

有機氯農藥檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析／高解析質譜法

中華民國103年11月5日環署檢字第1030092801號公告

自中華民國104年2月15日生效

NIEA M905.00B

一、方法概要

本方法使用氣相層析/高解析質譜儀 (HRGC/HRMS) 分析環境基質及其他介質樣品中有機氯農藥 (Organochlorine pesticides)，樣品經由萃取、濃縮、淨化等程序，利用 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟稀釋法 (Isotope dilution method)，測定 23 種有機氯農藥之濃度。

二、適用範圍

- (一)本方法適用於測定一般環境基質之土壤、底泥、廢棄物、生物組織及其他基質樣品中六氯苯 (Hexachlorobenzene)、阿特靈 (Aldrin)、地特靈 (Dieldrin)、安特靈 (Endrin)、滴滴涕及其衍生物 (4,4'-DDT、4,4'-DDE、4,4'-DDD、2,4'-DDT、2,4'-DDE、2,4'-DDD)、可氯丹 (trans-Chlordane、cis-Chlordane)、納可氯 (trans-Nonachlor、cis-Nonachlor)、氧化可氯丹 (Oxychlordane)、飛佈達 (Heptachlor)、環氧飛佈達 (trans-Heptachlor Epoxide、cis-Heptachlor Epoxide)、滅蟻樂 (Mirex)、蟲必死 (alpha-HCH、beta-HCH、gamma-HCH (Lindane)、delta-HCH) 等化合物之含量，其名稱如表一所示。
- (二)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九、品質管制規範，以證明其具有能力產生可接受之檢測報告，各待測物之最低檢出量可參考表二。
- (三)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九、品質管制規範。
- (四)分析實驗室相關安全措施如註 1，實驗區域需定期執行擦拭試驗如註 2，相關藥品毒性及應注意事項如註 3。

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 (Baseline) 以及低訊噪比 (Signal to noise ratio)，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，依序再以試劑水、丙酮及二氯甲烷等溶劑淋洗晾乾後，使用鋁箔封口備用 (註 4)。器皿使用前以丙酮、二氯甲烷、甲苯、二氯甲烷淋洗。索氏萃取裝置在使用前需再以萃取之溶劑預先迴流至少 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有機化合物。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 5)，俾利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考慮直接丟棄，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) 廣口玻璃瓶：褐色，容量 100 mL、250 mL、500 mL，附鐵氟龍內墊螺旋蓋。
- (三) 丟棄式玻璃移液管：Pyrex 材質，10 mL、5 mL 和 1 mL。
- (四) 洗瓶：鐵氟龍材質，500 mL。
- (五) 量筒：1 L。
- (六) 樣品瓶試管：6 dram、4 dram 和 3 dram，內容量分別 24 mL、16 mL 及 12 mL，附鐵氟龍內墊螺旋蓋。
- (七) 圓 (平) 底燒瓶：Pyrex 材質，1000 mL、500 mL、250 mL，24/40 或同級品。
- (八) 梨形瓶：Pyrex 材質，50 mL，24/40 或同級品。
- (九) 鐵氟龍沸石。
- (十) 玻璃移液管切割刀。
- (十一) 索氏萃尿管：Pyrex 材質，下端規格 24/40，上端規格 50/50 或

同級品。

(十二) 索氏/Dean-Stark (SDS) 萃取器：索氏迴流並且可同時除去樣品中水分裝置參考圖（如圖一）。

(十三) 五球冷凝管：接口處規格 50/50 或同級品。

(十四) 矽膠軟管：8 × 12 mm /mm。

(十五) 藥勺：不銹鋼或鐵氟龍材質。

(十六) 玻璃血清瓶：附鐵氟龍內墊螺旋蓋。

(十七) 丟棄式玻璃滴管：9 英吋長。

(十八) 矽膠帽：1~2 mL。

(十九) 乾燥器 (Desiccator)。

(二十) 玻璃漏斗：125 mL、250 mL。

(二十一) 布氏漏斗：15 cm 內徑。

(二十二) 錐形瓶：2 L 過濾用。

(二十三) 濾筒：43 × 123 mm/mm、25 × 90 mm/mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。

(二十四) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D，直徑 142 mm 或同級品。

(二十五) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50，直徑 142 mm、0.5 μm 孔徑或同級品。

(二十六) 天平：

1. 精密天平：可精秤至 0.1mg。

2. 電子天平：可精秤至 10 mg。

(二十七) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。

(二十八) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。

- (二十九)烘箱：溫度可達 400°C，並可維持工作溫度 110±5°C。
- (三十)均質機 (Tissue homogenizer)
- (三十一)搗碎機 (Meat grinder)：3~5 mm 孔徑。
- (三十二)切碎機：Ropot coupt R-5 plus 5 L 或同級品。
- (三十三)磁子攪拌裝置。
- (三十四)冷凍乾燥機。
- (三十五)水浴槽：可加熱至 90°C，溫度可控制在±2°C 以內者。
- (三十六)膠滲透淨化系統 (Gel-Permeation cleanup, GPC)：Waters，
Envirogel GPC Cleanup Column，15 µm, 19 mm × 300 mm 或同
級品，系統耐壓 300 psi 以上，流量 5 mL/min。
- (三十七)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
昇溫條件。
 - 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：30 m (長度)× 0.25 mm (內徑)×0.25
µm (膜厚) DB-1701 管柱或同級品。
- (三十八)質譜儀：解析度 8000 以上，穩定度 ±5 ppm。

五、試劑

- (一)試劑水：不含有機物質之去離子水。
- (二)正己烷：殘量級。
- (三)甲苯：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)環己烷：殘量級。

(九)十三烷：殘量級。

(十)硫酸：試藥級。

(十一)無水硫酸鈉 (Sodium sulfate, anhydrous)：粒狀，試藥級。使用前以二氯甲烷淋洗或以二氯甲烷淋洗並烘乾後，儲存於附鐵氟龍內墊螺旋蓋之乾淨玻璃瓶容器備用。

(十二)矽酸鎂管柱：1000 mg/6 mL，JT-Baker；或同級品。

(十三)參考介質 (Reference matrices) 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.固相樣品：以沙質 (Playground sand) 為參考介質，使用前以二氯甲烷預先萃取除去雜質。
- 2.紙質樣品：以玻璃纖維濾紙 (Gelman type A) 或同級品為參考介質。

上述參考介質或其他依本方法進行完整前處理分析程序之參考介質經檢測若未含有機氯農藥時亦可適用，如果背景值有檢測出有機氯農藥，則依九、(二)節所述其待測物之添加量與背景值比 (Spike to background ratio)，可酌量增加一至五倍之範圍，以進行起始精密度與回收率測試。

(十四)氮氣 (N₂)：純度 99.99% 以上。

(十五)氦氣 (He)：純度 99.9995% 以上。

(十六)GPC 校正溶液：參考本署公告「膠滲透淨化法 NIEA M184」配製或使用市售品。

(十七)同位素標幟標準溶液 (註 6)：

- 1.內標準儲備溶液 (Internal stock standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之有機氯農藥共二十一種同

位素標幟內標準儲備溶液。亦可使用市售已製備好之內標準儲備溶液。

2. 內標準工作溶液 (Internal working standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之有機氯農藥共二十一種同位素標幟內標準工作溶液。亦可使用市售已製備好之內標準工作溶液。
3. 回收標準儲備溶液 (Recovery stock standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 4,4'-DiCB-¹³C₁₂、2,3',4',5-TetraCB-¹³C₁₂ 共二種同位素標幟回收標準儲備溶液。亦可使用市售已製備好之回收標準儲備溶液。
4. 回收標準工作溶液 (Recovery working standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 4,4'-DiCB-¹³C₁₂、2,3',4',5-TetraCB-¹³C₁₂ 共二種同位素標幟回收標準工作溶液。亦可使用市售已製備好之回收標準工作溶液。

(十八) 精密度與回收率儲備標準溶液 (Precision and recovery stock standard solution)：以正壬烷配製內含表四所示參考濃度之所有待測物共二十三種之有機氯農藥儲備標準品。亦可使用市售已製備好之儲備標準溶液。

(十九) 精密度與回收率工作標準溶液 (Precision and recovery working standard solution)：以正壬烷配製內含表四所示參考濃度之所有待測物共二十三種有機氯農藥工作標準品。亦可使用市售已製備好之工作標準溶液。

(二十) 檢量校正標準溶液 (註 7)：以正壬烷配製內含表五所示參考濃度之所有待測物及同位素標幟標準品之有機氯農藥。亦可使用市售已製備好之檢量校正標準溶液。

六、採樣及保存

(一) 土壤、底泥及廢棄物可參考本署公告「土壤採樣方法 NIEA S102」、「事業廢棄物採樣方法 NIEA R118」及「底泥採樣方法 NIEA S104」等其他相關採樣方法採樣 (註 8)，採得之樣品裝入褐色玻璃樣品瓶內，保存在 4±2°C 下運送至實驗室。

(二) 魚介類樣品採集後，先鑑定種類、記錄體長、體重及採樣地點和

時間；其他介質樣品如植物、肉類、蛋類、乳製品類等，採集後 4±2 °C 冷藏送至實驗室預處理（註 9）。

- (三) 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 6°C 以下，送至實驗室處理。
- (四) 實驗室於收樣後，應在 14 天內完成萃取，萃取後 40 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。

七、步驟

送至實驗室之土壤、底泥、淤泥、廢棄物、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、底泥及廢棄物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 10）（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 ≤ 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 11）。

另取乾燥前之樣品進行含水率測試，經稱重之樣品以 110 ± 5 °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. 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秤其重量（貝類樣品去殼後秤重、肉類樣品則去骨頭後秤重），經冷凍乾

燥除水後稱重，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 12）。

3.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稱重，經冷凍乾燥除水後稱重，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 13）。
- (2) 蛋類、乳製品類等樣品稱重後，依步驟七、（二）節進行樣品之萃取處理程序。

（二）樣品前處理

樣品萃取：樣品進行萃取時應先添加 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟內標準品（註 14）如表三。

1.索氏萃取（註 15）

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，承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 小時以上後冷卻至室溫，分述如下：

- (1) 經預處理之土壤、底泥、淤泥及廢棄物等固相樣品：稱取約 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，添加同位素標幟內標準品 20 ng/mL 10 μL ，以丙酮/正己烷（50/50,v/v） 300 mL 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：稱取生物組織乾重約 10 克（或適量）（相當於魚類組織濕重 40 至 100 克）移入索氏萃取中段；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，再移入索氏萃取中段；乳製品類稱取約 10 克（註 16），置入玻璃纖維濾筒內，添加同位素標幟內標準品 20 ng/mL 10 μL ，以丙酮/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)植物樣品(乾基)：稱取約 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，添加同位素標幟內標準品 20 ng/mL 10 μL，以丙酮/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。

2.非水溶性之液態樣品或可直接溶於溶劑之固態樣品稱取約 10 g，移入 250 mL 之平底燒瓶，加入適當溶劑使其完全溶解後，添加同位素標幟內標準品 20 ng/mL 10 μL，以減壓濃縮至近乾。

3.脂質測定：由七、(二) 1.(2) 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，重複稱重至重量無明顯變化，依計算式-2 計算其脂質含量後，待進行七、(三) 1. 節之除脂淨化程序。

$$\text{脂質含量 \%} = \frac{W_{\text{fat}} - W_e}{W_s} \times 100 \% \quad \text{計算式-2}$$

W_s ：樣品重

W_{fat} ：燒瓶及脂質重

W_e ：燒瓶空重

4.經七、(二) 節萃取程序之其他樣品，於其萃取液添加 10 μL 十三烷後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 17)，以氮氣在室溫緩緩吹至乾，待進行七、(三) 節之淨化程序。

(三) 樣品淨化及分離：樣品之淨化及分離可依下述方式進行之。

1.膠滲透淨化：參考本署公告「膠滲透淨化法 NIEA M184」

膠滲透淨化系統使用前應先充分以二氯甲烷流洗避免雜質干擾，並且以 GPC 校正溶液確認流洗液收集時間是否正確。將七(二) 節濃縮萃液以二氯甲烷定量至 5mL，全量注入膠滲透淨化系統，選擇 85%以上鄰苯二甲酸酯被移去之前的時間為沖提

液的丟棄時間，>95 % 以上的甲基氧達出現的時間為收集時間；在芑沖提之後硫沖提之前，停止收集沖提液。將 6 dram 試管中之濃縮萃液以二氯甲烷定量至 5 mL，注入膠滲透淨化系統，於適當之時間內收集流洗液。添加 10 μ L 十三烷於沖提液後，緩緩吹氮濃縮至近乾。

2. 矽酸鎂淨化：參考本署公告「矽酸鎂管柱淨化法 NIEA M182」

先以約 6 mL 之正己烷預洗矽酸鎂管柱，丟棄此預洗液，待正己烷液面降至矽酸鎂充填頂端時，將濃縮萃液移入矽酸鎂管柱，再重複兩次以少量正己烷充分淋洗濃縮萃液之樣品瓶試管後，併入矽酸鎂管柱。待濃縮萃液液面降至矽酸鎂充填頂端時，加入 6 mL 之 (65/35) 正己烷/二氯甲烷，收集流洗液於 3 dram 樣品瓶試管，添加 10 μ L 十三烷後緩緩吹氮濃縮至近乾。

待進行七、(四)節之儀器分析。

(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、(四) 1. 節及七、(四) 2. 節所述。分析前每件樣品加入 10 μ L (註 18) 如表三所示之回收標準溶液。抽取 1~2 μ L 之濃縮萃取液注入氣相層析儀進行分析，測定 23 項有機氯農藥之含量，每批次分析前層析管柱須通過九、(六) 1. (5) C. 節所述之管柱績效測試。

1. 氣相層析建議操作條件

注射口：接毛細層析管柱，非分流模式，約 205°C。

載流氣體：氮氣，約 1 mL/min。

管柱溫度：150°C (3 min) 以 12°C/min 升溫至 190°C (2 min)，然後以 3°C/min 升溫至 220°C 再以 1°C/min 升溫至 235°C 再以 40°C/min 升溫至 250°C。

2. 高解析度質譜儀

解析度：8000 (10% 波谷)。

離子化模式：電子撞擊式 (EI)。

離子源溫度：約 280°C。

電壓設定 (electron energy)：35 eV。

監測模式：選擇性離子監測 (Selected ion monitoring)，監測離子如表六所列。

3. 定性準則：下列定性準則係用於鑑定有機氯農藥

- (1) 離子強度比 ($M/M+2$ 或 $M+2/M+4$) 要在理論比之 $\pm 25\%$ 以內，可接受之離子強度比範圍如表六所示。
- (2) 待測物之滯留時間須落在相對應之 $^{13}\text{C}_n$ -內標準品、回收標準品等之滯留時間 3 秒範圍內。
- (3) 表六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) 鑑定無相對應 $^{13}\text{C}_n$ -標幟之待測物時，若該待測物與其滯留時間最接近之內標準品的相對滯留時間 (RRT)，落在連續檢量校正時所得之相對滯留時間的 0.005 RRT 內，則可鑑定其存在。
- (5) 表六所列待測物之兩監測離子訊噪比 (S/N) 須為 2.5 以上；在 CS4 檢量校正標準溶液時各待測物及內標準品必須為 10 (含) 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。回收標準品 4,4'-DiCB- $^{13}\text{C}_{12}$ 、2,3',4',5-TetraCB- $^{13}\text{C}_{12}$ 分別用以計算有機氯農藥內標準品之回收率；待測物與內標準品之定量對應關係如表一。23 種有機氯農藥待測物最低檢出量值請參考表二。

- (1) 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之面積 (或強度)，在檢量校正曲線範圍內。否則應再稱取較少量樣品，重新進行萃取分析或另稱足量之樣品先行萃取，再取部分萃液添加 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟內標準品 (如表三)

20 ng/mL 10 μ L 後，依步驟七、（三）節進行後續分析（註 19），並於報告中備註說明。

(2) 檢測報告單位表示：報告單位則參考相關法規管制標準單位，或參考下列方式：

A. 土壤、底泥：23 種有機氯農藥濃度以 ng/kg 或 pg/g 乾基表示。

B. 廢棄物：23 種有機氯農藥濃度以 ng/g 表示。

C. 生物組織及其他介質樣品：23 種有機氯農藥濃度以 ng/kg w.w. (Wet weight) 或 pg/g w.w. 溼基表示，並於報告中註明脂質含量百分比。

D. 以脂質為基準之表示：pg /g l.w. (Lipid weight)。

八、結果處理

(一) 專用名詞：

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 = 樣品中有機氯農藥的濃度。

C_T = 樣品中有機氯農藥的濃度總和。

H_{is} = 樣品中，內標準品 i 的兩監測離子高度之和。

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_{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，g）。

（二）檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$$RRF_i = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 \frac{A_{cij} M^*_{ci}}{A^*_{cij} M_{cij}} \quad \text{計算式-3}$$

（三）有機氯農藥之濃度

$$C_i = \frac{A_i M^*_i}{A^*_i RRF_i W} \quad \text{計算式-4}$$

（四）內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{A^*_{ci} M_{rs}}{A_{rs} M^*_{ci}} \quad \text{計算式-5}$$

（五）內標準品之回收率

$$R^* = \frac{A^*_i M_{rs}}{A_{rs} RRF_{IS} M^*_i} \times 100\% \quad \text{計算式-6}$$

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

$$M_{inDL} = \frac{2.5A_{ai} \quad M^*_{i}}{A^*_{ci} \quad RRF_i} \quad \text{計算式-7}$$

或

$$M_{inDL} = \frac{2.5N_x \quad M^*_{i}}{H_{is} \quad RRF_i} \quad \text{計算式-7.1}$$

任何有機氯農藥其結果若為未檢出時 (低於 M_{inDL})，則將其結果依相關規定採 M_{inDL} 或二分之一 M_{inDL} 計算。

九、品質管制

(一) 依本方法執行有機氯農藥檢測之實驗室，必須有完整之品保品管程序，包括同位素標幟物添加分析、空白樣品分析、待測物添加分析等實驗室能力建立資料，據以持續評估實驗室之效能，以期確實執行樣品分析時能符合各項品管指標之規範。

1. 檢驗員依本方法執行有機氯農藥檢測時，須建立最初分析之起始精密度與回收率資料。
2. 為克服樣品基質干擾及有效率執行本方法之檢測，檢驗人員可適當變更樣品萃取、濃縮、淨化等程序，唯檢測結果之數據品質不能低於本方法之品管規範。

(1) 如樣品偵測極限 (Detection limit) 因檢驗程序變更而有影響時，實驗室必須證明其樣品偵測極限低於相關法規管制值之三分之一或本方法表二最低檢出量限值之三分之一。

(2) 變更之檢測方法，實驗室必須保留相關之檢測品保品管數據資料，編頁碼裝訂成冊，包括：

A. 執行方法變更之原因說明。

B. 執行方法變更後之檢測品管數據資料，包括

(A) 檢量校正標準溶液之相對感應因子、相對標準偏差或日績效

查核結果。

(B) 起始精密度與回收率資料。

(C) 同位素標幟化合物回收率。

(D) 空白分析。

(E) 準確度評估。

C. 樣品最終結果之數據確認具可追溯性，包括

(A) 樣品編號。

(B) 樣品經萃取、濃縮、淨化等前處理分析程序紀錄。

(C) 分析日期、時間。

(D) 樣品上機分析序列表。

(E) 樣品執行淨化前之萃液取用量。

(F) 上機前之樣品最終定量體積（即添加回收工作標準溶液體積）。

(G) 樣品稀釋因子。

(H) 儀器操作條件。

(I) 層析管柱解析度資料。

(J) 原始數據及層析圖譜積分資料。

(K) 儀器系統監測資料。

(L) 數據表及樣品最終分析結果。

3. 實驗室須執行空白分析以證明分析程序是否遭受污染。

4. 實驗室須執行所有分析樣品之同位素標幟物添加以監測方法之效能。

5. 實驗室必須維持基本持續性之檢量校正標準曲線檢核及精密度與回

收率資料，以證明其執行實物分析時之品管指標皆確實可行，並提供可追溯性之紀錄供確認。

(二) 起始精密度與回收率：

實驗室在建立有機氯農藥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 20）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，計算其最終定量體積之回收率 x （%）、標準偏差 s （ng/mL）是否符合表七之起始精密度與回收率規範。

1. 如果待測物及同位素標幟物皆符合表七之起始精密度與回收率品管規範，則可開始進行空白及實際樣品分析。
2. 如果四重複分析之 x 及 s 超出表七之起始精密度與回收率品管規範，則須執行修正動作解決問題後，再重複此測試步驟。

(三) 真實樣品分析：

每一特性基質樣品於前處理過程中均應添加同位素標幟之內標準品以評估分析方法對基質效應之影響。

1. 依步驟七、（二）節包含前處理、萃取、濃縮、淨化等樣品分析程序。
2. 對於每一類特性基質樣品之分析，其同位素標幟物之回收率若符合第九、（七）節之品管規範，則依序採計五組數據計算同位素標幟物之平均回收率（ R ）及標準偏差（ S_R ），以建立檢驗員對每一特性基質樣品之品管指標（ $R \pm 2S_R$ ），作為其檢測能力持續維持之參考。

(四) 空白樣品分析：製備參考基質模擬樣品以確認方法之分析程序未受污染。

1. 在每一批次（註 21）分析之方法空白，依步驟七、（二）節所述，製備參考基質模擬樣品，其分析程序包含前處理、萃取、濃縮、淨化等均與真實樣品相同，以確認分析系統是否受污染。
2. 如果空白樣品分析之測值大於表二之最低限值或大於法規管制值

之三分之一，即可能有未知之污染物存在，此時批次樣品分析應暫停，並進行修正動作，直到確定無污染之虞後始可進行樣品分析。

3.用於法規管制用途之檢測報告，均應附上該批次空白樣品分析之數據，以供數據之有效性評估參考。

(五)查核樣品分析：定期執行查核樣品分析，以評估所有分析程序之可靠性。

(六)檢量校正

1.在建立有機氯農藥分析儀器操作條件時，其待測物所對應定量之¹³C_n-同位素標幟物參考如表二。

(1)質譜儀解析度

由表六所列有機氯農藥之所有精確質量及監測群，在至少8,000解析度之操作條件下，將標準溶液1~2 μL（如表五）注入HRGC/HRMS，所得到之選擇離子電流積分圖應無干擾存在。

A.儀器系統在高解析模式操作時，過長的分析時間可能較難維持質譜系統之穩定，微小之質量漂移將嚴重影響儀器之效能，所以高解析質譜儀系統內均具即時質量漂移校正之參考物質如 PFK，由表六所列每一組監測群之精確質量離子均由該質量鎖定離子（註22）作即時監測。

B.以 PFK 為參考物質，進行動態校正調整質譜系統解析度達8,000 以上時，表六所列之每一監測群內之監測離子至少有3~5個精確質量離子訊號峰能被有效監測並紀錄，所監測之精確質量與表六所列之差異須小於5 ppm。

(2)有機氯農藥分析在最適化操作條件下，以第一點檢量校正標準溶液（CS1）注入HRGC/HRMS分析時，其待測物與對應同位素標幟物之訊噪比（S/N）至少要3以上。

(3)用 PFK（Perfluorokerosene）的質量鎖定離子來校正質譜系統之漂移，由表六所列每一組監測群之精確質量離子均由該組質量鎖定離子作即時監測，在每一監測群滯留時窗內之質量鎖定離子，其差異不可超過20%。若差異大於20%，表示有共流物干

擾 (Coeluting interferences) 而降低質譜系統靈敏度，此時應確認檢量校正標準溶液是否已受污染。

(4) 起始檢量校正：採用表五之 6 組標準品溶液進行起始檢量校正，每一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。離子強度比值應符合表六所列之管制範圍內。

(5) 日績效查核

批次上機分析之日績效查核 (註 23)，包括質量解析度、每日檢量校正查核、層析管柱解析度查核、滯留時窗界定等，說明如下：

- A. 質量解析度：實驗室依據本方法執行有機氯農藥檢測時，動態質量解析度需達 8,000 (10% 波谷) 以上，並留有紀錄備查。
- B. 每日檢量校正查核：先行分析表五之中間濃度標準溶液 (1~2 μL)，計算每項待測物之相對感應因子，並與起始檢量校正之相對應的平均感應因子比較，須符合表八所列之規範。此外，離子強度比必須符合表六所列之管制範圍。
- C. 層析管柱解析度查核：如有變更方法規範之氣相層析管柱與離子監測頻道時，每批次樣品上機分析前應擇一分析如表五所示檢量校正標準溶液，並選擇適當之待測物如：trans-Nonachlo 或 trans-Chlordane 等進行解析度查核。解析度 (Resolution) 之定義為與以上兩化合物與相鄰層析峰間之波谷高度須不超過其較低層析峰高度之 10% 以上。
- D. 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，計算每項待測物之相對感應因子，並與起始檢量校正之相對應的平均感應因子比較，須符合表八所列之規範。此外，離子強度比必須符合表六所列之管制範圍。

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六所示，以證實質譜儀分析期間之儀器穩定性。

(七) 品管規範

1. 內標準品回收百分率：表三所列 21 種 $^{13}\text{C}_n$ -標幟之有機氯農藥由六

到十氯等族群之內標準品係於萃取前加入每一樣品中，其目的是用以定量計算存在樣品中有機氯農藥之含量，同時監測整個萃取、淨化及分析過程之效率。每個樣品中有機氯農藥內標準品之回收率須符合表九所規範的範圍內。

2. 空白基質添加待測物標準品回收率：待測物添加之回收率須落在 70~130% 範圍內。

(八) 品質保證

每一批次或每 10 個樣品至少要做一次空白樣品分析及空白添加待測物分析或查核樣品分析。

十、精密度與準確度

單一實驗室依樣品基質之精密度數據結果（如表十之一與表十之二），來源係以空白基質添加待測物標準品及 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟標準品；實際樣品添加 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟標準品（如表十之三~表十之四）分析而得，前處理係參照第七節步驟進行。

十一、參考資料

- (一) U.S.EPA. Pesticides in water, soil, sediment, biosolids, and tissue by HRGC/HRMS. Method-1699, 2007.
- (二) 行政院環境保護署，土壤採樣方法 NIEA S102.62B，中華民國 102 年。
- (三) 行政院環境保護署，底泥採樣方法 NIEA S104.31B，中華民國 101 年。
- (四) 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。
- (五) 行政院環境保護署，膠滲透淨化法 NIEA M184.01C，中華民國 101 年。
- (六) 行政院環境保護署，矽酸鎂淨化法 NIEA M182.01C，中華民國 101 年。

註 1：多數有機氯農藥在動物實驗中被發現具有致腫瘤、免疫降低、生殖障

礙和致畸胎性。分析人員須注意避免吸入和攝入受有機氯農藥污染之樣品，因此需穿戴實驗衣、安全眼鏡及拋棄式無塵手套，配戴活性碳口罩，並在密閉區如抽氣櫃或手套箱中操作，以避免吸入粉塵。

- 註 2：擦拭試驗（Wipe tests）：為確認實驗室工作區無潛在有機氯農藥污染，執行有機氯農藥分析之實驗室應定期進行工作區內之擦拭試驗，以建立實驗室相關背景資料，有關擦拭試驗操作程序請參考附錄。
- 註 3：本方法所使用之各項藥品之毒性或致癌性並未精確界定，惟每一化合物均應被視為潛在危害健康之危險物質，並應儘量減少暴露於其中。實驗室須具備方法中所使用化合物之物質安全資料表（SDS），參考資料應置於分析人員易取得之處。
- 註 4：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 5：對於超微量濃度樣品如生物組織、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 6：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，其上機分析之絕對量宜與檢量校正標準溶液一致。
- 註 7：若樣品濃度過低，可使用市售已製備好或自行配製之低濃度檢量校正標準溶液。
- 註 8：本文引用之公告方法名稱，以環保署最新公告者為準。
- 註 9：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。
- 註 10：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 11：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，則建議另取經過 2 mm（10 mesh）篩

網的代表性樣品至少 20 g 進一步研磨，使通過 250 μm (60 mesh) 篩網後，再秤取樣品。

- 註 12：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 13：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）節萃取程序；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 14：使用之內標準品溶液，其上機分析之絕對量應與檢量校正標準溶液一致。
- 註 15：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 16：原則上樣品稱取量，以萃取後之脂質含量約 5 克估算之。
- 註 17：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 18：回收標準溶液之加入量即為樣品之最終定量體積，其上機分析之絕對量須與檢量線之回收標準溶液一致。
- 註 19：當樣品內含其他 $^{13}\text{C}_n$ -同位素干擾，影響待測物之定量結果時，可先稀釋後再添加 $^{13}\text{C}_n$ -同位素內標準品重新上機，並於報告中備註說明。
- 註 20：參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 21：批次是指相同特性之基質樣品，自萃取過程起 12 小時為間隔或最多不超過 10 個樣品來區分。
- 註 22：鎖定及監測頻道之質量可依質譜儀特性而適度調整之。
- 註 23：每次上機分析之樣品批次，應於 24 小時區間內完成分析，原則上於樣品批次分析完成後，可不必執行檢量線查核。

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 有機氯農藥待測物與 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟物一覽表

有機氯農藥	CAS 登錄碼	對應內標準品同位素標幟物 定性 (定量) 基準	對應回收標準品 ^a
Hexachlorobenzene	118-74-1	$^{13}\text{C}_6$ -Hexachlorobenzene	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
Aldrin	309-00-2	$^{13}\text{C}_{12}$ -Aldrin	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
Dieldrin	60-57-1	$^{13}\text{C}_{12}$ -Dieldrin	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
Endrin	72-20-8	$^{13}\text{C}_{12}$ -Endrin	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
4,4'-DDT	50-29-3	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDT	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
4,4'-DDE	72-55-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDE	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
4,4'-DDD	72-54-8	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
2,4'-DDT	789-02-6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDT	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
2,4'-DDE	3424-82-6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2'4'-DDE	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
2,4'-DDD	53-19-0	$^{13}\text{C}_{12}$ -2'4'-DDD	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
trans-Chlordane	5103-74-2	$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Chlordane	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
cis-Chlordane	5103-71-9	$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Chlordane	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
trans-Nonachlor	39765-80-5	$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Nonachlor	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
cis-Nonachlor	5103-73-1	$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Nonachlor	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
Oxychlordane	27304-13-8	$^{13}\text{C}_{10}$ -Oxychlordane	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
Heptachlor	76-44-8	$^{13}\text{C}_{10}$ -Heptachlor	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
trans-Heptachlor Epoxide	1024-57-3	$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Heptachlor Epoxide	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
cis-Heptachlor Epoxide	1024-57-3	$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Heptachlor Epoxide	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
Mirex	2385-85-5	$^{13}\text{C}_{10}$ -Mirex	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB
alpha-HCH	319-84-6	$^{13}\text{C}_6$ -alpha-HCH	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
beta-HCH	319-85-7	$^{13}\text{C}_6$ -beta-HCH	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
gamma-HCH (Lindane)	58-89-9	$^{13}\text{C}_6$ -gamma-HCH (Lindane)	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB
delta-HCH	319-86-8	$^{13}\text{C}_6$ -delta-HCH	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB

a 內標準品與其對應之回收標準品得依其滯留時間適當調整之。

表二 23 種有機氯農藥最低檢出量值

待測物	最低檢出量值 ^a	
	底泥 n=12 (ng/kg d.w)	生物體 n=6 (pg/g w.w)
Hexachlorobenzene	0.132	0.424
Aldrin	3.47	3.63
Dieldrin	2.81	13.5
Endrin	3.59	20.2
4,4'-DDT	2.08	22.7
4,4'-DDE	2.61	2.63
4,4'-DDD	0.842	2.90
2,4'-DDT	1.97	6.61
2,4'-DDE	1.88	2.51
2,4'-DDD	0.885	4.08
trans-Chlordane	1.91	4.17
cis-Chlodane	2.09	4.64
trans-Nonachlor	5.88	0.986
cis-Nonachlor	13.7	1.65
Oxychlordane	1.34	3.55
Heptachlor	0.792	2.51
trans-Heptachlor Epoxide Epoxide	6.09	14.1
cis-Heptachlor Epoxide	0.996	2.19
Mirex	1.02	5.71
alpha-HCH	1.33	4.94
beta-HCH	2.31	6.03
gamma-HCH (Lindane)	2.76	6.17
delta-HCH	1.68	6.50

^a 最低檢出量值 (Minimum level)：是樣品經由完整之前處理分析程序後，其待測物訊號之 MinDL 換算樣品濃度後取 3 倍 SD。(底泥取 1.5 g 分析，最終定量體積 10 μ L；魚肉組織取 2.5 g 濕重分析，最終定量體積 10 μ L)

表三 有機氯農藥同位素標幟標準品溶液

化合物名稱	濃度 (ng/mL)	
	儲備溶液	工作溶液
內標準品		
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	100	20
¹³ C ₁₂ -Aldrin	100	20
¹³ C ₁₂ -Dieldrin	100	20
¹³ C ₁₂ -Endrin	100	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	100	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	100	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	100	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	100	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	100	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	100	20
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	100	20
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	100	20
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	100	20
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	100	20
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	100	20
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	100	20
¹³ C ₁₀ -Mirex	100	20
¹³ C ₆ -alpha-HCH	100	20
¹³ C ₆ -beta-HCH	100	20
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	100	20
¹³ C ₆ -delta-HCH	100	20
回收標準品		
¹³ C ₁₂ -4,4'-DiCB (PCB-15)	100	20
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TetraCB (PCB-70)	100	20

表四 有機氯農藥精密度與回收率標準品溶液

化合物名稱	濃度 (ng/mL)	
	儲備溶液	工作溶液
Hexachlorobenzene	200	40
Aldrin	200	40
Dieldrin	200	40
Endrin	200	40
4,4'-DDT	200	40
4,4'-DDE	200	40
4,4'-DDD	200	40
2,4'-DDT	200	40
2,4'-DDE	200	40
2,4'-DDD	200	40
trans-Chlordane	200	40
cis-Chlodane	200	40
trans-Nonachlor	200	40
cis-Nonachlor	200	40
Oxychlordane	200	40
Heptachlor	200	40
trans-Heptachlor Epoxide	200	40
cis-Heptachlor Epoxide	200	40
Mirex	200	40
alpha-HCH	200	40
beta-HCH	200	40
gamma-HCH (Lindane)	200	40
delta-HCH	200	40

表五 起始檢量校正標準溶液

化合物名稱	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6
待測物	濃度 (ng/mL)					
Hexachlorobenzene	0.4	2	10	40	200	800
Aldrin	0.4	2	10	40	200	800
Dieldrin	0.4	2	10	40	200	800
Endrin	0.4	2	10	40	200	800
4,4'-DDT	0.4	2	10	40	200	800
4,4'-DDE	0.4	2	10	40	200	800
4,4'-DDD	0.4	2	10	40	200	800
2,4'-DDT	0.4	2	10	40	200	800
2,4'-DDE	0.4	2	10	40	200	800
2,4'-DDD	0.4	2	10	40	200	800
trans-Chlordane	0.4	2	10	40	200	800
cis-Chlodane	0.4	2	10	40	200	800
trans-Nonachlor	0.4	2	10	40	200	800
cis-Nonachlor	0.4	2	10	40	200	800
Oxychlordane	0.4	2	10	40	200	800
Heptachlor	0.4	2	10	40	200	800
trans-Heptachlor Epoxide	0.4	2	10	40	200	800
cis-Heptachlor Epoxide	0.4	2	10	40	200	800
Mirex	0.4	2	10	40	200	800
alpha-HCH	0.4	2	10	40	200	800
beta-HCH	0.4	2	10	40	200	800
gamma-HCH (Lindane)	0.4	2	10	40	200	800
delta-HCH	0.4	2	10	40	200	800
內標準品						
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	20	20	20	20	20

¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	20	20	20	20	20
回收標準品						
¹³ C ₁₂ -4,4'-DiCB (PCB-15)	20	20	20	20	20	20
¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TetraCB (PCB-70)	20	20	20	20	20	20

表六 有機氯農藥待測物和 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟物之監測離子群

	RT	Compound Name	M1	M2	Ratio	Tolerance (\pm)
F1	6.89	Hexachlorobenzene	283.8102	285.8073	1.25	0.25
		PFK	268.9824			
F2	8.78	alpha-HCH	218.9116	220.9086	2.08	0.25
	9.7	gamma-HCH (Lindane)	218.9116	220.9086	2.08	
	10.47	Heptachlor	271.8102	273.8072	1.25	
	11.55	Aldrin	262.8569	264.8541	1.56	
		PFK	268.9824			
F3	12.82	beta-HCH	218.9116	220.9086	2.08	0.25
	13.84	delta-HCH	218.9116	220.9086	2.08	
	13.99	Oxychlordane	386.8053	388.8024	1.02	
		PFK	330.9792			
F4	14.68	cis-Heptachlor Epoxide	352.8442	354.8413	1.56	0.25
	14.86	trans-Heptachlor Epoxide	352.8442	354.8413	1.56	
	15.43	2,4'-DDE	246.0003	247.9975	1.56	
		PFK	330.9792			
F5	16.21	trans-Chlordane (gamma)	372.8260	374.8230	1.02	0.25
	16.59	cis-Chlordane (alpha)	372.8260	374.8230	1.02	
	16.73	trans-Nonachlor	406.7870	408.7841	0.88	
		PFK	380.9760			
F6	17.05	4',4'-DDE	246.0003	247.9975	1.56	0.25
	17.77	Dieldrin	262.8569	264.8541	1.56	
	18.65	2,4'-DDD	235.0081	237.0052	1.56	
	18.77	Endrin	262.8569	264.8541	1.56	
	19.36	2,4'-DDT	235.0081	237.0052	1.56	
	PFK	268.9824				
F7	21.12	4',4'-DDD	235.0081	237.0052	1.56	0.25
	21.44	cis-Nonachlor	406.7870	408.7841	0.88	
	21.98	4',4'-DDT	235.0081	237.0052	1.56	
	PFK	330.9792				
F8	24.22	Mirex	271.8102	273.8072	1.56	0.25
		PFK	280.9824			

表六 有機氯農藥待測物及 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟物之監測離子群 (續)

	RT	Compound Name	M1	M2	Ratio	Tolerance (\pm)
F1	6.89	$^{13}\text{C}_6$ -Hexachlorobenzene	289.8304	291.8275	1.25	0.25
F2	8.78	$^{13}\text{C}_6$ -alpha-HCH	222.9347	224.9317	0.77	0.25
	9.09	$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DiCB (PCB-15)	234.0406	236.0376	1.54	0.25
	9.7	$^{13}\text{C}_6$ -gamma-HCH (Lindane)	222.9347	224.9317	0.77	0.25
	10.47	$^{13}\text{C}_{10}$ -Heptachlor	276.8269	278.8240	1.24	0.25
	11.55	$^{13}\text{C}_{12}$ -Aldrin	269.8804	271.8775	1.56	0.25
F3	12.82	$^{13}\text{C}_6$ -beta-HCH	222.9347	224.9317	0.77	0.25
	13.84	$^{13}\text{C}_6$ -delta-HCH	222.9347	224.9317	0.77	0.25
	13.99	$^{13}\text{C}_{10}$ -Oxychlorane	396.8389	398.8360	1.02	0.25
	14.69	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5-TetraCB (PCB-70)	301.9626	303.9597	0.78	0.35
F4	14.68	$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Heptachlor Epoxide	362.8778	364.8749	1.56	0.25
	15.43	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDE	258.0406	260.0378	1.56	0.25
F5	16.21	$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Chlordane (gamma)	382.8595	384.8566	1.02	0.25
	16.73	$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Nonachlor	416.8206	418.8177	0.88	0.25
F6	17.05	$^{13}\text{C}_{12}$ -4',4'-DDE	258.0406	260.0378	1.56	0.25
	17.77	$^{13}\text{C}_{12}$ -Dieldrin	269.8804	271.8775	1.56	0.25
	18.65	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDD	247.0484	249.0456	1.56	0.25
	18.77	$^{13}\text{C}_{12}$ -Endrin	269.8804	271.8775	1.56	0.25
	19.36	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDT	247.0484	249.0456	1.56	0.25
F7	21.12	$^{13}\text{C}_{12}$ -4',4'-DDD	247.0484	249.0456	1.56	0.25
	21.44	$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Nonachlor	416.8206	418.8177	0.88	0.25
	21.98	$^{13}\text{C}_{12}$ -4',4'-DDT	247.0484	249.0456	1.56	0.25
F8	24.22	$^{13}\text{C}_{10}$ -Mirex	276.8272	278.8242	1.56	0.25

原子量:

H	=	1.007825	C	=	12.00000	^{13}C	=	13.003355	F	=	18.9984
O	=	15.994915	^{35}Cl	=	34.968853	^{37}Cl	=	36.965903			

表七 起始精密度與回收率

化合物名稱 待測物	添加濃度 ng/mL	IPR ^a	
		平均回收率 X (%)	標準偏差 S (%)
Hexachlorobenzene	40	55~108	30
Aldrin	40	55~108	30
Dieldrin	40	55~108	30
Endrin	40	55~108	30
4,4'-DDT	40	55~108	30
4,4'-DDE	40	55~108	30
4,4'-DDD	40	47~108	30
2,4'-DDT	40	55~108	30
2,4'-DDE	40	26~111	30
2,4'-DDD	40	55~108	30
trans-Chlordane	40	55~108	30
cis-Chlordane	40	55~108	30
trans-Nonachlor	40	55~108	30
cis-Nonachlor	40	55~108	30
Oxychlordane	40	55~108	30
Heptachlor	40	55~108	30
trans-Heptachlor Epoxide	40	55~108	30
cis-Heptachlor Epoxide	40	55~108	30
Mirex	40	55~108	30
alpha-HCH	40	55~108	30
beta-HCH	40	55~108	30
gamma-HCH (Lindane)	40	55~108	30
delta-HCH	40	55~108	30
內標準品			
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	6~108	70
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	6~113	75

¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	21~145	46
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	22~141	45
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	15~180	52
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	29~152	43
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	—	—
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	16~180	51
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	—	—
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	—	—
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	17~130	47
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	15~134	49
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	18~139	47
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	6~129	54
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	6~115	67
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	9~131	52
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	6~125	56
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	—	—
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	18~135	47
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	6~112	62
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	18~135	47

a IPR (Initial precision recovery) : 所有化合物於上機分析時之回收率。

表八 檢量校正相對感應因子品管限值

待測物	相對感應因子	
	起始檢量校正	每日(批次)檢量校正
	RSD	%差異度
Hexachlorobenzene	20	25
Aldrin	20	25
Dieldrin	20	25
Endrin	20	25
4,4'-DDT	20	25
4,4'-DDE	20	25
4,4'-DDD	20	25
2,4'-DDT	20	25
2,4'-DDE	20	25
2,4'-DDD	20	25
trans-Chlordane	20	25
cis-Chlordane	20	25
trans-Nonachlor	20	25
cis-Nonachlor	20	25
Oxychlordane	20	25
Heptachlor	20	25
trans-Heptachlor Epoxide	20	25
cis-Heptachlor Epoxide	20	25
Mirex	20	25
alpha-HCH	20	25
beta-HCH	20	25
gamma-HCH (Lindane)	20	25
delta-HCH	20	25
內標準品		
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	30

$^{13}\text{C}_{12}$ -Aldrin	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -Dieldrin	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -Endrin	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDT	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDE	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -4,4'-DDD	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDT	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDE	20	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4'-DDD	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Chlordane	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -trans-Nonachlor	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Nonachlor	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -Oxychlordane	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -Heptachlor	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -cis-Heptachlor Epoxide	20	30
$^{13}\text{C}_{10}$ -Mirex	20	30
$^{13}\text{C}_6$ -alpha-HCH	20	30
$^{13}\text{C}_6$ -beta-HCH	20	30
$^{13}\text{C}_6$ -gamma-HCH (Lindane)	20	30
$^{13}\text{C}_6$ -delta-HCH	20	30

表九 同位素內標準品回收率規範

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	回收率範圍 %
內標準品		
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	20 ~ 120
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	30 ~ 120
¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	30 ~ 130
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	30 ~ 150
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	40 ~ 120
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	40 ~ 130
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	30 ~ 120
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	40 ~ 120
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	40 ~ 120
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	40 ~ 120
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	40 ~ 120

表十之一 單一實驗室底泥分析批次之空白基質添加待測物及同位素精密度及回收率

化合物名稱 待測物	添加濃度 ng/mL	平均 回收率 %	標準偏差 %	區間 n=6 %
Hexachlorobenzene	40	120	6.0	109 ~ 127
Aldrin	40	115	2.5	112 ~ 119
Dieldrin	40	113	5.1	104 ~ 119
Endrin	40	109	3.5	104 ~ 113
4,4'-DDT	40	104	7.4	89 ~ 110
4,4'-DDE	40	105	4.5	96 ~ 108
4,4'-DDD	40	103	4.3	95 ~ 106
2,4'-DDT	40	102	5.2	92 ~ 105
2,4'-DDE	40	108	8.9	90 ~ 115
2,4'-DDD	40	109	7.1	94 ~ 113
trans-Chlordane	40	110	3.4	104 ~ 112
cis-Chlordane	40	116	2.5	112 ~ 118
trans-Nonachlor	40	110	3.8	105 ~ 114
cis-Nonachlor	40	105	4.4	97 ~ 110
Oxychlordane	40	113	3.0	110 ~ 118
Heptachlor	40	116	1.9	113 ~ 117
trans-Heptachlor Epoxide	40	99	2.0	96 ~ 102
cis-Heptachlor Epoxide	40	113	1.7	111 ~ 115
Mirex	40	111	1.8	109 ~ 114
alpha-HCH	40	111	4.0	105 ~ 115
beta-HCH	40	119	2.1	116 ~ 122
gamma-HCH (Lindane)	40	114	4.6	108 ~ 121
delta-HCH	40	111	3.2	105 ~ 114
<hr/> 內標準品 <hr/>				
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	34	10.6	15 ~ 45
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	41	9.2	26 ~ 53

¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	62	7.7	49 ~ 70
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	115	23.8	77 ~ 141
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	82	18.6	51 ~ 96
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	66	11.4	49 ~ 75
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	74	15.2	49 ~ 86
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	94	16.4	69 ~ 110
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	57	9.0	46 ~ 69
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	83	15.5	60 ~ 98
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	63	9.6	48 ~ 73
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	64	11.2	50 ~ 75
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	80	13.0	63 ~ 93
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	57	9.1	48 ~ 68
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	59	13.3	43 ~ 74
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	63	9.8	53 ~ 76
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	47	5.2	37 ~ 51
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	38	8.5	24 ~ 48
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	41	8.2	29 ~ 53
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	50	5.7	41 ~ 57
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	44	5.3	36 ~ 47

表十之二 單一實驗室生物體分析批次之空白基質添加待測物及同位素精密度及回收率

化合物名稱 待測物	添加濃度 ng/mL	平均 回收率 %	標準偏差 %	區間 n=6 %
Hexachlorobenzen	40	116	14.0	93 ~ 134
Aldrin	40	110	7.6	96 ~ 116
Dieldrin	40	107	9.0	96 ~ 122
Endrin	40	101	5.6	95 ~ 110
4,4'-DDT	40	109	13.0	90 ~ 129
4,4'-DDE	40	109	11.5	96 ~ 127
4,4'-DDD	40	107	10.4	95 ~ 123
2,4'-DDT	40	104	8.6	90 ~ 115
2,4'-DDE	40	107	6.0	97 ~ 113
2,4'-DDD	40	104	7.6	99 ~ 119
trans-Chlordane	40	111	10.4	100 ~ 127
cis-Chlordane	40	115	8.7	101 ~ 128
trans-Nonachlor	40	106	7.2	96 ~ 111
cis-Nonachlor	40	107	10.8	86 ~ 117
Oxychlordane	40	104	8.3	92 ~ 110
Heptachlor	40	110	6.2	98 ~ 115
trans-Heptachlor Epoxide	40	108	3.2	104 ~ 112
cis-Heptachlor Epoxide	40	107	6.0	100 ~ 113
Mirex	40	105	3.3	101 ~ 108
alpha-HCH	40	108	7.3	99 ~ 118
beta-HCH	40	110	7.9	99 ~ 120
gamma-HCH (Lindane)	40	112	6.9	102 ~ 123
delta-HCH	40	107	12.4	86 ~ 122
內標準品				
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	44	10.5	32 ~ 61
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	64	20.7	43 ~ 101

¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	68	13.6	45 ~ 81
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	71	12.2	61 ~ 90
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	74	15.4	55 ~ 95
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	59	10.0	47 ~ 73
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	71	16.4	50 ~ 92
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	74	28.0	46 ~ 127
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	57	9.1	46 ~ 66
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	67	20.7	46 ~ 101
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	60	10.6	44 ~ 76
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	62	11.4	47 ~ 81
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	60	7.6	50 ~ 72
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	63	13.6	40 ~ 74
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	60	15.2	44 ~ 86
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	66	13.1	50 ~ 82
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	60	10.8	51 ~ 78
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	55	10.1	39 ~ 66
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	57	12.9	38 ~ 70
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	59	11.7	38 ~ 72
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	60	11.9	43 ~ 76

表十之三 單一實驗室底泥樣品中添加同位素標幟物標準品回收率

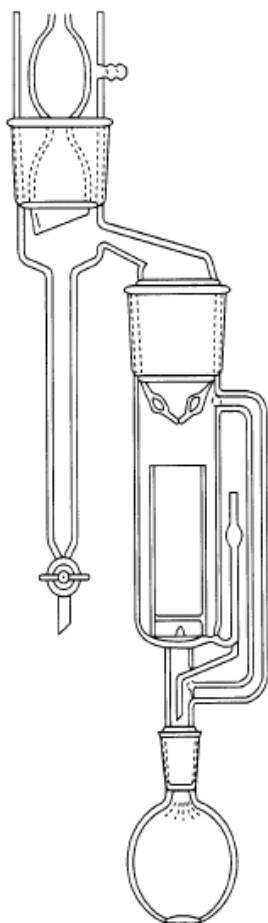
化合物名稱	添加濃度 ng/mL	平均 回收率 %	標準偏差 %	區間 n=12 %
內標準品				
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	49	3.3	42 ~ 52
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	41	7.7	29 ~ 53
¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	72	5.1	65 ~ 81
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	139	8.9	127 ~ 151
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	95	12.4	71 ~ 110
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	78	6.0	67 ~ 92
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	93	13.5	75 ~ 122
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	111	10.0	95 ~ 128
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	76	3.8	69 ~ 82
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	99	5.8	91 ~ 108
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	71	7.2	53 ~ 77
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	68	8.8	47 ~ 82
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	63	15.3	28 ~ 78
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	64	5.4	54 ~ 70
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	70	8.0	62 ~ 84
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	68	4.4	59 ~ 73
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	58	6.0	48 ~ 72
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	56	2.6	53 ~ 62
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	61	4.5	49 ~ 66
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	64	3.1	61 ~ 70
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	73	3.4	68 ~ 80

a 樣品基質：河口溼地底泥。

表十之四 單一實驗室生物體樣品中添加同位素標幟物標準品回收率

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	平均 回收率 %	標準偏差 %	區間 n=14 %
內標準品				
¹³ C ₆ -Hexachlorobenzene	20	62	6.0	53 ~ 72
¹³ C ₁₂ -Aldrin	20	78	5.9	72 ~ 92
¹³ C ₁₂ -Dieldrin	20	87	7.6	78 ~ 106
¹³ C ₁₂ -Endrin	20	112	21.5	69 ~ 141
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDT	20	57	30.6	22 ~ 109
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDE	20	75	6.9	67 ~ 95
¹³ C ₁₂ -4,4'-DDD	20	95	16.8	60 ~ 121
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDT	20	99	14.7	84 ~ 125
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDE	20	76	7.1	68 ~ 98
¹³ C ₁₂ -2,4'-DDD	20	94	14.0	80 ~ 110
¹³ C ₁₀ -trans-Chlordane	20	97	10.0	84 ~ 110
¹³ C ₁₀ -trans-Nonachlor	20	96	12.7	76 ~ 112
¹³ C ₁₀ -cis-Nonachlor	20	93	11.6	76 ~ 114
¹³ C ₁₀ -Oxychlordane	20	100	19.4	44 ~ 122
¹³ C ₁₀ -Heptachlor	20	95	22.7	37 ~ 125
¹³ C ₁₀ -cis-Heptachlor Epoxide	20	100	21.5	44 ~ 128
¹³ C ₁₀ -Mirex	20	71	9.3	57 ~ 84
¹³ C ₆ -alpha-HCH	20	63	5.7	52 ~ 74
¹³ C ₆ -beta-HCH	20	66	3.8	58 ~ 70
¹³ C ₆ -gamma-HCH (Lindane)	20	67	8.1	57 ~ 80
¹³ C ₆ -delta-HCH	20	72	9.4	49 ~ 84

a 樣品基質：河口溼地生物體。



圖一、索氏/Dean-Stark (SDS) 萃取器參考圖

附錄

擦拭試驗 (Wipe tests) 操作程序

一、目的

為定期評估有機氯農藥分析實驗室工作前處理區是否受有機氯農藥污染，並適時進行預防措施，以確保檢測數據品質。

二、材料

玻璃纖維濾紙 Gelman type A 或同級品。

三、步驟

- (一) 取玻璃纖維濾紙，以二氯甲烷潤濕後，以不銹鋼鑷子夾取濾紙擦拭 10×10 公分 ($10 \times 10 \text{ cm} = 0.01 \text{ m}^2$) 可能受污染之區域，同時進行一組空白對照組。
- (二) 將擦拭過之濾紙移入 500 mL 燒杯。
- (三) 加入二氯甲烷 200 mL 及 $^{13}\text{C}_n$ -同位素標幟內標準品工作溶液 10 μL ，以鋁箔封口，避免溶劑逸散。
- (四) 以超音波震盪萃取 20 分鐘。
- (五) 將萃取液適當過濾後移入圓底燒瓶進行減壓濃縮至近乾。
- (六) 將濃縮液以二氯甲烷轉移至 6 dram，以氮氣吹至近乾。
- (七) 進行七、(三) 節淨化程序。
- (八) 將樣品以二氯甲烷轉移至注射樣品瓶，以氮氣吹至近乾。
- (九) 最後添加回收標準品工作溶液 10 μL ，待 HRGC/HRMS 分析。

四、結果及單位表示：

- (一) 每一個擦拭試驗視為獨立之樣品，所測得之有機氯農藥總濃度以 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ 表示。
- (二) 擦拭試驗樣品其總濃度測值如大於 1 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ ，則實驗室工作區已有

遭受污染之可能；當總濃度測值如大於 $100 \mu\text{g}/\text{m}^2$ ，必須依下述進行除污動作。

- 1.清除工作區桌面、水槽、排氣櫃及前處理設備等表面之粉塵微粒後再以清潔劑清洗擦拭
- 2.重複進行擦拭試驗測試，以確定無污染之虞。