

戴奧辛類多氯聯苯檢測方法—氣相層析/高解析質譜法

中華民國 100 年 4 月 15 日環署檢字第 1000030219 號公告

自中華民國 100 年 7 月 15 日生效

M803.00B

一、方法概要

本方法使用氣相層析儀/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)分析環境基質及其他介質樣品中戴奧辛類多氯聯苯(Dioxin-like PCBs；簡稱DLPCBs)之檢測，樣品經由萃取、濃縮、淨化等程序，利用¹³C₁₂-同位素標幟稀釋法(Isotope dilution method) (註 1)，經氣相層析儀/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)分析，測定 12 種戴奧辛類多氯聯苯之濃度並計算其總毒性當量濃度。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於測定環境基質之飲用水水質、飲用水水源水質、土壤、底泥、淤泥、廢棄物、灰渣、底渣、集塵灰、生物組織、排放管道、空氣及其他基質樣品中四氯(Tetra-)、五氯(Penta-)、六氯(Hexa-)與七氯(Hepta-)世界衛生組織(World health organization，WHO)訂有毒性當量之 12 種戴奧辛類多氯聯苯同源物之含量，其名稱如表一所示。
- (二) 依效能基準(Performance-based)，對於特殊或不同類別基質之樣品，分析人員可適當修改本方法第七節之樣品前處理程序，以克服干擾物質影響或使用對環境友善之步驟，惟修改後之方法其執行檢測之所有步驟及程序應符合第九節所述品質管制規範。分析人員需經由訓練通過認定者擔任(註2)。

三、干擾

分析過程所使用之玻璃器皿、溶劑及試劑等可能導入未知污染，導致高背景基線以及低訊噪比，因而影響層析解析度與分析定量靈敏度。若溶劑純度不夠，對於樣品之淨化效率影響極大，所以一般溶劑應使用殘量級，或經適當蒸餾後再使用。玻璃器皿浸入清潔液後以超音波震盪洗淨，再以熱水沖洗，隨後以甲醇淋洗，再以熱水沖洗，依序再以試劑水、甲醇、丙酮及二氯甲烷等溶劑淋洗晾乾後，使用鋁箔封口備用(註3)。器皿使用前以二氯甲烷、甲苯淋洗。索氏萃取裝置在使用前需再以甲苯預先萃取迴流至少 3 小時以上。

重複使用之玻璃器皿勿經高溫烘烤，以免增加玻璃表面活性而易吸附 DLPCBs 化合物。對於特殊或不同類別基質樣品所使用之玻璃器皿，應適當區別(註 4)，俾便追溯個別樣品可能之干擾來源，尤其對高污染之樣品其玻璃器皿更需額外清洗或直接丟棄，以避免樣品間之交叉污染。

四、設備與材料

- (一) 玻璃棉：使用前依序以二氯甲烷及正己烷浸泡淋洗，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) 泡棉：3 英吋厚圓柱型之聚氨基甲酸乙酯泡棉 (Polyurethane foam, PUF), 直徑應略大於圓柱形玻璃套筒之內直徑 (約 6.3 公分)；可使用市售已預先淨化之泡棉，或將 PUF 置於索氏萃取裝置內，以甲苯每小時迴流四個循環以上，萃取 4 小時，萃取完成再以丙酮淋洗 PUF，將甲苯置換後，放到真空烘箱中，在小於 60 °C 溫度下抽二至四小時乾燥，以乾淨鋁箔包妥備用。
- (三) 玻璃套筒 (Glass sample cartridge)：用來放置泡棉以捕集吸附樣品。
- (四) XAD-2 樹脂：使用市售已清洗之產品。
- (五) 廣口玻璃瓶：褐色，容量 100 mL、250 mL、500 mL，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (六) 樣品瓶：褐色玻璃 2~5 L，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (七) 丟棄式玻璃移液管：10 mL、5 mL 或 1 mL。
- (八) 洗瓶：鐵氟龍材質，500 mL。
- (九) 量筒：1 L。
- (十) 樣品瓶試管：6 dram、4 dram 和 3 dram，內容量分別約為 24 mL、16 mL 及 12 mL，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (十一) 燒瓶：1000 mL、500 mL、250 mL，接口處規格 24/40 或同級品。
- (十二) 梨形瓶：50 mL，接口處規格 24/40 或同級品。

- (十三) 鐵氟龍沸石。
- (十四) 玻璃移液管切割刀。
- (十五) 索氏萃取管：下端接口處規格 24/40，上端接口處規格 50/50 或同級品。
- (十六) 五球冷凝管：接口處規格 50/50 或同級品。
- (十七) 矽膠軟管：8 × 12 mm。
- (十八) 藥勺：不銹鋼材質。
- (十九) 玻璃血清瓶：附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (二十) 丟棄式玻璃滴管：9 英吋長。
- (二十一) 矽膠帽：1~2 mL。
- (二十二) 乾燥器(Desiccator)
- (二十三) 分液漏斗：250 mL、500 mL、2000 mL 玻璃或鐵氟龍製，附鐵氟龍栓。
- (二十四) 玻璃漏斗：125 mL、250 mL。
- (二十五) 布氏漏斗：15 cm 內徑。
- (二十六) 錐形瓶：2 L 過濾用。
- (二十七) 纖維濾筒：43 × 123 mm、25 × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (二十八) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D 或同級品。
- (二十九) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50, 直徑 142 mm、0.5 μm 孔徑或同級品。
- (三十) 天平：
1. 分析天平：可精秤至 0.1mg。
 2. 天平：可精秤至 10 mg。

- (三十一) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。
- (三十二) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (三十三) 烘箱：溫度可達 400°C，並可維持工作溫度 110 ± 5°C。
- (三十四) 均質機(Tissue homogenizer)
- (三十五) 搗碎機(Meat grinder)：3~5 mm 孔徑。
- (三十六) 切碎機：Ropot coupt R-5 plus 5 L 或同級品。
- (三十七) 壓力式過濾裝置：Millipore YT30 142 HW 不銹鋼材質或同級品。
- (三十八) 磁子攪拌裝置
- (三十九) 熱水浴：可加熱至 100°C，溫度可控制在 ±2°C 以內者。
- (四十) 冷凍乾燥機。
- (四十一) 氣相層析儀：須包含下列部分：
- 1.烘箱：能維持分離管柱所需操作溫度，提供至少 40 °C/min 之升溫條件。
 - 2.溫度顯示：監測管柱烘箱、偵測器和注射口溫度至± 1°C。
 - 3.流量系統：氣體計量系統用以測定樣品、氣體及載流氣體流速。
 - 4.毛細管層析分離管柱：60 m (長度) × 0.25 mm (內徑) × 0.25 μm(膜厚)DB-5MS 管柱或同級品。
- (四十二) 高解析質譜儀：使用 PFK (Perfluorokerosene) 參考化合物之動態解析度 10,000 (10%波谷) 以上，穩定度±5 ppm 以內。

五、試劑

- (一) 正己烷：殘量級。
- (二) 甲苯：殘量級。
- (三) 苯：殘量級。

- (四) 二氯甲烷：殘量級。
- (五) 甲醇：殘量級。
- (六) 正壬烷：殘量級。
- (七) 丙酮：殘量級。
- (八) 試劑水：經純水系統製備而得不含有機物質之去離子水。
- (九) 硫酸：試劑級。
- (十) 無水硫酸鈉(Sodium sulfate, anhydrous)：粒狀，試劑級。以二氯甲烷淋洗並烘乾後，儲存於鐵氟龍內襯螺旋蓋之乾淨玻璃瓶容器備用。
- (十一) 矽藻土(Celite)：545-AW，Supelco 2-0199；或同級品。
- (十二) 活性碳：AX-21、Carbopak C 或同級品。
- (十三) 矽膠：Fisher，100-200 mesh；或同級品。使用前，以 180°C 至少加熱 1 小時活化之，冷卻至室溫後儲存於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶備用。
- (十四) 酸性矽膠(Acid silica gel)：混合 100 g 經活化後之矽膠與 44 g 之濃硫酸於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之玻璃瓶內，充分震盪攪拌。利用攪拌棒攪散硬塊，使其完全混合。儲存於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之玻璃瓶內。
- (十五) 活性碳／矽藻土(Carbon/Celite)：
1. AX-21/Celite 545 (8 %,w/w)。混合 1 g 之 AX-21 活性碳與 11.5 g 之 Celite 545 於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之 250 mL 玻璃瓶中，充分震盪攪拌，使其完全混合，使用前於 130°C 活化 6 小時，儲存於乾燥箱內備用。
 2. Carbopak C/Celite 545 (50 %,w/w)。混合 18 g 之 Carbopak C 活性碳與 18 g 之 Celite 545 於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之 250 mL 玻璃瓶中，充分震盪攪拌，使其完全混合，使用前於 130°C 活化 6 小時，儲存於乾燥箱內備用。

(十六) 參考介質(Reference media) 樣品：使用於本方法之參考介質，依樣品性質大致區分如下所述

1. 水相樣品：以試劑水為參考介質。
2. 固相樣品：以砂為參考介質，使用前以二氯甲烷預先萃取除去雜質。
3. 紙質樣品：以玻璃纖維濾紙(Gelman type A)或同級品為參考介質。
4. 生物樣品：以玉米油或蔬菜油為參考介質

(十七) 氮氣(N₂)：純度 99.99% 以上。

(十八) 氦氣(He)：純度 99.9995% 以上。

(十九) 同位素標幟標準溶液：

1. 內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 DLPCBs 共 12 種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)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 DLPCBs 共四種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。

(二十) 精密度與回收率標準溶液 (Precision and recovery working standard solution)：以正壬烷配製內含表二所示參考濃度之所有待測物工作標準品之標準溶液。亦可使用市售已製備好之工作標準溶液。

(二十一) 檢量校正標準溶液：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物及 ¹³C₁₂-同位素標幟標準品之 DLPCBs。亦可使用市售已製備好之標準溶液。

六、採樣及保存

(一) 土壤、底泥、污泥、廢棄物、灰渣、底渣、集塵灰可參考本署

公告「土壤採樣方法」、「事業廢棄物採樣方法」、「底泥採樣方法」及「廢棄物焚化灰渣採樣方法」等相關採樣方法採樣(註5)，採得之樣品裝入褐色玻璃樣品瓶內，保存在10°C（含）以下運送至實驗室。

- (二) 生物介質樣品如植物、肉類、蛋類、乳製品類等，採集後4°C冷藏送至實驗室預處理，魚介類樣品採集後，須先鑑定種類、記錄體長、體重及採樣地點和時間，採集之樣品如未能當日送至實驗室處理，應在0°C以下貯存，以避免樣品變質。
- (三) 水質樣品可直接以大體積(如2至5公升)經清洗乾淨之褐色玻璃樣品瓶，採集適量水樣並於10°C（含）以下運送至實驗室(註6)。
- (四) 非水溶性之液態樣品收集於經清洗乾淨之褐色廣口玻璃樣品瓶，保存於10°C（含）以下，送至實驗室處理。
- (五) 空氣樣品參考「空氣中戴奧辛及呋喃採樣方法」採樣。以鋁箔封好採樣套筒（前、後以鐵氟龍蓋密封，內含石英纖維濾紙及PUF），於10°C（含）以下運送至實驗室。
- (六) 排放管道樣品依據「排放管道中戴奧辛及呋喃採樣方法」採樣。並以鋁箔封好XAD-2吸附管，於10°C（含）以下運送至實驗室。
- (七) 樣品於萃取後45天內完成分析，萃取後至完成分析期間，應將萃取液存放安全無虞之區域，避免遭撞擊而破損。
- (八) 雖無數據證明最長之樣品保存期限，底泥、土壤、廢棄物、污泥及生物等基質樣品如經乾燥、研磨、過篩後存於室溫暗處，則保存期限可達一年以上。

七、步驟

送至實驗室之土壤、底泥、污泥、灰渣、飲用水水質、飲用水水源水質、生物組織及其他介質樣品，在樣品萃取前，須依其樣品特性預先敲碎、絞碎、研磨、過篩或分類處理以取得代表性樣品，茲分述如下：

(一) 樣品預處理

1.土壤、底泥、污泥、灰渣等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7）（約需7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，以免固態樣品因脫水而緊密膠結，並有利於乾燥速度。風乾完成後，以木鎚敲碎，再經過研磨使其通過18 mesh（即孔徑 ≤ 1 mm）標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶內，待進行萃取處理程序（註8）。

另取乾燥前之樣品進行含水率測試，經稱重之樣品以 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘12小時後，移入乾燥箱內冷卻，依計算式-1計算其含水率，計算如下

$$\text{含水率 \%} = \frac{W_w - W_d}{W_w} \times 100 \% \quad \text{計算式-1}$$

W_w ：樣品濕重 W_d ：樣品乾重

2.水質樣品經 $0.5 \mu\text{m}$ 玻璃纖維濾膜過濾後，以每分鐘小於1.0公升捕集速率下通過泡棉(PUF)吸附介質（註9），將已吸附之PUF泡棉併同玻璃纖維濾膜置於乾淨區域風乾或冷凍乾燥，待進行步驟七、(二)之樣品萃取程序。

另準確量取約20 g水樣經GF/D濾紙過濾，再將濾紙以 $110 \pm 5^\circ\text{C}$ 烘4小時後，移入乾燥箱內冷卻，依計算式-2計算其固體含量，計算如下

$$\text{固體含量 \%} = \frac{W_d - W_f}{W_s} \times 100 \% \quad \text{計算式-2}$$

W_s =水樣重, W_d ：濾紙及樣品乾重, W_f ：濾紙重

3.魚類樣品送至實驗室後先記錄重量、長度再放入冰櫃冷凍，處理時小心除去魚皮、魚鱗，刮下魚肉組織如肌肉及內臟等置入乾燥瓶並稱其重量 W_w （貝類樣品去殼後稱重、肉類樣品則去骨頭後稱重），經冷凍乾燥除水後連同乾燥瓶稱重 W_d ，依計算式-1計算其含水率，再以研磨機磨成粉狀後，置入樣品瓶內待進行萃取處理程序（註10）。

4.其他介質樣品：

- (1) 植物樣品(蔬菜類)經清洗晾乾後，切成 2~3 公分大小，置入冷凍乾燥瓶中並秤重，再移入冰櫃冷凍，經冷凍乾燥除水後秤重，依計算式-1 計算其含水率，除水後之樣品再移入不銹鋼攪拌機內攪碎均勻，儲存於棕色玻璃瓶，依步驟七、(二)節進行樣品萃取程序(註 11)。
 - (2) 蛋類、乳製品類等樣品秤重後，依步驟七、(二)節進行樣品之萃取處理程序。
- (二) 樣品萃取：樣品進行萃取時應先添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品如表二 50 ng/mL 添加 10 μL 。

1. 索氏萃取(註 12)

依樣品量選用適當容積之索氏萃取裝置，將加有鐵氟龍沸石之乾淨燒瓶，連接索氏萃接管進行索氏萃取迴流，調整熱源令其每小時至少迴流四次，萃取 18 ± 2 小時後冷卻至室溫，依基質種類分述如下：

- (1) 經預處理之土壤、底泥、污泥、灰渣等固相樣品：秤取約 10 g (或適量) 研磨好的樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以甲苯進行索氏萃取，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。
- (2) 生物組織及蛋類、乳製品類等樣品：秤取生物組織乾重約 10 克 (或適量) (相當於魚類組織濕重 40 至 100 克) 置入纖維濾筒；取蛋黃約 35 克置入燒杯中，另加入至少 3 至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，置入玻璃纖維濾筒內；乳製品類秤取約 10 克(註 13)，置入玻璃纖維濾筒內。上述纖維濾筒移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以二氯甲烷與正己烷(50/50,v/v) 300 mL，利用水浴加熱方式(約 80°C)進行索氏萃取，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。
- (3) 水質樣品：將 PUF 吸附介質及玻璃纖維濾膜(註 14)，一併置入同一索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以甲苯(約 700 mL)進行索氏萃取迴流(註 15)，

待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。

(4)植物樣品(乾基)：秤取約 10 g (或適量)絞(切)碎好的樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以丙酮與正己烷(50/50,v/v) 700 mL，利用 70°C 水浴加熱方式進行索氏萃取，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。

(5)空氣樣品：索氏萃取管之下端溶劑迴流口以玻璃棉塞住。其下連接 1,000 mL 燒瓶，將已摺疊之石英纖維濾紙樣品置入索氏萃取管底部，以鑷子將 PUF 由玻璃套筒中夾出置入索氏萃取管內，再以甲苯淋洗鑷子及玻璃套筒並導入索氏萃取管。添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以甲苯(約 700 mL)進行索氏萃取迴流，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。

(6)排放管道樣品：

A. 將 2 號樣品容器中之採樣管線(二氯甲烷/丙酮)洗液樣品移置入 500 mL 之燒瓶內，原樣品容器再以少量二氯甲烷淋洗三次，一併收集在燒瓶內，在低於 37°C 下減壓濃縮至 2~3 mL，合併 3 號樣品容器中之採樣管線甲苯洗液樣品，原樣品容器再以少量甲苯淋洗三次，一併收集在燒瓶內。在約 37°C 下減壓濃縮至 2~3 mL。此殘液中含有從採樣管及吸氣嘴淋洗下之微粒。將此濃縮液併同濾紙和 XAD-2 以進行索氏萃取。

B. 將索氏萃取管之上下端溶劑迴流口以玻璃棉塞住，其下連接 500 mL 燒瓶，將 1 號(濾紙)容器中之玻璃纖維濾紙樣品折疊置入索氏萃取管底部，原容器以甲苯淋洗三次併入索氏萃取管內。將 XAD-2 吸附管內之玻璃棉以鑷子夾出置入索氏萃取管內，以最少量之丙酮將吸附管內之 XAD-2 吸附劑倒洗入索氏萃取管內，待 XAD-2 全部被洗出後，再以甲苯淋洗吸附管並導入索氏萃取管，以甲苯置換索氏萃取管內之丙酮溶液，令其虹吸至燒瓶內，並重複執行甲苯溶劑置換兩次，移開燒瓶(此燒瓶之合併液另行在約 37°C 下減壓濃縮至 2~3 mL。將此濃縮液併同完成索氏萃取之萃液以進行淨化)，另取一內加鐵氟龍沸石之乾淨 500 mL 燒瓶，

承接前述之索氏萃取管，併入 2 號及 3 號樣品濃縮液，添加內標準溶液(如表二) 20 μL ，隨後以 300 mL 左右之甲苯進行索氏萃取迴流，調整熱源令其每小時至少迴流四次，萃取 18 ± 2 小時後冷卻至室溫。

2.液-液萃取

- (1) 牛奶、乳汁樣品：量取牛奶、乳汁樣品約 200 mL，以水浴約 80°C 加熱四小時後靜置至室溫，移入 2 L 分液漏斗，另以少量丙酮轉移 10 μL 之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 至樣品中，再以五倍樣品量之丙酮與正己烷(2:1,v/v) 萃取液進行第一次液-液萃取，振盪約 2 分鐘，靜置分層後，將下(水)層移至另一乾淨之分液漏斗，有機層則逐次移入 250 mL 之燒瓶，以減壓濃縮至近乾；待第一次有機層皆移入同一 250 mL 之燒瓶後，再另取正己烷 500 mL 進行第二次液-液萃取，振盪約 2 分鐘，靜置分層後，將有機層逐次移入同一 250 mL 之燒瓶，減壓濃縮至近乾。
- (2) 奶粉樣品：稱取約 20 g 之奶粉於 250 mL 燒杯中，再加入 200 mL 之試劑水使其完全溶解，以水浴約 80°C 加熱四小時後靜置至室溫，再依上述步驟進行液-液萃取程序。
- (3) 植物樣品(濕基)：取約 50 g 植物樣品置入長筒燒杯中，加入約 100 mL 丙酮，另以少量丙酮轉移 10 μL 之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 至樣品中，再以均質機高速攪拌 1 分鐘(視樣品纖維多寡可適量調整均質時間)，直到樣品攪碎混勻後，抽氣過濾，並以 100 mL 丙酮洗滌濾渣，以 500 mL 燒瓶收集濾液，將收集之濾液以少量正己烷轉移至分液漏斗中，再加入正己烷 50 mL 均勻混合，以二氯甲烷 50 mL 萃取三次，萃取液經無水硫酸鈉去水後，以 250 mL 燒瓶收集後，減壓濃縮至近乾。
- (4) 依採樣方法規定所執行之空白樣品如屬水相基質時，將此樣品移入 2 L 分液漏斗，另以少量丙酮轉移 10 μL 之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 至樣品中，再以 60 mL 二氯甲烷進行第一次液-液萃取，振盪約 2 分鐘，靜置分層後，將有機層移入無水硫酸鈉去水管柱並以 250 mL 之燒瓶收集，待第一次有機層皆移入同一 250 mL 之燒瓶後，再重複上述萃取步驟兩次進行液-液萃取，將有機層逐次收集至同一 250 mL 之燒瓶，減

壓濃縮至近乾。

3. 非水溶性之液態樣品或可直接溶於溶劑之固態樣品秤取約 10 g，移入 250 mL 之燒瓶，加入適當溶劑使其完全溶解後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 50 ng/mL 10 μL ，以減壓濃縮至近乾。
4. 脂質測定：由步驟七、(二)1.(2)節；七、(二)2. (1)節；七、(二)2. (2)節及七、(二)3. 節脂質含量高之樣品經減壓濃縮至近乾，再以氮氣緩緩吹除殘餘溶劑，重複秤重至重量無明顯變化，依計算式-3 計算其脂質含量後，待進行七、(三)2. 節之除脂淨化程序。

$$\text{脂質含量 \%} = \frac{W_{\text{fat}} - W_{\text{e}}}{W_{\text{s}}} \times 100 \% \quad \text{計算式-3}$$

W_{s} ：樣品重

W_{fat} ：燒瓶及脂質重

W_{e} ：燒瓶空重

5. 經步驟七、(二)節萃取程序之樣品，其萃取液經減壓濃縮至近乾後，以二氯甲烷轉移至一乾淨 6 dram 試管中(註 16)，以氮氣在室溫緩緩吹至乾，待進行七、(三)1. 節之淨化程序。

(三) 樣品淨化及分離：

1. 酸洗淨化步驟：取前述七.(二).5. 節中已吹乾之 6 dram 樣品試管，以不超過 200 μL 之二氯甲烷完全溶解試管內之物質，隨後加入 7 mL 之正己烷，再加入 4 mL 之濃硫酸，劇烈振盪約 20 秒，進行第一次酸洗，靜置分層。轉移上層有機溶液至另一乾淨的 6 dram 試管中，有機溶液內再加入 4 mL 之濃硫酸，振盪約 20 秒，進行第二次酸洗，靜置分層(註 17)。將正己烷溶液收集於另一 6 dram 試管中，各硫酸層再以 7 mL 之正己烷依前述程序逐一溶洗兩次，並合併溶液於上述 6 dram 試管中。若酸洗過程乳化現象嚴重時，可利用離心機離心分層(註 18)。再以氮氣吹除正己烷溶液至約 7 mL 左右，待進行酸性矽膠管柱/酸性氧化鋁管柱之淨化步驟。
2. 燒瓶式酸性矽膠除脂法：經七、(二)4. 節測得脂質含量之樣品以正己烷 100 mL 溶解後(視需要輔以超音波振盪)，加入磁石攪拌，在攪拌情況下徐徐加入約 30 克 40% 酸性矽膠，繼

續攪拌 10 分鐘後過濾之，並以 200 毫升左右之乾淨燒瓶或 Turbo tube 收集，再加入正己烷 30 mL 至燒瓶內攪拌並過濾，重複 2 次，收集濾出液並以減壓濃縮或 TurboVap II 吹氮濃縮至近乾，待進行後續之淨化步驟。

3. 酸性矽膠管柱淨化：

- (1) 酸性矽膠管柱製備：取 10 mL 拋棄式移液管，切除上端約 5 公分長度，尖底部裝填玻璃棉後再裝填 4~6 mL 刻度之酸性矽膠。以 20 mL 之正己烷預洗酸性矽膠管柱。
- (2) 酸性矽膠管柱淨化：將前述七、(三)1.節或七、(三)2.節經酸洗或燒瓶式酸性矽膠除脂法後之正己烷溶液直接轉移至酸性矽膠管柱(註 19)，並以 Turbo tube 收集，全部轉移完成後，再以每次 5 mL，共三次之正己烷流洗淨化管柱，收集於同一 Turbo tube，氮吹濃縮之 1 mL 左右。移去酸性矽膠管柱並編號儲存，待進行後續淨化程序。

4. 活性碳/矽藻土管柱淨化：

- (1) 活性碳/矽藻土管柱製備：取 5mL 拋棄式玻璃移液管，切除尖端約 3 公分處，自切口端依序裝填約 1 mL 長度之玻璃棉、0.5 mL 刻度矽膠、0.5 mL 刻度之 AX-21/矽藻土，8 % ,w/w 及 0.5 mL 刻度之矽膠，最後再塞入約 1 mL 刻度之玻璃棉，使用細玻璃棒自兩端壓實管柱填充料。
- (2) 活性碳/矽藻土管柱預洗及淨化：將管柱切口端朝上，依序以 5~10 mL 之甲醇、甲苯、二氯甲烷/苯(50/50, v/v)及正己烷等溶劑預洗管柱，洗液丟棄。倒轉管柱，令其切口端朝下，使用 1 mL 正己烷溶解七、(三).3.(2).節之 6 dram 試管樣品，振盪 20 秒，溶液移入活性碳/矽藻土管柱，其次以每次 2 mL 之正己烷，共 2 次淋洗試管，均移入活性碳/矽藻土管柱，隨後以每次 2 mL 之同一溶劑，共 3 次流洗管柱，流洗液以 3dram 試管收集編號保存。再以 40 mL 之二氯甲烷/苯(50/50, v/v)流洗管柱。上述之所有流洗液以 Turbo tube 收集，再以 TurboVap II 吹氮濃縮至近乾。

(四) 分析

使用氣相層析/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)分析樣品。分析條件如七.(三).1.節及七.(三).2.節所述。分析前每件樣品加入 10 μL (註 20)如表二所示之回收標準溶液。抽取 1~2 μL 之濃縮萃取液注入氣相層析儀，濃縮萃取液以 DB-5 毛細層析管柱測定 12 項 DLPCBs 之濃度。

1. 氣相層析建議操作條件(註 21)

注射口：接毛細層析管柱，非分流模式，260°C。

載流氣體：氦氣，1~2 mL/min。

管柱溫度：150°C(1.5 min)以 30°C/min 升溫至 210°C(15 min)然後以 1.5°C/min 升溫至 230°C(5 min)再以 15°C/min 升溫至 310°C(8 min)。

2. 高解析度質譜儀

解析度：大於 10,000 (10% 波谷)。

離子化模式：電子撞擊式 (EI)。

離子源溫度：280°C 左右。

監測模式：選擇性離子監測(Selected ion monitoring)，監測離子如表四所列。

3. 定性準則：下列鑑定準則係用於鑑定 DLPCBs。

(1)離子強度比(M/M+2)要在理論比之 $\pm 15\%$ 以內，可接受之離子強度比範圍如表五所示。

(2)待測物之滯留時間須落在相對應之 ^{13}C -內標準品之滯留時間 3 秒範圍內。

(3)表四所列待測物之兩監測離子達最大強度值時之滯留時間差在 2 秒範圍內。

(4)所有監測離子之訊噪比必須為 2.5 以上。

4. 定量準則：以待測物之二監測離子之面積和用以定量該待測物的含量。其與標幟物定量對應關係如表一。

- (1) DLPCBs 待測物是以同位素標幟內標準品為定量參考標準品，例如由 $^{13}\text{C}_{12-3,4,4',5-\text{TeCB}}$ 計算 3,4,4',5-TeCB 濃度，餘類推。
- (2) 同位素標幟內標準品是以同一含氯數之同位素標幟回收標準品為定量參考標準品。例如由 $^{13}\text{C}_{12-2,3,4',5-\text{TeCB}}$ 計算 $^{13}\text{C}_{12-3,4,4',5-\text{TeCB}}$ 濃度，餘類推。
- (3) 當樣品待測物濃度超過檢量校正曲線時，可先考慮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之面積(或強度)，在檢量校正曲線範圍內。若需對數據品質要求較高如法規執行等，則應再秤取較少量樣品，重新進行萃取分析。
- (4) 檢測報告單位表示：
 - A. 水相樣品：12 種同源物濃度以 pg/L 表示，總毒性當量濃度以 pg-TEQ/L (Parts-per-quadrillion, ppq)，並於報告中註明水中懸浮固體含量百分比。
 - B. 固相樣品：12 種同源物濃度以 ng/kg 表示，總毒性當量濃度以 ng-TEQ/kg 或 pg-TEQ/g 表示。
 - C. 生物組織樣品：12 種同源物濃度以 ng/kg w.w. (Wet weight) 或 pg/g w.w. 溼基表示，總毒性當量濃度以 ng-TEQ/kg w.w. 或 pg-TEQ/g w.w. 溼基表示，並於報告中註明脂質含量百分比。
 - D. 空氣樣品：12 種同源物濃度以 pg/m^3 表示，總毒性當量濃度以 $\text{pg-TEQ}/\text{m}^3$ 表示。
 - E. 排放管道樣品：12 種同源物濃度以 ng/Nm^3 表示，總毒性當量濃度以 $\text{ng-TEQ}/\text{Nm}^3$ 表示。

八、結果處理

(一) 專用符號：

A_{ai} = 待測物滯留時間出現之雜訊的離子電流積分值。

A_{cij} = 第 j 濃度檢量校正標準溶液中，待測物 i 的兩監測離子的離

子電流積分值之和。

A_i = 樣品中，待測物 i 的兩監測離子的離子電流積分值之和。

A_{rs} = 回收標準品的兩監測離子的離子電流積分值之和。

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

C_i = 樣品中 DLPCBs 的濃度。

C_T = 樣品中 DLPCBs 的濃度總和。

H_{is} = 樣品中，內標準品 i 的兩監測離子強度和(peak height)。

$WHO-TEF_i$ = 待測物 i 之世界衛生組織毒性當量因子(如表六)。

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_{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 。

M_i^* = 樣品中，內標準品 i 之添加量， pg 。

N_x = 待測物滯留時間附近出現之背景雜訊高度。

R^* = 內標準品回收率。

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。

RRF_{IS} = 內標準品相對於回收標準品之相對感應因子。

W = 樣品分析量(重量或體積)。

V_{std} = 凱氏溫度 298 度 (298K) 及一大氣壓下之空氣樣品體積(m^3)
或凱氏溫度 273 度 (273K) 及一大氣壓下之排放管道乾式

氣體樣品體積(N m³)。。

(二) 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$$RRF_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{A_{cij} \times M_{ci}^*}{A_{cij}^* \times M_{cij}} \quad \text{計算式-4}$$

(三) DLPCBs 之濃度

$$C_i = \frac{A_i \times M_i^*}{A_i^* \times RRF_i \times V_{std}} \quad \text{計算式-5}$$

$$C_i = \frac{A_i \times M_i^*}{A_i^* \times RRF_i \times W} \quad \text{計算式-6}$$

(四) 內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{A_{ci}^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{ci}^*} \quad \text{計算式-7}$$

(五) 內標準品之回收率

$$R^* = \frac{A_i^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times RRF_{IS} \times M_i^*} \times 100\% \quad \text{計算式-8}$$

(六) 最低可偵測極限(Minimum detectable limit, M_{inDL})

$$M_{inDL} = \frac{2.5A_{ai} \times M_i^*}{A_{ci}^* \times RRF_i} \quad \text{計算式-9}$$

或

$$M_{inDL} = \frac{2.5N_x \times M_i^*}{H_{is} \times RRF_i} \quad \text{計算式-10}$$

(七) 樣品中 DLPCBs 的濃度總和

$$C_T = \sum_{i=1}^n C_i \quad \text{計算式-11}$$

(八) 樣品中 DLPCBs 的總毒性當量濃度

$$TEQ = \sum_{i=1}^n C_i \times \text{WHO-TEF}_i \quad \text{計算式-12}$$

九、品質管制

(一) 起始精密度與回收率：

實驗室在建立 DLPCBs 之分析技術及能力並產生可接受精密度與回收率數據時，檢驗員須執行四重複之參考基質樣品(註 22)分析，並添加待測物及同位素標幟物內標準品，依步驟七、(二)節包含前處理、萃取、濃縮、淨化等樣品分析程序，計算其平均回收率、相對標準偏差 RSD 時須符合表七之起始精密度與回收率規範。

(二) 檢量校正

1. 氣相層析/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)系統

(1) 起始檢量校正：採用表三之 7 組標準品溶液 (CS1 - CS7) 至少需有 5 點不同濃度進行起始檢量校正，待測物及內標準品之平均感應因子的相對標準偏差都應小於或等於表八所列限值。每一選擇監測離子氣相層析訊號之訊噪比須為 10 以上。離子強度比值應符合表五所列之管制範圍內。

(2) 日績效查核

A. 質量解析度：實驗室依據本方法執行戴奧辛類多氯聯苯檢測時，動態質量解析度需達 10,000 (10% 波谷) 以上。

B. 檢量校正查核：分析起始檢量中間點標準溶液(1~2 μL)，計算每項待測物及內標準品之回收率，日績效查核之回收率須符合表八所列之規範。每一選擇監測離子氣相層析訊號之訊噪比須為 10 以上。離子強度比值應符合

表五所列之管制範圍內。

C.每次上機分析之樣品批次，應於 24 小時區間內完成分析。若上機分析時間超過 24 小時，則需於批次分析結束前再執行檢量校正查核一次

2.鎖定頻道(Lock channels)：設定質譜儀鎖定頻道及監視品質管制查核頻道如表四所示(註 23)，以證實質譜儀分析期間之儀器穩定性。

(三) 品管規範

1. 真實樣品內標準品回收百分率：表二所列 12 種同位素標幟之 DLPCBs 內標準品係於萃取前加入每一樣品中，其目的是用以定量樣品中 DLPCBs 之含量，同時監測整個萃取、淨化及分析過程之效率。真實樣品之內標準品之回收率須落在 25~150% 範圍內（見表七）。
2. 空白基質添加標準品回收率：DLPCBs 待測物之回收率須落在 50~150% 範圍內。內標準品之回收率須落在 30~140% 範圍內（見表七）。

(四) 品質保證

每一批次或每 10 個樣品至少要做一次實驗室空白分析及空白添加標準品分析或查核樣品分析。

十、精密度與準確度

單一實驗室樣品基質之精密度評估係以計算 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟內標準品回收率之相對標準偏差及基質添加回收率之相對標準偏差。樣品基質之準確度評估係以計算空白基質添加標準品回收率(見表九)。

(一)精密度：係以空白樣品 (blk)、空白基質添加標準品 (QC) 及真實樣品添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品計算回收率之相對標準偏差及空白基質添加標準品 (QC) 回收率之相對標準偏差。

(二)準確度：係以空白基質添加標準品 (QC)，計算待測物回收率。

十一、參考資料

1.U.S. Environmental Protection Agency. Method 1668, Revision A :

Chlorinated Biphenyl Congeners in Water, Soil, Sediment, and Tissue by HRGC/HRMS, December 1999.

2. 行政院環境保護署，土壤採樣方法 NIEA S102.61B，中華民國94年11月30日。
3. 行政院環境保護署，事業廢棄物採樣方法 NIEA R118.02B，中華民國94年5月6日。
4. 行政院環境保護署，底泥採樣方法 NIEA S104.30C，中華民國92年11月24日。
5. 行政院環境保護署，廢棄物焚化灰渣採樣方法 NIEA R119.00C，中華民國93年4月29日。
6. 行政院環境保護署，水中戴奧辛及呋喃採樣方法 NIEA W790.50B，中華民國98年12月11日。
7. 行政院環境保護署，空氣中戴奧辛及呋喃採樣方法，NIEA A809.11B，中華民國99年9月16日。
8. 行政院環境保護署，排放管道中戴奧辛類化合物採樣方法，NIEA A807.75C，中華民國99年10月26日。

註1： $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素表示 DLPCBs 分子式中 12 個 ^{12}C 原子全部被標幟成 ^{13}C 。

註2：本方法所使用之 HRGC/HRMS 宜由具氣相層析/質譜儀分析經驗之人員負責，或經由訓練通過認定者擔任；每一實驗室在使用本方法時皆須遵行第九節所述品質管制規範，以證明其具有能力產生可接受之檢測報告。

註3：使用過之玻璃器皿若預先以二氯甲烷淋洗，則本章節之玻璃器皿清洗程序可適度調整之。

註4：對於超微量濃度樣品如生物組織、環境水體、飲用水及其水源水、植物、肉類、蛋類及乳製品類等之玻璃器皿，應特別注意樣品間之交叉污染。

註5：本文引用之公告方法名稱，以環保署最新公告者為準。

註6：採取水樣時應注意避免擾動下層底質，若水樣中固體含量大於 1% 時，則取 10 克之懸浮固體(乾重)分析即可。

註7：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8：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。

註9：捕集速率太快會影響 PUF 之吸附能力，應特別注意。

註10：魚類樣品經均質處理後，亦可直接取足量濕重樣品，加入適量無水硫酸鈉後，進

行索氏萃取程序。

- 註 11：植物樣品(蔬菜類)清洗完後，亦可直接稱取 500 g 濕重樣品，以切削機將其切碎，攪拌混勻後，儲存於棕色玻璃瓶中，待進行步驟七、(二)2 節液-液萃取程序；一般植物(榕樹葉)可先以乾淨棉花沾試劑水去除葉面粉塵，風乾後剪成 0.2~0.4 mm 細條狀，待進行步驟七、(二)節索氏萃取程序。
- 註 12：以溶劑進行有機物之萃取，樣品中應避免殘留水分，如直接取溼重樣品檢測時，至少需加入 3 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 13：原則上樣品稱取量，以萃取後之脂質含量約 5 克估算之。
- 註 14：水質樣品若固體含量小於 1% 時，PUF 及濾膜需同時併入萃取，若固體含量大於 1% 時，則只取相當於 10 克之乾基底質樣品分析即可，水層部分可忽略不計。
- 註 15：PUF 之殘留水分，可先移至乾淨之區域風乾或冷凍乾燥，依序以丙酮置換 2 至 3 次後、風乾，再以甲苯置換丙酮 2 至 3 次，以避免突沸發生，置換後之丙酮、甲苯移入乾淨之燒瓶內，以減壓濃縮至近乾，等樣品萃取完畢後合併萃取液，待進行後續淨化程序。
- 註 16：視需要可將此濃縮液均分成二等份。若採行均分時，萃取前加入之內標準溶液用量應加倍，其中一份作為備份貯於冰箱中；若樣品濃度過低應增加樣品分析量，且不宜分樣分析。
- 註 17：酸洗次數以不超過 4 次為原則，但無論如何，最後一次酸洗之硫酸層應呈無色透明。
- 註 18：離心機於高轉速下所產生之熱，有使有機溶劑爆炸之虞，建議使用冷凍式離心機，一般操作以 2500 rpm 運轉 2 分鐘即可。
- 註 19：樣品中若含有硫之干擾物質時，可使用銅粒以除去硫。
- 註 20：回收標準溶液之加入量即為樣品之最終定量體積，可依樣品濃度自行調整之，其上機絕對量須與檢量線之回收標準溶液一致
- 註 21：管柱升溫條件可依層析狀況及解析度而調整之
- 註 22：參考基質樣品亦可依實際樣品之特性，選用可替代之參考基質。
- 註 23：鎖定及監測頻道之質量可依質譜儀特性而適度調整之。
- 註 24：廢液分類處理原則，本方法所產生之廢液依含氯有機溶劑處理，盛裝標準品之針劑瓶及上機分析後之樣品瓶均屬高濃度有害廢棄物，檢驗室應依相關規定妥善儲存、處理。

表一 DLPCBs 待測物與 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物定量參考標準品一覽表

DLPCBs 待測物	IUPAC $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品	IUPAC
3,4,4',5- TeCB	81	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB 81L ¹
3,3',4,4'- TeCB	77	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB 77L
2,3,3',4,4'- PeCB	105	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB 105L
2,3,4,4',5- PeCB	114	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB 114L
2,3',4,4',5- PeCB	118	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB 118L
2',3,4,4',5- PeCB	123	$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB 123L
3,3',4,4',5- PeCB	126	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB 126L
2,3,3',4,4',5- HxCB	156	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB 156L
2,3,3',4,4',5'- HxCB	157	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB 157L
2,3',4,4',5,5'- HxCB	167	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB 167L
3,3',4,4',5,5'- HxCB	169	$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB 169L
2,3,3',4,4',5,5'- HpCB	189	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB 189L
$^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品		$^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟回收標準品
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB	81L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TeCB 70L
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB	77L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TeCB 70L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB	105L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB 111L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB	114L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB 111L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB	118L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB 111L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB	123L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB 111L
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB	126L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB 111L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB	156L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5-HxCB 138L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	157L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB 138L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	167L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB 138L
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	169L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB 138L
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189L	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB 170L

1. L=Labeled 表示 DLPCBs 分子式中 12 個 ^{12}C 原子全部被標幟成 ^{13}C 。

表二 待測物及同位素標幟標準品溶液

成分	IUPAC	濃度(ng/mL)
待測物		
3,4,4',5-TeCB	81	40
3,3',4,4'-TeCB	77	40
2,3,3',4,4'-PeCB	105	40
2,3,4,4',5-PeCB	114	40
2,3',4,4',5-PeCB	118	40
2',3,4,4',5-PeCB	123	40
3,3',4,4',5-PeCB	126	40
2,3,3',4,4',5-HxCB	156	40
2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	40
2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	40
3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	40
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	40
內標準溶液 (Internal Standard Solution)		
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB	81L	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB	77L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB	105L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB	114L	50
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB	118L	50
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB	123L	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB	126L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB	156L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	157L	50
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	167L	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	169L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189L	50
回收標準溶液(Recovery Standard Solution)		
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TeCB	70L	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB	111L	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5-HpCB	170L	50

表三 起始檢量校正標準溶液組成一覽表濃度

待測物	IUPAC	溶液濃度(pg/ μ L)						
		CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6	CS7
3,4,4',5-TeCB	81	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
3,3',4,4'-TeCB	77	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3,3',4,4'-PeCB	105	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3,4,4',5-PeCB	114	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3',4,4',5-PeCB	118	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2',3,4,4',5-PeCB	123	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
3,3',4,4',5-PeCB	126	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5-HxCB	156	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	0.1	0.5	2.0	10	40	200	800
內標準品								
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5-TeCB	81L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB	77L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB	105L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5-PeCB	114L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5-PeCB	118L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5-PeCB	123L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5-PeCB	126L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5-HxCB	156L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	157L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	167L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	169L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189L	50	50	50	50	50	50	50
回收標準品								
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TeCB	70L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB	111L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	50	50	50	50	50	50	50
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5'-HpCB	170L	50	50	50	50	50	50	50

表四 DLPCBs 待測物和 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物之監測離子群

監測群	質量 m/z^1	m/z 型式	簡稱
1	289.9224	M	Cl-4 PCB
	291.9194	M+2	Cl-4 PCB
	292.9824	Lock Mass ²	PFK
	301.9626	M	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-4 PCB
	303.9597	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-4 PCB
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
2	325.8804	M+2	Cl-5 PCB
	327.8775	M+4	Cl-5 PCB
	330.9792	Lock Mass ²	PFK
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
	371.8817	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	373.8788	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
3	359.8415	M+2	Cl-6 PCB
	361.8385	M+4	Cl-6 PCB
	368.9760	Lock Mass ²	PFK
	371.8817	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	373.8788	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	405.8428	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB
	407.8398	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB
4	393.8025	M+2	Cl-7 PCB
	395.7995	M+4	Cl-7 PCB
	404.9760	Lock Mass ²	PFK
	405.8428	M+2	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB
	407.8398	M+4	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB

1. 原子量:

$$\begin{aligned} \text{H} &= 1.007825 & \text{C} &= 12.00000 & ^{13}\text{C} &= 13.003355 & \text{F} &= 18.9984 \\ \text{O} &= 15.994915 & ^{35}\text{Cl} &= 34.968853 & ^{37}\text{Cl} &= 36.965903 \end{aligned}$$

2. 氣相層析質譜分析時用以監測儀器系統穩定度之設定離子

表五 DLPCBs 離子強度比之品管範圍

C1 原子數	離子型態	理論比值	管制值	
			下限	上限
4	M/M+2	0.77	0.65	0.89
5	M+2/M+4	1.55	1.32	1.78
6	M+2/M+4	1.24	1.05	1.43
7	M+2/M+4	1.04	0.88	1.20

表六 世界衛生組織毒性當量因子 WHO-TEF(WHO Toxicity Equivalency Factor)

化 合 物	簡 稱	WHO(2005)毒性 當量因子
3,4,4',5-Tetrachlorobiphenyl	PCB-81	0.0003
3,3',4,4'-Tetrachlorobiphenyl	PCB-77	0.0001
2,3,3',4,4'-Pentachlorobiphenyl	PCB-105	0.00003
2,3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB-114	0.00003
2,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB-118	0.00003
2',3,4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB-123	0.00003
3,3',4,4',5-Pentachlorobiphenyl	PCB-126	0.1
2,3,3',4,4',5-Hexachlorobiphenyl	PCB-156	0.00003
2,3,3',4,4',5'-Hexachlorobiphenyl	PCB-157	0.00003
2,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	PCB-167	0.00003
3,3',4,4',5,5'-Hexachlorobiphenyl	PCB-169	0.03
2,3,3',4,4',5,5'-Heptachlorobiphenyl	PCB-189	0.00003

表七 起始精密度與回收率、空白基質添加標準品及樣品內標準品回收率規範

待測物	起始精密度與回收率		空白基質添加標準品 %	真實樣品內標準品回收率 (%)
	X (%)	RSD (%)		
3,4,4',5-TeCB	60-140	40	50-150	
3,3',4,4'-TeCB	60-140	40	50-150	
2,3,3',4,4'-PeCB	60-140	40	50-150	
2,3,4,4',5-PeCB	60-140	40	50-150	
2,3',4,4',5-PeCB	60-140	40	50-150	
2',3,4,4',5-PeCB	60-140	40	50-150	
3,3',4,4',5-PeCB	60-140	40	50-150	
2,3,3',4,4',5-HxCB	60-140	40	50-150	
2,3,3',4,4',5'-HxCB	60-140	40	50-150	
2,3',4,4',5,5'-HxCB	60-140	40	50-150	
3,3',4,4',5,5'-HxCB	60-140	40	50-150	
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	60-140	40	50-150	
內標準品				
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	35-135	50	30-140	25-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	35-135	50	30-140	25-150

註1：空白基質添加標準品濃度參考表二，添加量為 10 μL。

註2：空白參考基質樣品請參考四、(十六)。

表八 起始檢量校正精密度相對感應因子及日績效查核品管規範

待測物	起始檢量校正 RSD	日績效查核 回收率 (%)
3,4,4',5-TeCB	20	70-130
3,3',4,4'-TeCB	20	70-130
2,3,3',4,4'-PeCB	20	70-130
2,3,4,4',5-PeCB	20	70-130
2,3',4,4',5-PeCB	20	70-130
2',3,4,4',5-PeCB	20	70-130
3,3',4,4',5-PeCB	20	70-130
2,3,3',4,4',5-HxCB	20	70-130
2,3,3',4,4',5'-HxCB	20	70-130
2,3',4,4',5,5'-HxCB	20	70-130
3,3',4,4',5,5'-HxCB	20	70-130
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	20	70-130
內標準品		
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	25	50-150
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	25	50-150

表九 DLPCBs 內標準品及基質添加標準品回收率及精密度 (RSD) 結果

待測物	IUPAC	回收率(%)	相對標準偏差 N=12
3,4,4',5-TeCB	81	104	11
3,3',4,4'-TeCB	77	106	9
2,3,3',4,4'-PeCB	105	111	13
2,3,4,4',5-PeCB	114	107	8
2,3',4,4',5-PeCB	118	111	9
2',3,4,4',5-PeCB	123	105	10
3,3',4,4',5-PeCB	126	107	8
2,3,3',4,4',5-HxCB	156	112	8
2,3,3',4,4',5'-HxCB	157	110	5
2,3',4,4',5,5'-HxCB	167	112	6
3,3',4,4',5,5'-HxCB	169	108	7
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189	108	7
內標準品			N=136
¹³ C ₁₂ -3,4,4',5-TeCB	81L	60	24
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4'-TeCB	77L	58	28
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4'-PeCB	105L	55	28
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4',5-PeCB	114L	62	23
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5-PeCB	118L	69	23
¹³ C ₁₂ -2',3,4,4',5-PeCB	123L	71	16
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5-PeCB	126L	61	27
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5-HxCB	156L	71	17
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5'-HxCB	157L	73	16
¹³ C ₁₂ -2,3',4,4',5,5'-HxCB	167L	74	21
¹³ C ₁₂ -3,3',4,4',5,5'-HxCB	169L	57	25
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB	189L	76	15