

# 矽膠淨化法

中華民國 101 年 12 月 26 日環署檢字第 1010118447 號公告

自中華民國 102 年 3 月 31 日生效

NIEA M183.01C

## 一、方法概要

本方法提供使用矽膠 (Silica Gel) 之標準淨化管柱技術及固相萃取管匣方式來做淨化。矽膠是由矽酸鈉和硫酸反應而生成之弱酸性非結晶狀矽酸，具有吸附作用能被使用在淨化管柱中之填充物，以分離與待測物化學極性不同之干擾物。它可以在 150~160°C 加熱活性化後或以 10% 之水去活性化方式來使用。通常，標準淨化管柱是使用較大量的吸附劑，因此有較大的淨化容量。

標準淨化管柱的淨化方式是將管柱內充填所須要的吸附劑，並於管柱頂端加入水吸附劑。將樣品萃液移入淨化管柱內，再以適當之溶劑沖提淨化管柱，使干擾物質留在淨化管內，必要時沖提液再經適當之濃縮定容。

固相萃取管匣是使用 1 g 或 2 g 之固體狀矽膠當吸附劑，使用每一支吸附管前應以溶劑先潤洗之，將樣品萃液移入，再以適當之溶劑沖提之。使用真空固相萃取裝置可得到較佳的重複分析結果。沖提液經濃縮定容後使用氣相層析儀分析之。

## 二、適用範圍

本方法提供以標準淨化管柱淨化樣品萃液中含有多環芳香碳氫化合物、酚類衍生物、有機氯農藥、多氯聯苯類化合物之淨化程序。

本方法同時提供以固相萃取管匣技術淨化樣品萃液中含有溴化五氟之酚類衍生物 (Pentafluorobenzyl bromide-derivatized)、有機氯農藥、多氯聯苯類化合物之淨化程序。此淨化程序提供從有機氯農藥中分離多氯聯苯的最好淨化方法，當僅分析多氯聯苯時，此方法可與「硫酸/高錳酸鉀淨化法」合併使用。

其他分析物如果回收率分析結果符合本方法九、品質管制之規定時，亦可使用本方法進行淨化處理。

## 三、干擾

- (一) 使用本方法需同時進行方法空白，以監測干擾的程度。
- (二) 某些萃取管匣可能造成鄰苯二甲酸酯類之污染，因此淨化管柱及或萃取管匣應採用較為穩定之玻璃或鐵氟龍材質以避免污染。對於所有方法之分析物而言，鄰苯二甲酸酯類之污染大部份來自於塑膠容器所造成。
- (三) 除了被列在方法上之干擾去除方式外，試劑的純化可能是必須之步驟。

#### 四、設備

- (一) 淨化管柱：300 mm × 10 mm (內徑) 附鐵氟龍栓。不得使用多孔性玻璃濾片。(註 1)
- (二) 燒杯
- (三) 試劑瓶
- (四) 高溫爐：可控溫在 400 °C。
- (五) 濃縮裝置 (K-D 裝置或減壓濃縮裝置)
- (六) 樣品瓶 (Vials)：2 mL、10 mL 及 25 mL，附內襯鐵氟龍片之螺旋瓶蓋或夾壓式密封蓋。
- (七) 真空固相萃取裝置 (Vacuum manifold)：以固相萃取管匣進行淨化時使用。裝置包括：玻璃製的真空容器、萃取收集架及收集管或收集瓶、可更換之不銹鋼傳送管、真空閥與真空錶。建議使用 VacElute Manifold SPS-24 (Analytichem International) 或 Visiprep (Supelco, Inc.) 或同級品。  
本裝置被連接至真空幫浦或水幫浦再外接有 500 mL 真空瓶之抽氣口上。
- (八) 上皿天平：可秤至 0.01 g。
- (九) 分析天平：可精秤至 0.0001 g。

#### 五、試劑

所有分析用的試藥必須為分析級試藥，其他等級之試藥亦可被使用，但應為高級且不影響到分析結果之準確度為原則。

- (一) 不含有機物試劑水。
- (二) 無水硫酸鈉。註(2)

(三) 矽膠：淨化管柱用，100/200 篩目（使用 Davision chemical grade 923 或同級品）。

1. 活化矽膠：使用於酚類及多環芳香碳氫化合物之淨化，使用前將矽膠置於玻璃容器內覆上鋁箔，在 130°C 下烘乾至少 16 小時使活化之。

2. 去活化矽膠：使用於有機氯農藥及多氯聯苯之淨化，使用前將矽膠置於玻璃容器內覆上鋁箔，在 130°C 下烘乾至少 16 小時使活化之。去活化程序為，在 500 mL 試藥瓶中置入適量以活化之矽膠，小心加入試劑水調整使其含水率為 3.3%，充分混合試劑水及矽膠並放置 6 小時使達平衡，保存於緊密之試藥瓶中並放置於玻璃製乾燥器中。

(四) 矽膠固相萃接管匣：使用粒徑 40  $\mu\text{m}$ 、孔徑 60Å 之矽膠。萃接管匣為容量 6 mL 之血清學級聚丙烯管，管內充填 1 g 之矽膠，上下處以孔徑 20  $\mu\text{m}$  之聚乙烯或不銹鋼濾膜支撐固定。也可使用 0.5 g 或 2.0 g 之矽膠，但使用 1 g 以外之規格時其沖提之溶劑量必須先確認後才能使用。

(五) 沖提溶劑：所有使用之溶劑應為殘量級或同級品。

1. 乙醚：無過氧化物存在（以 EM Quant 或同級品測試片測試）。若有過氧化物存在則必須去除，淨化後於每升乙醚中加 20 mL 乙醇保存。

2. 正戊烷、正己烷、甲苯、環己烷、丙酮、異丙醇、二氯甲烷。

## 六、採樣與保存

參考各化合物之檢測方法

## 七、步驟

(一) 本步驟包括標準淨化管柱及固相萃取吸附管的淨化方式。一般而言，淨化管柱的淨化比固相萃取吸附管充填較大量的矽膠，因此有較大的淨化容量，通常 1 g 吸附劑可以去除 10~30 mg 之干擾物質（吸附容量仍應依干擾物質特性而定）。樣品有較高干擾時需使用標準淨化管柱淨化，此兩種淨化方式對於干擾物質的去除量都有所限制。

1. 樣品的干擾若是由高沸點物質造成，則使用本方法淨化前應先使用「膠滲透淨化法（NIEA M184）」。如果干擾是由於與分析物有相同沸點範圍，但極性較高時，則須使用多次淨

化管柱或固相萃取吸附管淨化。有機氯系農藥與多氯聯苯檢測之另外淨化可參考「硫酸/高錳酸鉀淨化法(NIEA M187)」。假如在萃液內可看到硫晶體或懷疑硫存在時，則淨化時先行使用「去硫淨化法(NIEA M186)」。

2. 如果樣品萃液經過冷藏時須先放至室溫，並檢視萃液不應產生沉澱、相分層或蒸發之現象。如萃液內可看到硫晶體或懷疑硫存在時，則淨化時先行使用「去硫淨化法」處理。
3. 淨化前需將樣品萃液置換為正己烷（對於多環芳香碳氫化合物，則為環己烷），並將體積濃縮至 2 mL。

## (二) 標準淨化管柱淨化

### 1. 多環芳香碳氫化合物

- (1) 淨化前先將樣品萃液置換為環己烷，置換方式為加入 4 mL 環己烷，接上兩球小型史耐得管濃縮至 1~2 mL，最後定量至 2.0 mL。濃縮時溶劑體積降到 1 mL 以下時，分析物可能漏失，如濃縮到乾時必須重新執行萃取步驟。
- (2) 準備 10 g 已活化矽膠浸泡於少量二氯甲烷中，小心移入淨化管柱內俟矽膠顆粒沉降後，加入 1~2 公分高之無水硫酸鈉，以二氯甲烷流洗之。
- (3) 以 40 mL 正戊烷預洗管柱，調整流洗速率約 2 mL/min。丟棄此預洗液，當硫酸鈉層剛好曝露於空氣中時轉移 2 mL 之樣品萃液至管柱中，並多加 2 mL 之環己烷清洗樣品瓶使轉移完全。於硫酸鈉層剛好曝露於空氣前，再加 25 mL 正戊烷沖提管柱，丟棄此部分的沖提液。
- (4) 續以 25 mL 的二氯甲烷/正戊烷 (2/3, v/v) 溶液沖提管柱，沖提液收集至濃縮裝置之燒瓶中（如已接有 10 mL 濃縮管之 500 mL K-D 瓶）。濃縮沖提液並調整至所需要的體積 (1~10 mL)。待分析之。本沖提出來的化合物如下：

蒽 (Acenaphthene)

蒽烯 (Acenaphthylene)

蔥 (Anthracene)

苯(a)并蔥 (Benzo(a)anthracene)

苯(a)并蒽 ( Benzo(a)pyrene )

苯(b)苯駢蒽 ( Benzo(b)fluoranthene )

苯(g,h,i)芘 ( Benzo(g,h,i)perylene )

苯(k)苯駢蒽 ( Benzo(k)fluoranthene )

<sup>++</sup>  
屈 Chrysene

二苯(a,h)駢蒽 ( Dibenz(a,h)anthracene )

苯駢蒽 ( Fluoranthene )

芴 ( Fluorene )

茛(1,2,3-cd)芘 ( Indeno(1,2,3-cd) pyrene )

萘 ( Naphthalene )

菲 ( Phenanthrene )

蒽 ( Pyrene )

## 2. 酚類衍生物

- (1) 酚類之溴化五氟苜 ( 簡稱 PFBBr ) 衍生化步驟如「土壤及事業廢棄物中酚類檢驗方法 ( NIEA M614 ) 」所述，淨化前須將樣品萃液置換為正己烷，並將體積濃縮至 2 mL。
- (2) 將 4 g 已活化矽膠置於淨化管柱內，再於矽膠上端加入 2 g 之無水硫酸鈉。
- (3) 以 6 mL 正己烷預洗管柱，調整流洗速率約 2 mL/min。丟棄此預洗液，當硫酸鈉層剛好曝露於空氣中時轉移 2 mL 之酚類衍生物樣品或標準品至管柱中。於硫酸鈉層剛好曝露於空氣前，以 10 mL 正己烷沖提管柱，丟棄此部分的沖提液。
- (4) 依下述順序沖提管柱：
  - 第一部分：以 10.0 mL 的甲苯/正己烷 ( 15/85 ) 溶液沖提。
  - 第二部分：以 10.0 mL 的甲苯/正己烷 ( 40/60 ) 溶液沖提。
  - 第三部分：以 10.0 mL 的甲苯/正己烷 ( 75/25 ) 溶液沖提。

第四部分：以 10.0 mL 的異丙醇/甲苯（15/85）溶液沖提。

各部分沖提液中所含酚類之衍生物如表一。由分析物種及干擾情形可考慮合併收集，以「廢棄物中酚類之檢驗方法」分析之。

### 3.有機氯農藥及多氯聯苯

- (1)將 3 g 已活化矽膠置於淨化管柱內，再於矽膠上端加入 1~2 公分高之無水硫酸鈉。
- (2)緩慢加 10 mL 正己烷於管柱頂端使硫酸鈉及矽膠濕潤併驅除空氣泡，當硫酸鈉層剛好曝露於空氣中前，關閉管柱活栓，丟棄此預洗液。
- (3)轉移 2 mL 之樣品萃液至管柱中，以 1~2 mL 之正己烷清洗樣品瓶兩次併同移至管柱內。於硫酸鈉層剛好曝露於空氣前，以 80 mL 正己烷第一次沖提管柱，調整流洗速率約 5 mL/min，沖提液收集至燒瓶中待濃縮之；再以 50 mL 正己烷第二次沖提管柱並收集待濃縮之；最後以 15 mL 二氯甲烷第三次沖提管柱並收集待濃縮之。

各次沖提液中所含有機氯農藥及多氯聯苯成份如表二。

- (4)依有機氯農藥或多氯聯苯之分析成份及干擾程度，決定各次沖提液是分段或合併收集。

大多數的多氯聯苯化合物在第一次即被出來沖提，以氣相層析儀分析前溶劑必須被置換成正己烷。

## (三) 固相萃取管匣淨化

### 1.固相萃取管匣之設定與狀況調整

- (1)將含 1 g 矽膠之固相萃取管匣（酚類使用 2 g 之矽膠）裝設於已將閥門關閉之真空固相萃取裝置上。

其他克數亦可被使用，但本方法之表中所列的分析結果除酚類為 2 g 外，其餘都以含 1 g 矽膠之固相萃取管匣執行。

- (2)打開真空幫浦並將真空度設定在 254 mmHg，不要超過製造廠商之建議值。以吸附管控制閥門調整流速。

- (3)每支萃取管匣內加入 4 mL 正己烷，慢慢打開閥門使正己烷浸透吸附劑，並使數滴之正己烷流過管匣以趕走空氣泡，關閉閥門使正己烷浸泡吸附管 5 分鐘，不可關閉真空幫浦。
- (4)緩慢打開閥門使正己烷流過管匣，當正己烷液面距吸附劑上約剩下 1 mm 高時關閉閥門。不要使吸附劑乾掉，否則重新執行上述步驟。

## 2. 酚類衍生物

- (1)酚類之溴化五氟苄衍生化步驟如「廢棄物中酚類之檢驗方法」所述，淨化前須將樣品萃液置換為正己烷，並將體積濃縮至 2 mL。
- (2)轉移樣品萃液至 2 g 之矽膠萃取管匣，打開閥門調整流速約 2 mL/min 使萃液通過萃取管匣。
- (3)當萃液通過且在吸附劑曝露於空氣之前，取 0.5 mL 正己烷潤洗樣品瓶並移入萃取管匣，使樣品轉移完全。
- (4)在溶劑剛好通過萃取管匣後，關閉萃取管匣閥門及真空幫浦，確信不使吸附劑乾掉。
- (5)將 5 mL 樣品瓶或定量瓶放在萃取管匣下收集口。使萃取裝置內不銹鋼傳送管對應每一收集之樣品瓶。
- (6)加 5 mL 正己烷於萃取管匣內，打開真空幫浦並調整真空度在 254 mmHg，輕開閥門瞬間使正己烷滴入管匣並浸泡約 1 分鐘後，再緩慢打開閥門收集沖提液並丟棄之。如果萃取管匣內矽膠少於 2 g，則此沖提液可能含有一些酚類應保留待分析。
- (7)關閉萃取管匣閥門，更換樣品瓶或定量瓶，加 5 mL 甲苯/正己烷 ( 25/75 ) 溶液於萃取管匣內，緩慢打開閥門並收集沖提液。此第二部份沖提液保留以供分析用。
- (8)收集之沖提液依「土壤及事業廢棄物中半揮發性/非揮發性有機物檢測樣品製備方法總則 (NIEA M151)」定量到適當體積 (1~10 mL)，淨化後依「土壤及事業廢棄物中酚類檢驗方法」分析。表三顯示使用 2 g 之矽膠萃取吸附管之結果。

3.有機氯農藥及多氯聯苯樣品萃液中已知含有多氯聯苯存在時，應使用矽膠萃取管匣。

- (1)淨化前須將樣品萃液置換為正己烷，並將體積濃縮至 2 mL。
- (2)依（三）1、所述使用 1 g 之矽膠萃取管匣。
- (3)轉移樣品萃液至萃取管匣，打開閥門調整流速約 2 mL/min 使萃液通過萃取管匣。
- (4)當萃液通過且在吸附劑曝露於空氣之前，取 0.5 mL 正己烷潤洗樣品瓶並移入吸附管柱，使樣品轉移完全。
- (5)在溶劑剛好通過萃取管匣後，關閉萃取管匣閥門及真空幫浦，確信不要使吸附劑乾掉。
- (6)將 5 mL 樣品瓶或定量瓶放在吸附管下收集口。使萃取裝置內不銹鋼傳送管對應每一收集之樣品瓶。
- (7)加 5 mL 正己烷於萃取管匣內，打開真空幫浦並調整真空度在 254 mmHg，輕開閥門瞬間使正己烷滴入管匣並浸泡約 1 分鐘後，再緩慢打開閥門收集第一部分沖提液。
- (8)關閉萃取管匣閥門，更換樣品瓶或定量瓶，加 5 mL 乙醚/正己烷（50/50）溶液於吸附管內，緩慢打開閥門並收集第二部分沖提液。
- (9)收集之兩部分沖提液分別定量到適當體積（1~10 mL），依「土壤及事業廢棄物中有機氯農藥檢測方法（NIEA M618）」及「土壤及事業廢棄物中多氯聯苯檢測方法，（NIEA M619）」分析。表四顯示使用 1 g 之矽膠萃取管匣之結果。

## 八、結果處理

略

## 九、品質管制

- （一）參考各檢測方法中品質管制之步驟。
- （二）使用本方法前，必須先測試試劑空白及檢查淨化管柱或固相萃取管匣是否會干擾到分析物，確認干擾程度須低於方法偵測極限才可以。

(三) 分析者在分析真實樣品前須先確認待測化合物之回收率是否符合品管規定，可接受之回收率見附表，對於未被測試之化合物其回收率必須大於或等於 85%。

1. 樣品以固相萃取管匣淨化時，必須確定其萃取管匣的效率，回收率之查核可藉由分析已知濃度之標準品。只有當此批萃取管匣經由添加回收試驗通過要求時，才可使用在樣品之淨化。

2. 每同一批（小於 300 支）或每 300 支萃取管匣即須做一次淨化效率之查核。

(四) 使用本方法時，品管樣品應與真實樣品同時經過淨化步驟。

#### 十、精密度與準確度

表一至表四顯示各類化合物在淨化管柱或固相萃取吸附管之回收率。

#### 十一、參考資料

- (一) U.S.EPA, Silica gel Cleanup. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical. Methods 3630C, 1996.
- (二) U.S.EPA, Cleanup. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical. Methods 3600C, 1995.
- (三) U.S.EPA, 40 CFR Part 136, Gridelines Establishing Test Procedures for the Analysis of Pollutants Under the Clean Water Act; Final Rule and Interim Final Rule and Proposed Rule, Oct. 26, 1984.
- (四) U.S.EPA, 40 CFR Part 136, Methods for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater. Method 604, 1984.
- (五) U.S.EPA, Sulfuric Acid/Permanganate Cleanup. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical. Methods 3665A, 1995.
- (六) U.S.EPA, Evaluation of Sample Extract Cleanup Using Solide-Phase Extraction Cartridges, Project Report, Dec. 1989.

註 1：無多孔玻璃片淨化管柱，充填少量 Pyrex 玻璃綿以留住吸附劑。管柱充填吸附劑之前，先以 50 mL 丙酮沖洗管柱，續以 50 mL 沖提液預洗。

註 2：若有需要純化無水硫酸鈉（粒狀）時可置於淺盤中於 400°C 加熱 4 小時；或以二氯甲烷預洗硫酸鈉純化之。

表一 酚類之溴化五氟苄衍生物矽膠淨化管柱淨化各段沖提之回收率

化合物名稱	第一段沖提回收率,%	第二段沖提回收率,%	第三段沖提回收率,%	第四段沖提回收率,%
2-氯酚		90	1	
2-硝基酚			9	90
酚		90	10	
2,4-二甲基酚		95	7	
2,4-二氯酚		95	1	
2,4,6-三氯酚	50	50		
4-氯-3-甲基酚		84	14	
五氯酚	75	20		
4-硝基酚			1	90

沖提液組成：

第一段沖提 甲苯/正己烷 (15/85) 溶液。

第二段沖提 甲苯/正己烷 (40/60) 溶液。

第三段沖提 甲苯/正己烷 (75/25) 溶液。

第四段沖提 異丙醇/甲苯 (15/85) 溶液。

資料來源：參考資料 (四) 美國環保署方法 604。

表二 有機氯農藥與多氯聯苯在矽膠淨化管柱各段沖提之回收率

化合物名稱	第一段沖提回收率%		第二段沖提回收率%		第三段沖提回收率%		總回收率,%	
	濃度--1	濃度--2	濃度--1	濃度--2	濃度--1	濃度--2	濃度--1	濃度--2
$\alpha$ -蟲必死					82(1.7)	74(8.0)	82(1.7)	74(8.0)
$\beta$ -蟲必死					107(2.1)	98(12.5)	107(2.1)	98(12.5)
靈丹					91(3.6)	85(10.7)	91(3.6)	85(10.7)
$\delta$ -蟲必死					92(3.5)	83(10.6)	92(3.5)	83(10.6)
飛佈達	109(4.1)	118(8.7)					109(4.1)	118(8.7)
阿特靈	97(5.6)	104(1.6)					97(5.6)	104(1.6)
環氧飛佈達					95(4.7)	88(10.2)	95(4.7)	88(10.2)
氣丹工業級	14(5.5)	22(5.3)	19(6.8)	39(3.6)	29(5.0)	37(5.1)	62(3.3)	98(1.9)
安殺番I					95(5.1)	87(10.2)	95(5.1)	87(10.2)
4,4'-滴滴依	86(5.4)	94(2.8)					86(5.4)	94(2.8)
地特靈					96(6.0)	87(10.6)	96(6.0)	87(10.6)
安特靈					85(10.5)	71(12.3)	85(10.5)	71(12.3)
安殺番II					97(4.4)	86(10.4)	97(4.4)	86(10.4)
4,4'-滴滴滴					102(4.6)	92(10.2)	102(4.6)	92(10.2)
安特靈醛					81(1.9)	76(9.5)	81(1.9)	76(9.5)
安殺番硫酸鹽					93(4.9)	82(9.2)	93(4.9)	82(9.2)
4,4'-滴滴涕			86(13.4)	73(9.1)	15(17.7)	8.7(15.0)	101(5.3)	82(23.7)
4,4'-甲氧滴滴涕					99(9.9)	82(10.7)	99(9.9)	82(10.7)
毒殺芬			15(2.4)	17(1.4)	73(9.4)	84(10.7)	88(12.0)	101(10.1)
多氯聯苯Ac1016	86(4.0)	87(6.1)					86(4.0)	87(6.1)
多氯聯苯Ac1260	91(4.1)	95(5.0)					91(4.1)	95(5.0)

a：沖提液組成：第一段 80 mL 正己烷、第二段 50 mL 正己烷、第三段 15 mL 二氯甲烷。

b：濃度--1 組成：含量為 0.5  $\mu\text{g}$  有蟲必死類、飛佈達、阿特靈、環氧飛佈達及安殺番 I。

(每支管柱)含量為 1.0  $\mu\text{g}$  有地特靈、安殺番 II、4,4'-滴滴滴、4,4'-滴滴依、4,4'-滴滴涕、安特靈、安特靈醛及安殺番硫酸鹽。含量為 5.  $\mu\text{g}$  有 4,4'-甲氧滴滴涕及工業級氣丹。含量為 10  $\mu\text{g}$  有毒殺芬、多氯聯苯 Ac-1016 及多氯聯苯 Ac-1260。

c：濃度--2 組成：每支管柱添加量為濃度--1 組成之 10 倍。

d：本表是三次測值之平均回收率，括弧內之數字代表標準偏差，回收率小於 5 % 者不計。

e：濃度--1 與濃度--2 測試之標準品係溶於 2 mL 正己烷中。

f： $\alpha$ -蟲必死、4,4'-滴滴滴、4,4'-滴滴涕及毒殺芬以矽膠淨化時，發現每批測值都有差異，且會同時存在兩個沖提部分，其再現性也很差。

表三 十八種酚類化合物以 2 g 矽膠固相萃尿管匣淨化之回收率

化合物名稱	第二段沖提平均回收率, %	相對標準偏差%
酚	74.1	5.2
2-甲基酚	84.8	5.2
3-甲基酚	86.4	4.4
4-甲基酚	82.7	5
2,4-二甲基酚	91.8	5.6
2-二氯酚	88.5	5
2,6-二氯酚	90.4	4.4
4-氯-3-2甲基酚	94.4	7.1
2,4-二氯酚	94.5	7
2,4,6-三氯酚	97.8	6.6
2,3,6-三氯酚	95.6	7.1
2,4,5-三氯酚	92.3	8.2
2,3,5-三氯酚	92.3	8.2
2,3,5,6-四氯酚	97.5	5.3
2,3,4,6-四氯酚	97	6.1
2,3,4-三氯酚	72.3	8.7
2,3,4,5-四氯酚	95.1	6.8
五氯酚	96.2	8.8

本處資料係使用 Supelco, Inc. 之 2 g 矽膠固相萃尿管匣，使用前先以 4 mL 正己烷流洗，第一段以 5 mL 正己烷沖提並丟棄之，第二段以 5 mL 甲苯/正己烷 (25/75) 溶液沖提並收集供分析。每次測試都進行二重覆試驗及三個添加濃度（每支萃尿管柱之各成份為 0.05  $\mu\text{g}$ 、0.2  $\mu\text{g}$  及 0.4  $\mu\text{g}$ ）。資料來源見參考資料（六）。

表四 十七種有機氯農藥及多氯聯苯以固相萃取管匣淨化之回收率

化合物名稱	第一段沖提		第二段沖提	
	平均回收率	相對偏差	平均回收率	相對偏差
$\alpha$ -蟲必死	0		98.7	2.3
靈丹	0		94.8	1.9
$\beta$ -蟲必死	0		94.3	3
飛佈達	97.3	1.3	0	
$\delta$ -蟲必死	0		90.8	2.5
阿特靈	95.9	1	0	
環氧飛佈達	0		97.9	2.1
安殺番I	0		102	2.3
4,4'-滴滴依	99.9	1.7	0	
地特靈	0		92.3	2
安特靈	0		117	2.6
4,4'-滴滴滴	10.7	41	92.4	3.3
安殺番II	0		96	2.2
4,4'-滴滴涕	94.1	2	0	
安特靈醛	0		59.7	2.6
安殺番硫酸鹽	0		97.8	2.1
4,4'-滴滴涕	0		98	2.4
多氯聯苯Ac1016	124			
多氯聯苯Ac1221	93.5			
多氯聯苯Ac1232	118			
多氯聯苯Ac1242	116			
多氯聯苯Ac1248	114			
多氯聯苯Ac1254	108			
多氯聯苯Ac1264	112			

資料係使用 Supelco, Inc. lot SP 0161 之矽膠固相萃取管柱，使用前先以 4 mL 正己烷流洗，有機氯農藥與多氯聯苯是被分別測試。有機氯農藥每次測試都進行二重覆試驗、及三個添加濃度（每支萃取管匣之各成份為 0.2  $\mu\text{g}$ 、1.0  $\mu\text{g}$  及 2.0  $\mu\text{g}$ ），第一段以 5 mL 正己烷沖提，第二段以 5 mL 乙醚/正己烷（50/50）溶液沖提並收集供分析。多氯聯苯的回收率是單一試驗，每支萃取管匣之濃度為 10  $\mu\text{g}$ ，以 3 mL 正己烷沖提並收集供分析。

資料來源見參考資料（六）。