

環境基質中多氯萘檢測方法—同位素標幟稀釋／氣相層析／高解析或串聯式質譜儀

中華民國 108 年 12 月 18 日環署授檢字第 1081007880 號公告
自中華民國 109 年 4 月 15 日生效
NIEA M908.00B

一、方法概要

本方法使用氣相層析／高解析質譜儀 (High-resolution mass spectrometer, GC/HRMS) 或氣相層析／串聯式質譜儀 (Tandem mass spectrometer, GC/MS-MS) 分析環境或其他基質樣品中多氯萘 (Polychlorinated naphthalenes, PCNs)，樣品經由萃取、濃縮、淨化等程序，利用 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟稀釋法 (Isotope dilution method)，測定多氯萘同源物之濃度。

二、適用範圍

本方法適用土壤、底泥、廢棄物(如灰渣、底渣、集塵灰)中一氯萘(2-MonoCN)、二氯萘(1,4-DiCN、1,5-DiCN、1,2-DiCN)、三氯萘(1,4,6-TriCN、1,2,3-TriCN)、四氯萘(1,3,5,7-TetraCN、1,4,5,8-TetraCN)、五氯萘(1,2,3,5,7-PentaCN、1,2,3,5,8-PentaCN)、六氯萘(1,2,3,4,6,7-HexaCN、1,2,3,5,6,8-HexaCN)、七氯萘(1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN)及八氯萘(OctaCN)，其名稱如表一所示。

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，干擾分析結果(註1)。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(註2)。

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，附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。
- (三) 樣品瓶：褐色玻璃瓶 2 L 至 5 L，附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。

- (四) 丟棄式玻璃移液管：Pyrex 材質，10 mL、5 mL 和 1 mL。
- (五) 洗瓶：鐵氟龍材質，500 mL。
- (六) 量筒：1 L。
- (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) 索氏萃取管：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) 矽膠軟管：8 × 12 mm。
- (十四) 藥勺：不銹鋼材質。
- (十五) 玻璃血清瓶：附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。
- (十六) 丟棄式玻璃滴管：約 23cm 長。
- (十七) 矽膠帽：1 mL 至 2 mL。
- (十八) 乾燥器(Desiccator)。
- (十九) 分液漏斗：250 mL、500 mL、2000 mL 玻璃或鐵氟龍製，附鐵氟龍栓。
- (二十) 錐形瓶：2 L。
- (二十一) 濾筒：43 mm × 123 mm、25 mm × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (二十二) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D 或同級品。
- (二十三) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50，直徑 142 mm、0.5 μm 孔

徑或同級品。

(二十四) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。

(二十五) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。

(二十六) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。

(二十七) 烘箱：溫度可達 400°C，並可維持工作溫度 110°C ± 5°C。

(二十八) 粉碎機：可將樣品研磨至 3 mm 至 5 mm 粒徑。

(二十九) 水浴槽：可加熱至 90°C，溫度可控制在 ± 2°C 以內者。

(三十) 冷凍乾燥機。

(三十一) 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) × 0.25µm (膜厚) DB-5MS 管柱或同級品。

(三十二) 質譜儀：

1. 高解析度質譜儀：解析度可達 8000 (10%波谷) 以上，穩定度 ± 5 ppm，具電子撞擊式 (EI) 離子源及選擇性離子監測 (Selected ion monitoring) 功能。
2. 串聯式質譜儀：電子撞擊式 (EI) 離子源及選擇性反應監測 (Selected reaction monitoring)，前驅 / 產物離子對 (Precursor/Product ion) 功能。

五、試劑(註4)

(一) 正己烷：殘量級。

- (二) 甲苯：殘量級。
- (三) 二氯甲烷：殘量級。
- (四) 甲醇：殘量級。
- (五) 正壬烷：殘量級。
- (六) 丙酮：殘量級。
- (七) 試劑水：不含有機物質之去離子水。
- (八) 硫酸：試藥級。
- (九) 無水硫酸鈉(Sodium sulfate, anhydrous)：粒狀，試藥級。使用前以二氯甲烷淋洗並烘乾後，儲存於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之乾淨玻璃瓶容器備用。
- (十) 矽藻土：Celite 545-AW，Supelco 2-0199 或同級品。
- (十一) 活性碳：Carbopak C，Supelco 1-0258 或同級品。
- (十二) 矽膠：Fisher，100 mesh 至 200 mesh 或同級品。必要時使用前以 180°C 至少加熱 1 小時活化之，置乾燥皿冷卻至室溫後儲存於附螺旋蓋鐵氟龍內襯之玻璃瓶備用。
- (十三) 矽酸鎂 (Florisil)：Supelco，20 mesh 至 100 mesh 或同級品。使用前於 170°C 至 180°C 至少活化 16 小時。
- (十四) 酸性矽膠(Acid silica gel)：混合 30 g 經活化後之矽膠與 20 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，使其完全混合（如有硬塊利用攪拌棒攪散）。儲存於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之玻璃瓶內。
- (十五) 活性碳 / 藻土 (Carbon/Celite)：Carbopack C/Celite 545 (18%,w/w)。混合 9.0 g 之 Carbopack C 活性碳與 41 g 之 Celite 545 於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之 250 mL 玻璃瓶中混合均勻，使用前於 130°C 至少活化 6 小時，儲於乾燥箱內備用。
- (十六) 空白基質：不含有待測物之壤土、砂土、黏土等相似基質，可參考公告之『土壤檢測方法總則 (NIEA S103)』六、(二) 方式製備或購買市售經確認之空白土壤。

(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(註 5)：

1. 內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 PCNs 共九種 ¹³C₁₀-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。

2. 回收標準溶液 (Recovery standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 PCBs 共四種 ¹³C₁₂-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。

(二十) 儲備標準溶液 (Stock standard solution)：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物儲備標準品之 PCNs。亦可使用市售已製備好之儲備標準溶液。

(二十一) 工作標準溶液 (Working standard solution)：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物工作標準品之 PCNs。亦可使用市售已製備好之工作標準溶液。

(二十二) 檢量校正標準溶液(註 6)：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物及同位素標幟標準品之 PCNs。亦可使用市售已製備好之檢量校正標準溶液。

六、採樣與保存

(一) 採得之樣品應裝入褐色玻璃樣品瓶內，保存在 10°C 以下且不結冰的狀態下運送保存。

(二) 樣品採集後儘可能在 30 天內完成萃取，並保存在 10°C 以下且不結冰的狀態下，萃取後 45 天內完成分析。

七、步驟

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) 樣品前處理

土壤、底泥、廢棄物(如灰渣、底渣、集塵灰)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，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 \leq 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8)。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)進行含水率測試。

(二) 樣品萃取：

樣品進行萃取時應先添加20 μ L之50 ng/mL $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟內標準品(註9)。依樣品量選用適當容積之索氏萃取裝置(註10)，將加有鐵氟龍沸石之乾淨燒瓶，承接索氏萃尿管進行索氏萃取迴流，調整熱源為每小時迴流4次至6次，萃取至少16小時以上後冷卻至室溫，詳述如下：

經預處理之飛灰等固體相樣品：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20 μ L之50 ng/mL $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟內標準品，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，再加入30 mL正己烷，減壓濃縮至體積約1 mL。

經七、(二)節萃取程序之其他樣品，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11)，以氮氣在室溫緩緩吹至近乾，待進行七、(三)節之淨化程序。

(三) 樣品淨化：樣品之淨化可依下述方式或參考附錄一淨化步驟進行之

1. 酸性矽膠管柱淨化：

(1) 淨化管柱製備

A. 酸性矽膠管柱：取20 mm(內徑) \times 230 mm(高)之玻璃管尖端塞緊玻璃棉，依序填入6-8 cm酸性矽膠及2-3 cm無水硫酸鈉。

B.預洗：以約 50 mL 正己烷流洗酸性矽膠並棄去洗液。

(2) 淨化步驟

將前述七、(二)經萃取後之正己烷溶液直接轉移至酸性矽膠管柱，並以圓底燒瓶收集，全部轉移完成後，再以每次 10 mL 之正己烷流洗淨化管柱共 5 次，收集於同一圓底燒瓶，減壓濃縮至 1 mL 左右，移去酸性矽膠管柱並編號儲存，待進行後續矽酸鎂管柱淨化程序(註 12)。

2. 矽酸鎂管柱淨化

(1) 淨化管柱製備

A.取 20 mm (內徑) × 230 mm (高)之玻璃管，尖端塞緊玻璃棉，依序填入 6-8 cm 矽酸鎂及 2-3 cm 無水硫酸鈉。

B.預洗：以約 50 mL 正己烷流洗矽酸鎂並棄去洗液。

(2) 淨化步驟

將前述七、(三) 1.節之濃縮液以正己烷直接轉移至矽酸鎂管柱，全部轉移完成後，並依下列順序流洗管柱。以每次 10 mL 之正己烷流洗淨化管柱共 2 次 (本段主要收集一氯萘至二氯萘，亦為雜質較高之收集液，若僅要分析四氯萘至八氯萘此段棄置)，再以 20 mL 二氯甲烷/正己烷(6/94, v/v)流洗，並以減壓至 0.5 mL，以少量二氯甲烷淋洗容器上部內壁，在約 37°C 下以氮氣吹除濃縮至近乾，待進行七、(四)節之儀器分析(註 13)。

(四) 分析

使用氣相層析/高解析質譜儀(GC/HRMS)或氣相層析/串聯式質譜儀(GC/MS-MS)分析樣品。分析條件如七、(四)1.節及七、(四)2.或 3.節所述。分析前每件樣品加入 20 μ L 之回收標準溶液如表三所示(註 14)。抽取 1 μ L 至 2 μ L 之濃縮萃取液注入氣相層析儀進行分析，測定 PCNs 含量。

1. 氣相層析操作條件，可視實際需要適當調整：

注射口：非分流模式，約 250°C。

載流氣體：氦氣，約 1.2 mL/min。

管柱溫度：120°C (1 min) 以 20°C/min 升溫至 200°C (3 min)，然後以 2.5°C/min 升溫至 235°C (3 min)，再以 3°C/min 升溫至 245°C，後以 15°C/min 升溫至 320°C (3 min)。

2. 高解析度質譜儀

解析度：8000 (10%波谷)，穩定度 ± 5 ppm

離子化模式：電子撞擊式(EI)

離子源溫度：約 280°C

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

(1) 高解析質譜儀解析度

由表四所列 PCNs 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 1 μ L 至 2 μ L 之標準溶液(如表三) 注入 GC/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，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全氟煤油 (Perfluorokerosene, PFK)，由表四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 15)作即時監測。

B. 以全氟煤油 (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，表四所列之每一監測群內之監測離子至少有 3 至 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四所列之差異須小於 5 ppm。

(2) 用 PFK 的質量鎖定離子來校正高解析質譜系統之漂移時，由表四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，此時應確認樣品是否已受污染(註 16)。

(3) 串聯式質譜儀

碰撞氣體：氬氣(Ar)。

離子化模式：電子撞擊式(EI)。

離子源溫度：約 320°C。

監測模式：選擇性反應監測(Selected reaction monitoring)，前驅/產物離子對(Precursor/Product ion)如表五所列。

3. 定性準則：下列定性準則係用於鑑定 PCNs

- (1) 使用高解析質譜儀時，離子強度比(M/M+2 或 M+2/M+4)要在理論比之 $\pm 15\%$ 以內，可接受之離子強度比範圍如表六所示；使用串聯式質譜儀時，離子強度比要在檢量線標準品測值平均值 $\pm 15\%$ 以內。
- (2) 待測物之滯留時間須落在相對應之 $^{13}\text{C}_{10}$ -內標準品及回收標準品等之滯留時間 3 秒範圍內。
- (3) 使用高解析質譜儀時，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；使用串聯式質譜儀時，表五所列待測物之兩監測前驅/產物離子對達最大強度值時之滯留時間差在 2 秒範圍內。
- (4) 若無相對應 $^{13}\text{C}_{10}$ -標幟之待測物時，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(continue calibration)時所得之相對滯留時間的 0.005 RRT 內，則可鑑定其存在。
- (5) 表四或表五所列待測物之兩監測離子對訊噪比(S/N)須為 2.5 以上；在檢量校正曲線時必須為 10 以上。

4. 定量準則：以待測物之兩監測離子(或離子對)之面積和用以定量該待測物的含量。內標準品定量同一含氣數同源物之

PCNs，如用 $^{13}\text{C}_{10}$ -1,5-DiCN 定量其他 DiCN。用 $^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 70 計算一氯至四氯內標準品之回收率。用 $^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 111 計算五氯之回收率， $^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 138 計算六氯內標準品之回收率， $^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 170 計算七氯及八氯內標準品之回收率，其定量對應關係如表二。

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，原則區分如下：

- (1) 土壤及底泥：各種同源物濃度及總濃度以 ng/kg 或 pg/g 表示。
- (2) 廢棄物(如灰渣、底渣、集塵灰)：各種同源物濃度及總濃度以 ng/g 表示。

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 的兩監測離子對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。

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_{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。

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。

C_i = 樣品中 PCNs 的濃度。

C_T = 樣品中 PCNs 或 PCNs 的濃度總和。

H_{is} = 樣品中內標準品 i 的兩監測離子對高度之和。

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(重量或體積)。

(二) 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$$RRF_i = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 \frac{A_{cij} \times M_{ci}^*}{A_{cij}^* \times M_{cij}}$$

(三) PCNs 之濃度

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

(四) 內標準品相對於回收標準品之平均相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 \frac{A_{ci}^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{ci}^*}$$

(五) 內標準品之回收率

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

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

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

或

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

(七) 樣品中 PCNs 的濃度總和

$$C_T = \sum_{i=1}^n C_i$$

任何 PCNs 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)，以便計算樣品中 PCNs 的總濃度值。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) 本方法所使用之 GC/HRMS 或 GC/MS-MS 宜由具氣相層析/高解析質譜儀或氣相層析/串聯式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。
- (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節所述品質管制規範。
- (三) 依本方法執行多氯萘檢測之實驗室，必須有完整之品保品管程序包括同位素標幟物添加分析、實驗室空白分析、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多氯萘檢測時，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。
- (四) 起始精密度與回收率：

實驗室在建立多氯萘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，計算其平均回收率及標準偏差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. 如果四重複分析之平均回收率及標準偏差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。

(五) 檢量校正

1. 在建立多氯萘分析儀器操作條件時，其 PCNs 待測物所對應定量之 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟物參考如表二。
2. 起始檢量校正：採用表四之 5 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 20%。離子強度比值應符合七、(四) 4.(1)節所述。
3. 日績效查核

批次上機分析之日績效查核(註 17)，包括每日檢量校正查核及層析管柱解析度查核等，說明如下：

- (1) 每日檢量校正查核：先行分析表四之中間濃度標準溶液 (1 μL 至 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，須符合表七所列之規範。此外，離子強度比必須符合七、(四) 4.(1)節所述。
- (2) 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，偏差應都小於或等於 20%。此外，離子強度比必須符合七、(四) 4.(1)節所述。
- (3) 層析管柱解析度查核：每批次樣品上機分析前應進行層析管柱解析度查核，確認 1,5-DiCN 及其他 DiCN 異構物解析度。解析度(Resolution)之定義為與 1,5-iCN 相鄰層析峰間之波谷高度須不超過其層析峰高度之 25% 以上，如圖二所示。

(六) 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並以其回收率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。
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、(九)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(SR)，以建立檢驗員對每一特性基質樣品之品管指標($R \pm 2SR$)，作為其檢測能力持續維持之參考。

(七) 空白樣品分析：製備參考基質模擬樣品(註 18)以確認方法之分析程序未受污染。

1. 在每一批次(註 19)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. 如果方法空白分析之測值大於 2 倍方法偵測極限之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，均應附上該批次方法空白分析之數據，以供數據之有效性評估參考。

(八) 品管規範

1. 內標準品回收百分率：表三所列 9 種 $^{13}\text{C}_{10}$ -標幟之 PCNs 由一到八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 PCNs 之含量，同時監測整個萃取、淨化及分析過程之效率。一到八氯內標準品之回收率須落在 30%至 140%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 50%至 150%範圍內。
3. 每一批次樣品至少要做一次方法空白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(如表八)，來源係以空白基質添加待測物標準品及 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟標準品。

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，戴奧辛及呋喃檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析／高解析質譜法 NIEA M801.13B，中華民國 103 年。
- (三) 行政院環境保護署，持久性有機污染物檢測技術開發(1/2~2/2) EPA-107-E3S4-04-09，中華民國 107 年。

註 1：建議檢測分析使用之器皿使用前以丙酮、二氯甲烷、甲苯淋洗。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。

註 2：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，俾利追溯各別樣品可能之干擾來源，重複使用之玻璃器皿勿以高溫烘烤，以免增加玻璃表面活性而易吸附 PCNs 化合物。

註 3：PCNs 在動物實驗中被發現具有致瘡性、致癌性和致畸形性。分析人員須注意避免吸入和攝入受 PCNs 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 4：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(MSDS)，參考資料應置於分析人員易取得之處。

註 5：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應與檢量校正標準溶液一致。

- 註 6：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 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。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 μm (60 mesh) 篩網後，再秤取樣品。
- 註 9：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 10：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 11：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 12：樣品中若含有硫之干擾物質時，可於酸性矽膠管柱下端加填約 1 mL 刻度之 10% 硝酸銀矽膠，以去除硫之干擾物，此時須以約 100 mL 之正己烷流洗收集，濃縮後進行後續淨化程序。
- 註 13：容器內如有可視之物質存在時應再以酸性矽膠管柱淨化以去除可能之污染。
- 註 14：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 15：鎖定及監測頻道之質量可依質譜儀特性而適度調整之。
- 註 16：當樣品內含其他 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素干擾，影響待測物之定量結果時，可先稀釋後再添加 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素內標準品重新上機，並於報告中備註說明。

註 17：每次上機分析之樣品批次，若在 24 小時區間內完成，可不必於樣品批次分析完成後，再執行一次檢量線查核。但若總上機分析時間超過 24 小時，則須於樣品批次分析完成後，再執行一次檢量線查核。

註 18：參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 19：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 20：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，實驗室應依相關規定妥善儲存、處理。

表一 多氯萘待測物與同位素標幟物一覽表

多氯萘待測物 ¹ (CAS 登錄碼)	同位素標幟物 (CAS 登錄碼)	同位素標幟物 (CAS 登錄碼)
2-MonoCN (91-58-7)	¹³ C ₁₀ -2-MonoCN (91-58-7)	-
1,2-DiCN (2050-69-3)	-	-
1,4-DiCN (1825-31-6)	-	-
1,5-DiCN (1825-30-5)	-	-
1,2,3-TriCN (50402-52-3)	-	-
1,4,6-TriCN (2437-54-9)	-	-
1,4,5,8-TetraCN (3432-57-3)	-	¹³ C ₁₂ -2,3',4',5-TetraCB(PCB70) (208263-81-4)
1,3,5,7-TetraCN (53555-64-9)	-	-
1,2,3,5,7-PentaCN (53555-65-0)	-	¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PentaCB(PCB111) (235416-29-2)
1,2,3,5,8-PentaCN (150224-24-1)	-	-
1,2,3,4,6,7-HexaCN (103426-96-6)	¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN (67922-27-4)	¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HexaCB(PCB138) (208263-66-5)
1,2,3,5,6,8-HexaCN (103426-95-5)	-	-
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN (58863-14-2)	-	¹³ C ₁₂ -2,2',3,3',4,4',5-HeptaCB(PCB170) (35065-30-6)
OctaCN (2234-13-1)	-	-

1 : Chlorinated naphthalene

MonoCN = Monochloronaphthalene, DiCN = Dichloronaphthalene

TriCN = Trichloronaphthalene, TetraCN = Tetrachloronaphthalene

PentaCN = Pentachloronaphthalene, HexaCN = Hexachloronaphthalene

HeptaCN = Heptachloronaphthalene, OctaCN = Octachloronaphthalene

TetraCB = Tetrachlorobiphenyl, PentaCB = Pentachlorobiphenyl

HexaCB = Hexachlorobiphenyl, HeptaCB = Heptachlorobiphenyl

表二 多氯萘待測物與對應同位素標幟物定性(定量)基準及單一實驗室土壤基質方法偵測極限

待測物及同位素標幟物	對應同位素標幟物 定性(定量)基準	方法偵測極限 (pg/g)
2-MonoCN	¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	0.057
1,4-DiCN	¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	0.092
1,5-DiCN	¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	0.086
1,2-DiCN	¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	0.091
1,4,6-TriCN	¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	0.098
1,2,3-TriCN	¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	0.150
1,3,5,7-TetraCN	¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	0.116
1,4,5,8-TetraCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	0.121
1,2,3,5,7-PentaCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	0.114
1,2,3,5,8-PentaCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	0.156
1,2,3,4,6,7-HexaCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	0.132
1,2,3,5,6,8-HexaCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	0.168
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	0.170
OctaCN	¹³ C ₁₀ -OctaCN	0.121
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	¹³ C ₁₂ -PCB 70	-
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	¹³ C ₁₂ -PCB 70	-
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	¹³ C ₁₂ -PCB 70	-
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	¹³ C ₁₂ -PCB 70	-
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	¹³ C ₁₂ -PCB 111	-
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	¹³ C ₁₂ -PCB 138	-
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	¹³ C ₁₂ -PCB 138	-
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	¹³ C ₁₂ -PCB 170	-
¹³ C ₁₀ -OctaCN	¹³ C ₁₂ -PCB 170	-

表三 起始檢量校正標準溶液

Compound(ng/mL)	CS1	CS 2	CS 3	CS 4	CS 5
2-MonoCN	0.5	2	10	50	250
1,4-DiCN	0.5	2	10	50	250
1,5-DiCN	0.5	2	10	50	250
1,2-DiCN	0.5	2	10	50	250
1,4,6-TriCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3-TriCN	0.5	2	10	50	250
1,3,5,7-TetraCN	0.5	2	10	50	250
1,4,5,8-TetraCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3,5,7-PentaCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3,5,8-PentaCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3,4,6,7-HexaCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3,5,6,8-HexaCN	0.5	2	10	50	250
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	0.5	2	10	50	250
OctaCN	0.5	2	10	50	250
IS					
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₀ -OctaCN	50	50	50	50	50
RS					
¹³ C ₁₂ -PCB 70	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -PCB 111	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -PCB 138	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -PCB 170	50	50	50	50	50

表四 PCNs 待測物和 $^{13}\text{C}_{10}$ -同位素標幟物之監測離子群(HRGC/HRMS)

監測群	質量 m/z^1	m/z 型式	元素組成	簡稱 ²
1	180.9888	鎖定/監測 ⁴	C_6F_{13}	PFK
	162.0236	M	$\text{C}_{10}\text{H}_7 \text{ }^{35}\text{Cl}$	MonoCN
	164.0208	M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_7 \text{ }^{37}\text{Cl}$	MonoCN
	172.0572	M	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_7 \text{ }^{35}\text{Cl}$	MonoCN ³
	174.0543	M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_7 \text{ }^{37}\text{Cl}$	MonoCN ³
	195.9847	M	$\text{C}_{10}\text{H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl}_2$	DiCN
	197.9818	M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl} \text{ }^{37}\text{Cl}$	DiCN
	206.0182	M	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl}_2$	DiCN ³
	208.0153	M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl} \text{ }^{37}\text{Cl}$	DiCN ³
	2	268.9824	鎖定/監測 ⁴	$\text{C}_{10}\text{F}_{13}$
229.9457		M	$\text{C}_{10}\text{H}_5 \text{ }^{35}\text{Cl}_3$	TriCN
231.9428		M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_5 \text{ }^{35}\text{Cl}_2 \text{ }^{37}\text{Cl}$	TriCN
263.9067		M	$\text{C}_{10}\text{H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_4$	TetraCN
265.9038		M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}$	TetraCN
273.9402		M	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_4$	TetraCN ³
275.9373		M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}$	TetraCN ³
3		292.9824	鎖定/監測 ⁴	C_8F_{15}
	299.8648	M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PentaCN
	301.8618	M+4	$\text{C}_{10}\text{H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	PentaCN
	309.8983	M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PentaCN ³
	311.8954	M+4	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	PentaCN ³
	301.9626	M	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl}_4$	PCB 70 ³
	303.9597	M+2	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_6 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PCB 70 ³
4	342.9792	鎖定/監測 ⁴	C_9F_{17}	PFK
	333.8258	M+2	$\text{C}_{10}\text{H}_2 \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}$	HexaCN
	335.8229	M+4	$\text{C}_{10}\text{H}_2 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	HexaCN
	343.8594	M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_2 \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}$	HexaCN ³
	345.8564	M+4	$^{13}\text{C}_{10}\text{H}_2 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	HexaCN ³
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_5 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PCB 111 ³
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_5 \text{ }^{35}\text{Cl}_3 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	PCB 111 ³
	5	380.9760	鎖定/監測 ⁴	$\text{C}_{11}\text{F}_{17}$
367.7868		M+2	$\text{C}_{10}\text{H} \text{ }^{35}\text{Cl}_6 \text{ }^{37}\text{Cl}$	HeptaCN
369.7839		M+4	$\text{C}_{10}\text{H} \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	HeptaCN
377.8204		M+2	$^{13}\text{C}_{10}\text{H} \text{ }^{35}\text{Cl}_6 \text{ }^{37}\text{Cl}$	HeptaCN ³
379.8174		M+4	$^{13}\text{C}_{10}\text{H} \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	HeptaCN ³
371.8817		M+2	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PCB 138 ³
373.8788		M+4	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_4 \text{ }^{35}\text{Cl}_4 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	PCB 138 ³
6		392.9760	鎖定/監測 ⁴	$\text{C}_{11}\text{F}_{17}$
	401.7479	M+2	$\text{C}_{10} \text{ }^{35}\text{Cl}_7 \text{ }^{37}\text{Cl}$	OctaCN
	403.7450	M+4	$\text{C}_{10} \text{ }^{35}\text{Cl}_6 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	OctaCN
	411.7814	M+2	$^{13}\text{C}_{10} \text{ }^{35}\text{Cl}_7 \text{ }^{37}\text{Cl}$	OctaCN ³
	413.7785	M+4	$^{13}\text{C}_{10} \text{ }^{35}\text{Cl}_6 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	OctaCN ³
	405.8428	M+2	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_6 \text{ }^{37}\text{Cl}$	PCB 170 ³
	407.8398	M+4	$^{13}\text{C}_{12} \text{ H}_3 \text{ }^{35}\text{Cl}_5 \text{ }^{37}\text{Cl}_2$	PCB 170 ³

1. 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

2. MonoCN=Monopolychlorinated naphthalenes, PentaCN=Pentapolychlorinated naphthalenes

DiCN=Dipolychlorinated naphthalenes, HexaCN=Hexapolychlorinated naphthalenes

TriCN=Tripolychlorinated naphthalenes, HeptaCN=Heptapolychlorinated naphthalenes
TetraCN= Tetrapolychlorinated naphthalenes, OctaCN=Octapolychlorinated naphthalenes
3.同位素標幟物 4.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 多氯萘待測物和同位素標幟物之監測離子對(GC/MS-MS)

化合物名稱	RT (min)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy(eV)
2-MonoCN	5.65	162	127	16
2-MonoCN	5.65	164	127	14
1,4-DiCN	7.44	196	126	28
1,4-DiCN	7.44	198	126	28
1,5-DiCN	7.5	196	126	28
1,5-DiCN	7.5	198	126	28
1,2-DiCN	7.7	196	126	28
1,2-DiCN	7.7	198	126	28
1,4,6-TriCN	10.13	230	160	26
1,4,6-TriCN	10.13	232	162	28
1,2,3-TriCN	11.16	230	160	26
1,2,3-TriCN	11.16	232	162	28
1,3,5,7-TetraCN	12.73	264	194	28
1,3,5,7-TetraCN	12.73	266	196	28
1,4,5,8-TetraCN	17.53	264	194	28
1,4,5,8-TetraCN	17.53	266	196	28
1,2,3,5,7-PentaCN	18.62	300	228	26
1,2,3,5,7-PentaCN	18.62	302	230	28
1,2,3,5,8-PentaCN	21.66	300	228	26
1,2,3,5,8-PentaCN	21.66	302	230	28
1,2,3,4,6,7-HexaCN	26.06	334	264	28
1,2,3,4,6,7-HexaCN	26.06	336	266	28
1,2,3,5,6,8-HexaCN	27.18	334	264	28
1,2,3,5,6,8-HexaCN	27.18	336	266	28
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	31.84	368	298	24
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	31.84	370	300	24
OctaCN	34.26	412	342	28
OctaCN	34.26	414	344	28
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	5.68	172	137	16
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	5.68	174	137	16
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	7.5	206	136	26
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	7.5	208	136	28
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	12.73	274	204	28
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	12.73	276	206	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	15.31	274	204	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	15.31	276	206	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	18.62	310	240	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	18.62	312	240	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	26.06	344	274	26
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	26.06	346	276	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	27.18	344	274	26
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	27.18	346	276	28
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	31.84	378	308	26
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	31.84	380	310	28
¹³ C ₁₀ -OctaCN	34.26	412	342	26
¹³ C ₁₀ -OctaCN	34.26	414	344	26

$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 70	17.76	302	232	26
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 70	17.76	304	234	26
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 111	20.72	336	266	26
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 111	20.72	338	268	28
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 138	26.75	372	302	20
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 138	26.75	374	304	20
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 170	31.24	406	336	30
$^{13}\text{C}_{12}$ -PCB 170	31.24	408	338	28

表六 PCNs 離子強度比之品管範圍(GC/HRMS)

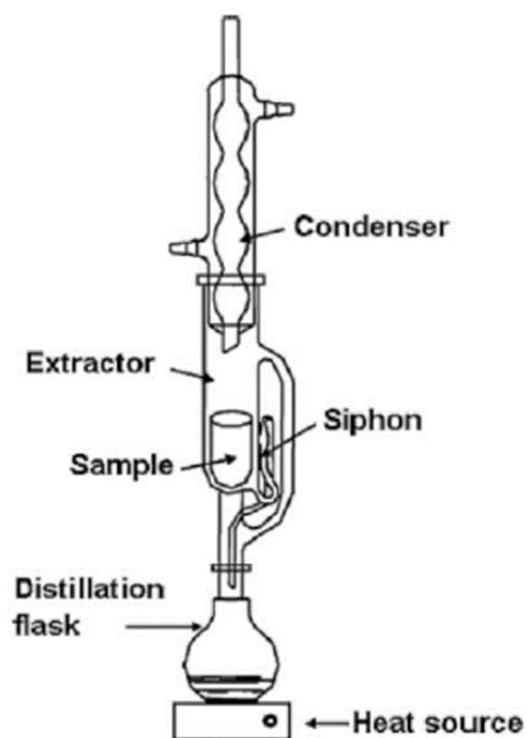
C1 原子數	離子型態	理論比值	管制值(±15%)	
			下限	上限
1	M/M+2	3.03	2.57	3.48
2	M/M+2	1.53	1.30	1.76
3	M/M+2	1.02	0.87	1.17
4	M/M+2	0.77	0.65	0.89
5	M+2/M+4	1.55	1.32	1.78
6	M+2/M+4	1.24	1.05	1.43
7	M+2/M+4	1.04	0.88	1.20
8	M+2/M+4	0.89	0.76	1.02

表七 起始精密度與回收率管制範圍

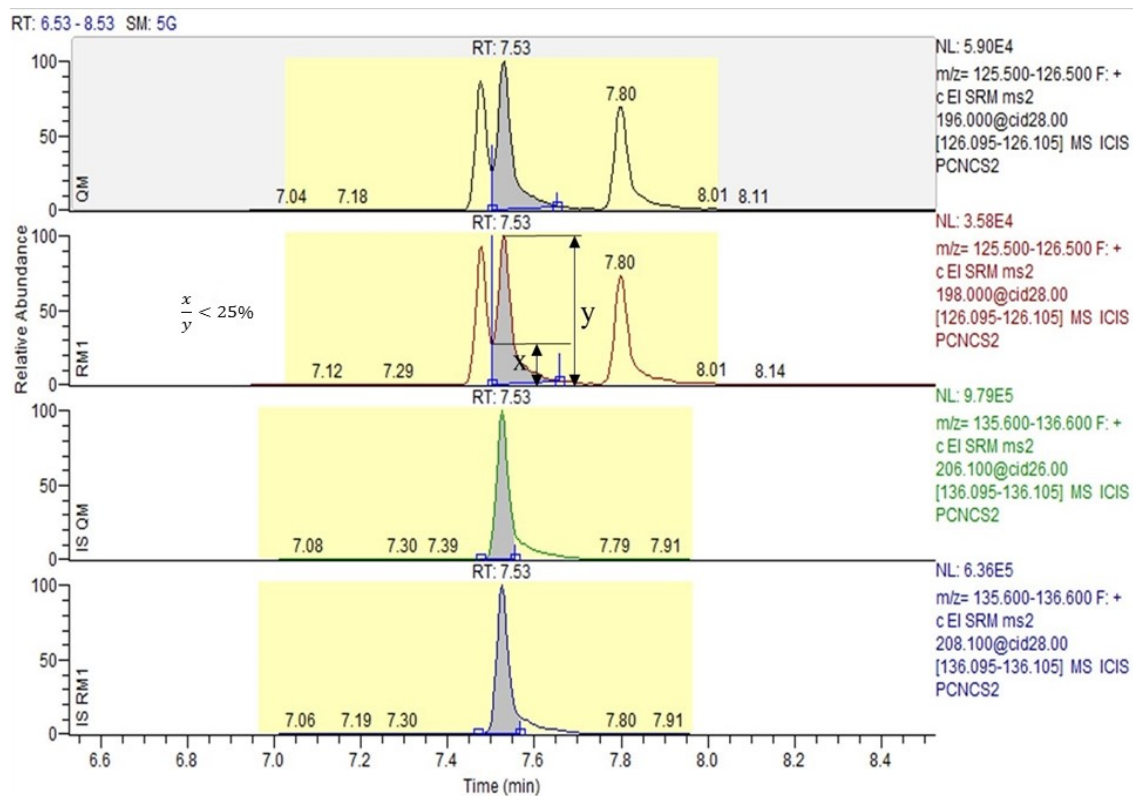
化合物名稱	管制範圍	
	平均回收率(%)	標準偏差 SD(%)
待測物		
2-MonoCN	50-150	20
1,4-DiCN	50-150	20
1,5-DiCN	50-150	20
1,2-DiCN	50-150	20
1,4,6-TriCN	50-150	20
1,2,3-TriCN	50-150	20
1,3,5,7-TetraCN	50-150	20
1,4,5,8-TetraCN	50-150	20
1,2,3,5,7-PentaCN	50-150	20
1,2,3,5,8-PentaCN	50-150	20
1,2,3,4,6,7-HexaCN	50-150	20
1,2,3,5,6,8-HexaCN	50-150	20
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	50-150	20
OctaCN	50-150	20
內標準品		
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	30-140	20
¹³ C ₁₀ -OctaCN	30-140	20

表八 單一實驗室飛灰、土壤、底泥空白基質添加品管樣品精密度及回收率

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	平均回收率%	標準偏差%	範圍(Range)%, n=6
待測物				
2-MonoCN	5	95	0.8	92~96
1,4-DiCN	5	96	7.1	89~105
1,5-DiCN	5	102	4.5	89~108
1,2-DiCN	5	98	5.9	92~107
1,4,6-TriCN	5	107	8.2	94~114
1,2,3-TriCN	5	101	7.9	89~108
1,3,5,7-TetraCN	5	97	6.8	87~106
1,4,5,8-TetraCN	5	102	4.7	98~109
1,2,3,5,7-PentaCN	5	100	7.9	89~103
1,2,3,5,8-PentaCN	5	108	9.2	94~116
1,2,3,4,6,7-HexaCN	5	101	6.6	90~105
1,2,3,5,6,8-HexaCN	5	106	9.4	89~112
1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	5	103	11.9	89~115
OctaCN	5	104	8.0	92~112
內標準品				
¹³ C ₁₀ -2-MonoCN	50	53	9.8	40~68
¹³ C ₁₀ -1,5-DiCN	50	56	7.2	47~67
¹³ C ₁₀ -1,3,5,7-TetraCN	50	86	4.1	80~91
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4-TetraCN	50	75	0.9	73~79
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,7-PentaCN	50	81	5.3	80~90
¹³ C ₁₀ -1,2,3,5,6,7-HexaCN	50	91	6.2	82~96
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,7-HexaCN	50	88	4.4	81~93
¹³ C ₁₀ -1,2,3,4,5,6,7-HeptaCN	50	73	3.3	67~76
¹³ C ₁₀ -OctaCN	50	82	6.4	77~86



圖一、索氏萃取器參考圖



圖二、1,5-DiCN 在層析管柱之解析度

附錄一：參考淨化程序

淨化方式：

(一) 酸性矽膠管柱

20 mm (內徑) × 230 mm (高) 之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，依序填入 7 g 酸性矽膠及 2 g 無水硫酸鈉，以 30 mL 正己烷流洗管柱並棄去洗液。將樣品萃取濃縮液溶於 5 mL 之正己烷中移置入管柱，再以二次 5 mL 正己烷流洗原容器後加入矽膠管柱。最後取 90 mL 正己烷流洗管柱，並保留全部之流洗液，以減壓濃縮至 1 mL。

(二) 矽酸鎂管柱

20 mm (內徑) × 150 mm (高) 之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，依序填入 7 g 活化矽酸鎂及 2 g 無水硫酸鈉，以 30 mL 正己烷流洗管柱並棄去洗液。將前述(一)部分之濃縮液移置入矽酸鎂管柱，並依下列順序流洗管柱。先以 60 mL 正己烷流洗(本段主要收集一氯萘至二氯萘，亦為雜質較高之收集液，若僅要分析四氯萘至八氯萘此段棄置)，再以 20 mL 二氯甲烷/正己烷(0.6/99.4, v/v)流洗，最後以 20 mL 二氯甲烷/正己烷(60/40, v/v)流洗，共收集 100 mL 流洗液，並以氮氣濃縮吹除(加熱)至 0.5 mL，再轉移至注射樣品瓶，用少量二氯甲烷淋洗注射樣品瓶內壁，再以氮氣吹除濃縮至淨乾，儲存於室溫，避免光照。待進行本文七、(四)節之儀器分析。

(三) 活性炭管柱

20 mm (內徑) × 150 mm (高) 之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，依序填入 0.5 g 活性炭及 2 g 無水硫酸鈉，以 30 mL 正己烷流洗管柱並棄去洗液。將前述(一)部分之濃縮液移置入活性炭管柱，並依下列順序流洗管柱。先以 60 mL 正己烷流洗(本段主要收集一氯萘至二氯萘，亦為雜質較高之收集液，若僅要分析四氯萘至八氯萘此段棄置)，再以 15 mL 二氯甲烷/正己烷(20/80, v/v)流洗，最後以 60 mL 甲苯流洗，共收集 75 mL 流洗液，並以氮氣濃縮吹除至 0.5 mL，再轉移至注射樣品瓶，用少量二氯甲烷淋洗注射樣品瓶內壁，再以氮氣吹除(加熱)濃縮至淨乾，儲存於室溫，避免光照。待進行本文七、(四)節之儀器分析。