12
<i>syn</i> -Dechlorane plus	13.78	270	235	12
		272	237	12
<i>anti</i> -Dechlorane plus	14.39	270	235	13
		272	237	13
內標準品				
¹³ C ₁₀ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	13.77	277	242	10
		279	244	10
¹³ C ₁₀ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	14.39	277	242	15
		279	244	15
回收標準品				
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5,5'- Octachlorobiphenyl	7.94	440	370	25
		442	372	25

表八 待測物及同位素標幟物之監測離子對與元素組成(GC/MS/MS)

監測物質	m/z 型式*	前驅離子		產物離子	
		m/z	元素組成	m/z	元素組成
Dechlorane-601	M	270	$C_5^{35}Cl_6$	235	$C_5^{35}Cl_5$
	M+2	272	$C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	237	$C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_1$
<i>syn</i> -Dechlorane plus	M	270	$C_5^{35}Cl_6$	235	$C_5^{35}Cl_5$
	M+2	272	$C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	237	$C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_1$
$^{13}C_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	M+2	277	$^{13}C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	242	$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_1$
	M+4	279	$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	244	$^{13}C_5^{35}Cl_3^{37}Cl_2$
<i>anti</i> -Dechlorane plus	M	270	$C_5^{35}Cl_6$	235	$C_5^{35}Cl_5$
	M+2	272	$C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	237	$C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_1$
$^{13}C_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	M+2	277	$^{13}C_5^{35}Cl_5^{37}Cl_1$	242	$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_1$
	M+4	279	$^{13}C_5^{35}Cl_4^{37}Cl_2$	244	$^{13}C_5^{35}Cl_3^{37}Cl_2$
$^{13}C_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB**	M+2	440	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_7^{37}Cl_1$	370	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_5^{37}Cl_1$
	M+4	442	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_6^{37}Cl_2$	372	$^{13}C_{12}H_2^{35}Cl_4^{37}Cl_2$

* 若監測離子元素組成中氯(Cl)皆由同位素 ^{35}Cl 組成，則 m/z 型式定義為 M，例如：*syn*-Dechlorane plus 的產物離子 m/z = 235 元素組成 $C_5^{35}Cl_5$ ，則定義為 M； m/z = 237 元素組成為 $C_5^{35}Cl_4^{37}Cl$ ，含有 1 個同位素 ^{37}Cl 則定義為 M+2。

OctaCB**: Octachlorobiphenyl

表九 待測物及同位素標幟物之監測離子(GC/HRMS)

監測時窗	監測物質	滯留時間 (min)	監控質量 (m/z)	離子型態	元素組成
<u>Fn-1</u>	¹³ C ₁₂ - 2,2',3,3',4,4',5, 5'-OctaCB*	8.00	439.8038	M+2	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ Cl ₁
			441.8008	M+4	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂
	PFK**		430.9729	lock	C ₉ F ₁₇
<u>Fn-2</u>	Dechlorane-601	14.78	271.8102	M+2	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁
			273.8072	M+4	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
	syn-Dechlorane plus	14.99	271.8102	M+2	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁
			273.8072	M+4	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
	¹³ C ₁₀ -syn-Dechlorane plus	14.95	276.8269	M+2	¹³ C ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁
			278.8240	M+4	¹³ C ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
	anti-Dechlorane plus	15.94	271.8102	M+2	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁
			273.8072	M+4	¹² C ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
	¹³ C ₁₀ -anti- Dechlorane plus	15.92	276.8269	M+2	¹³ C ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₁
			278.8240	M+4	¹³ C ₅ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
	PFK**		280.9824	lock	C ₆ F ₁₁

OctaCB*: Octachlorobiphenyl

PFK** : Perfluorokerosene

原子量:

¹H = 1.007825 ¹²C = 12.000000 ¹³C = 13.003355 ³⁵Cl = 34.968853 ³⁷Cl = 36.965903

¹⁹F = 18.9984

表十 單一實驗室空白樣品添加 ^{13}C -同位素內標準品分析結果(N=5)

化合物名稱	添加濃度	回收率平均	標準偏差 S
	ng/mL	%	%
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	47.7	6.02
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	42.7	6.44

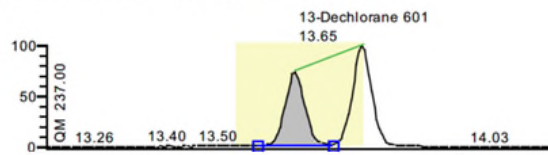
表十一 單一實驗室查核樣品分析結果(N=5)

化合物名稱	添加濃度	回收率平均	標準偏差 S
	ng/mL	%	%
待測物			
Dechlorane-601	10	96.4	6.12
<i>syn</i> -Dechlorane plus	10	97.7	6.93
<i>anti</i> -Dechlorane plus	10	101	11.0
內標準品			
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	62.0	5.34
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	57.6	6.03

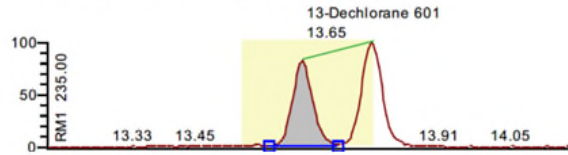
表十二 單一實驗室真實樣品添加 ^{13}C -同位素內標準品分析結果(N=4)

化合物名稱	添加濃度	回收率平均	標準偏差 S
	ng/mL	%	%
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	81.4	22.0
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	97.0	14.8

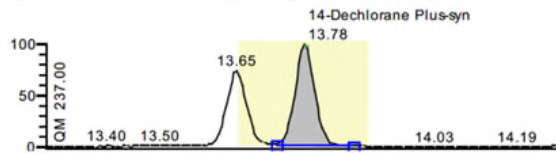
Dechlorane-601(272→237)



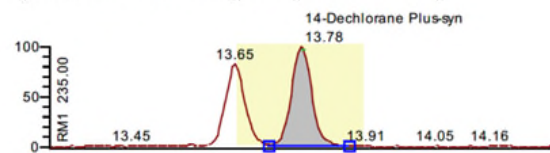
Dechlorane-601(270→235)



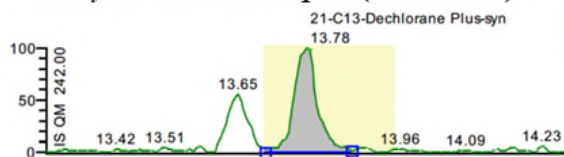
syn-Dechlorane plus(272→237)



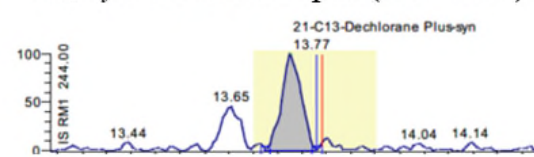
syn-Dechlorane plus(270→235)



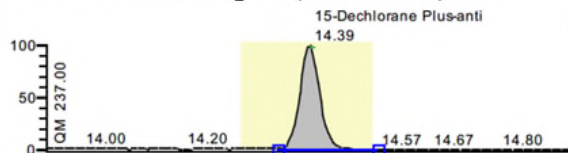
¹³C₁₀-*syn*-Dechlorane plus(277→242)



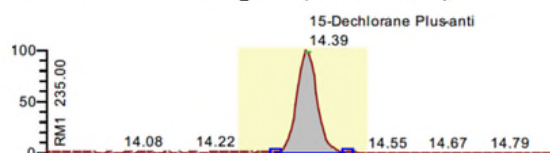
¹³C₁₀-*syn*-Dechlorane plus(279→244)



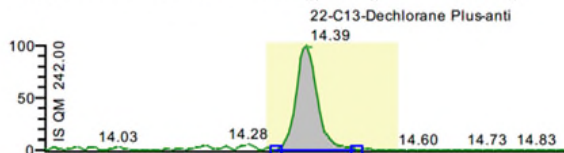
anti-Dechlorane plus(272→237)



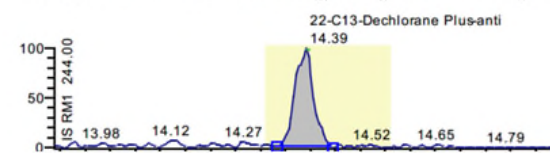
anti-Dechlorane plus(270→235)



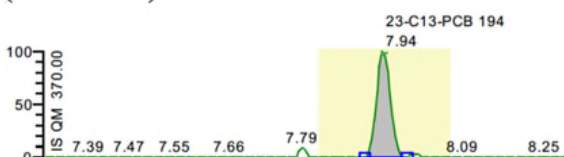
¹³C₁₀-*anti*-Dechlorane plus(277→242)



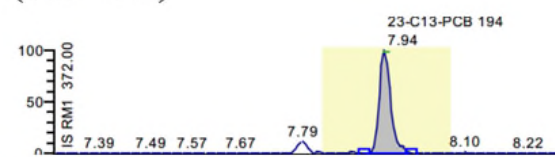
¹³C₁₀-*anti*-Dechlorane plus(279→244)



¹³C₁₂-2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB*
(440→370)



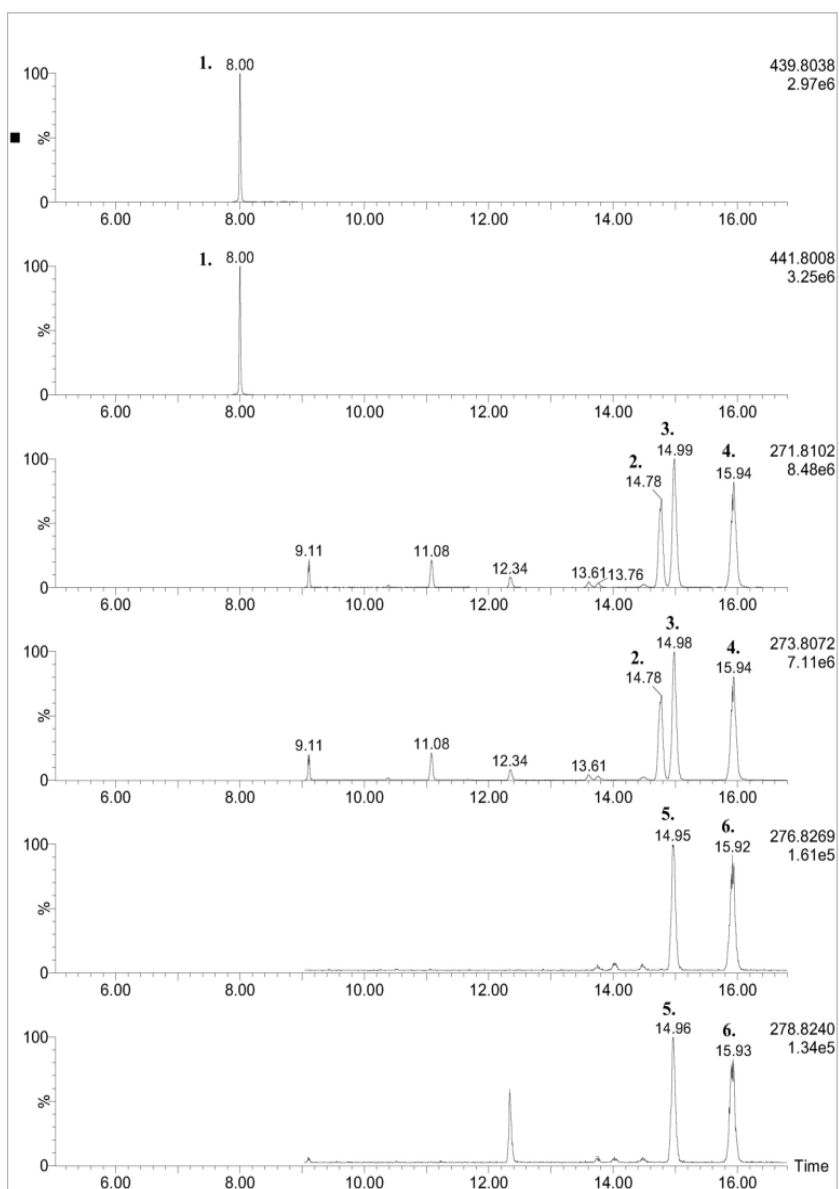
¹³C₁₂-2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB*
(442→372)



OctaCB*, Octachlorobiphenyl

圖一 GC/MS/MS 層析圖

註：本圖譜使用氣相層析儀(Thermo Scientific TRACE 1310)；串聯式質譜儀(Thermo Scientific TSQ 9000)；管柱：HT8-PCB，10 m × 0.10 mm × 0.1 μm。



圖二 GC/HRMS 層析圖

註：

1. $^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl 2. Dechlorane-601 3. *syn*-Dechlorane plus
4. *anti*-Dechlorane plus 5. $^{13}\text{C}_{10}$ -*syn*-Dechlorane plus 6. $^{13}\text{C}_{10}$ -*anti*-Dechlorane plus

註：本圖譜使用氣相層析儀(Agilent 7890)；高解析度質譜儀(Waters AutoSpec Premier)；管柱：HT8-PCB，10 m × 0.10 mm × 0.1 μm。