

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

中華民國 107 年 12 月 11 日環署授檢字第 1070007794 號公告
自中華民國 108 年 3 月 15 日生效
NIEA M805.01B

一、方法概要

本方法使用氣相層析/串聯式質譜儀法(Gas chromatograph/tandem mass spectrometer, GC/MS-MS)分析環境基質及其他基質樣品中戴奧辛(Polychlorinated dibenzo-*para*-dioxins, PCDDs)及呋喃(Polychlorinated dibenzofurans, PCDFs)之檢測，樣品經由萃取、濃縮、淨化等程序，利用 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟稀釋法(Isotope dilution method)，測定十七種含 2,3,7,8-氯化戴奧辛及呋喃同源物之濃度並計算其總毒性當量濃度。

二、適用範圍

- (一) 本方法適用於測定一般環境基質之放流水、飲用水水質、飲用水水源水質、土壤、底泥、廢棄物、灰渣、底渣、集塵灰、生物組織、環境用藥及其他基質樣品中 2,3,7,8-四氯戴奧辛(2,3,7,8-Tetrachlorinated dibenzo-*p*-dioxin, 2,3,7,8-TeCDD)，2,3,7,8-四氯呋喃(2,3,7,8-Tetra chlorinated dibenzofuran, 2,3,7,8-TeCDF) 及 2,3,7,8-氯化之五氯(Penta-)，六氯(Hexa-)，七氯(Hepta-)與八氯(Octa-)戴奧辛及呋喃等共十七項化合物之含量，其名稱如表一所示。
- (二) 一般水中之戴奧辛及呋喃濃度極低，需採集足量體積，以提昇待測物偵測靈敏度，樣品可定量範圍通常視樣品體積、最終定量體積及樣品受干擾程度而異。依據本所「環境檢驗方法偵測極限測定指引 (NIEA-PA107)」製作單一實驗室方法偵測極限如表二所示。
- (三) 本方法所使用之 GC/MS-MS 宜由具氣相層析/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。
- (四) 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第九節所述品質管制規範。

- (五) 戴奧辛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，干擾分析結果。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）；分液漏斗之鐵氟龍栓拆解後同玻璃器皿步驟清洗。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 PCDDs/PCDFs 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) 泡棉 (Polyurethane foam, PUF)：3 英吋厚圓柱形之聚胺基甲酸乙酯泡棉 (密度大於 0.022 g/cm^3)。圓柱形 PUF 之直徑 (約 6.3 公分) 應該略大於玻璃套筒之內直徑；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 溫度下抽二小時至四小時乾燥，以乾淨鋁箔包妥備用。
- (三) 玻璃套筒：用來放置泡棉以捕集吸附樣品。
- (四) 廣口玻璃瓶：褐色，容量 100 mL、250 mL、500 mL，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (五) 樣品瓶：褐色玻璃 2 L 至 5 L，附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。
- (六) 丟棄式玻璃移液管：Pyrex 材質，10 mL、5 mL 和 1 mL。

- (七) 洗瓶：鐵氟龍材質，500 mL。
- (八) pH 計：附玻璃電極。
- (九) pH 試紙：pH 值 1 ~ 14。
- (十) 量筒：1 L。
- (十一) 樣品瓶試管：6 dram、4 dram 和 3 dram，內容量分別 24 mL、16 mL 及 12 mL，附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。
- (十二) 圓（平）底燒瓶：Pyrex 材質，1000 mL、500 mL、250 mL，24/40 或同級品。
- (十三) 梨形瓶：Pyrex 材質，50 mL，24/40 或同級品。
- (十四) 鐵氟龍沸石。
- (十五) 玻璃移液管切割刀。
- (十六) 索氏萃尿管：Pyrex 材質，下端規格 24/40，上端規格 50/50 或同級品。
- (十七) 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)。
- (十八) 五球冷凝管：接口處規格 50/50 或同級品。
- (十九) 矽膠軟管：8 m/m × 12 m/m。
- (二十) 藥勺：不銹鋼材質。
- (二十一) 玻璃血清瓶：附鐵氟龍內墊之螺旋蓋。
- (二十二) 丟棄式玻璃滴管：9 英吋長。
- (二十三) 矽膠帽：1 mL 至 2 mL。
- (二十四) 乾燥器(Desiccator)。
- (二十五) 分液漏斗：250 mL、500 mL、2000 mL 玻璃或鐵氟龍製，附鐵氟龍栓。
- (二十六) 玻璃漏斗：125 mL、250 mL。

- (二十七) 布氏漏斗：15 cm 內徑。
- (二十八) 錐形瓶：2 L 過濾用。
- (二十九) 濾筒：43 mm × 123 mm、25 mm × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (三十) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D 或同級品。
- (三十一) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50，直徑 142 mm、0.5 μm 孔徑或同級品。
- (三十二) 天平：
1. 精密天平：可精秤至 0.1 mg。
 2. 電子天平：可精秤至 10 mg。
- (三十三) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。
- (三十四) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (三十五) 烘箱：溫度可達 400°C，並可維持工作溫度 110°C ± 5°C。
- (三十六) 均質機(Tissue homogenizer)
- (三十七) 搗碎機(Meat grinder)：3 mm 至 5 mm 孔徑。
- (三十八) 切碎機：Ropot coupt R-5 plus 5 L 或同級品。
- (三十九) 壓力式過濾裝置：Millipore YT30 142 HW 不銹鋼材質或同級品。
- (四十) 磁子攪拌裝置。
- (四十一) 水浴槽：可加熱至 90°C，溫度可控制在 ±2°C 以內者。
- (四十二) 冷凍乾燥機。
- (四十三) 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：

(1) 40 m (長度) × 0.18 mm (內徑) × 0.18 μm (膜厚)
TG-Dioxin 管柱或同級品。

(2) 60 m (長度) × 0.25 mm (內徑) × 0.25 μm (膜厚)
DB-5MS 管柱或同級品。

(四十四) 串聯式質譜儀：四極柱質譜解析度設定須等於或優於單位質量解析度 (能夠分離 1 個質量單位差異的 2 支質譜峰)。

五、試劑

(一) 正己烷：殘量級。

(二) 甲苯：殘量級。

(三) 環己烷：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：不含有機物質之去離子水。

(九) 硫酸：試藥級。

(十) 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，儲存於附螺旋蓋鐵氟龍內墊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：Carbopak C，supelco 1-0258；或 AX-21；或同級品。

- (十三) 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墊之玻璃瓶備用。
- (十四) 硝酸銀矽膠(10%, w/w)：溶解硝酸銀 5.6 g 於 21.5 mL 試劑水中，將此硝酸銀溶液逐步加入 50 g 矽膠中，充分震盪攪拌使其完全混合後，移入 180°C 烘箱隔夜活化後，置乾燥皿靜置至室溫，避光儲存於乾燥箱內備用。
- (十五) 酸性氧化鋁(Acid alumina)：Lancaster synthesis，Brockmann grade I，50 mesh 至 200 mesh；或同級品。使用前於 170°C 至 180°C 至少活化 16 小時。
- (十六) 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。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。
- (十七) 活性碳／矽藻土(Carbon/Celite)：下述二種配製方法，可擇一使用。
1. 配方 CC：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。
 2. 配方 AX：AX-21/Celite 545 (8%, w/w)。混合 10.7 g 之 AX-21 活性碳與 124 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 至少活化 6 小時，儲於乾燥箱內備用。
- (十八) 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. 水相樣品：以試劑水為參考介質。
 2. 多固相樣品：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。
 3. 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 PCDDs/PCDFs 時亦可適用，如果背景值有檢測出 PCDDs/PCDFs，則依九、(二)節所述其待測物之添加量與背景值比(Spike to background ratio)，可酌量增加一倍至五倍之範圍，以進行起始精密度與回收率測試。

- (十九) 氮氣(N₂)：純度 99.99% 以上。
- (二十) 氦氣(He)：純度 99.9995% 以上。
- (二十一) 氬氣(Ar)：純度 99.9995% 以上。
- (二十二) 同位素標幟標準溶液 (註 6)：
 - 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(PCDDs)及(PCDFs)共十五種 ¹³C₁₂-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. 淨化標準溶液(Cleanup standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 ³⁷Cl₄-2,3,7,8-TeCDD 淨化標準工作溶液。亦可使用市售已製備好之淨化標準工作溶液。
 - 3. 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 PCDDs 共二種 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。
- (二十三) 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三所示參考濃度之所有待測物儲備標準品之 PCDDs 及 PCDFs。亦可使用市售已製備好之儲備標準溶液。
- (二十四) 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三所示參考濃度之所有待測物工作標準品之 PCDDs 及 PCDFs。亦可使用市售已製備好之工作標準溶液。
- (二十五) 檢量校正標準溶液 (註 7)：以正壬烷配製內含表四所示參考濃度之所有待測物及同位素標幟標準品之 PCDDs 及

PCDFs。亦可使用市售已製備好之檢量校正標準溶液。

(二十六) 確認管柱解析度標準品(Isomer specificity test standard)，如表五所列。

六、採樣及保存

- (一) 土壤、底泥、廢棄物、灰渣、底渣、集塵灰及水體可參考本署公告「土壤採樣方法」、「事業廢棄物採樣方法」、「底泥採樣方法」、「廢棄物焚化灰渣採樣方法」及「水中戴奧辛及呔喃採樣方法」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 10°C 以下運送至實驗室。
- (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°C 以下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 10°C 以下，送至實驗室處理。
- (四) 環境用藥原物料及產品：依包裝直接採集，同製造批次(號)採樣三件，以原包裝在室溫下保存，保存期限依廠商建議時間為原則。
- (五) 實驗室於收樣後，儘可能在 30 天內完成萃取，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。
- (六) 雖無數據證明最長之樣品保存期限，如果將水質樣品存於暗處 0°C ~ 4°C，其它基質樣品如經乾燥、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、廢棄物、灰渣、底渣、集塵灰、放流水、飲用水、飲用水水源、生物組織、環境用藥及其他基質樣品，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、廢棄物、灰渣、底渣及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 10）（約需 7 天 至 10 天）或冷凍乾燥。風乾過程需偶爾將團粒（如粒徑大於 15 mm）剝散，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 ≤ 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 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 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. 水質或落塵樣品經 PUF 及玻璃纖維濾膜過濾吸附後置於乾淨區域風乾，或以冷凍乾燥法除去水分，待進行步驟七、（二）之樣品萃取程序。

另取 20 g 水樣經 GF/D 濾紙過濾，以 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 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

$$\text{固體含量 \%} = \frac{W_d - W_f}{20 \text{ g}} \times 100 \% \quad \text{計算式-2}$$

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），經冷凍乾燥除水後秤重，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）。

4. 其他介質樣品：

- (1) 植物樣品（蔬菜類）經清洗晾乾後，切成 2 公分至 3 公分大小，置入冷凍乾燥瓶中並稱重，再移入冰櫃冷凍，

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（註 14）如表三 100 ng/mL 添加 20 μL 。

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，萃取至少 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、廢棄物、灰渣、底渣及集塵灰等固相樣品：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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 ng/mL 20 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) 環境用藥原物料及產品：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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 ng/mL 20 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。

(3) 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 克至 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 倍至 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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 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。

- (4)水質樣品：將 PUF 吸附介質及玻璃纖維濾膜（註 17），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 100 ng/mL 20 μL ，以甲苯（約 700 mL）進行索氏萃取迴流（註 18），待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。
- (5)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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 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。

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 100 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 之平底燒瓶，以減壓濃縮至近乾；待第一次有機層皆移入同一 250 mL 之平底燒瓶後，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 之平底燒瓶，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 4 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 100 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 圓底燒瓶收集濾液，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 50mL 萃取三次，萃取液經無水硫酸鈉去水後，以 250 mL 圓底燒瓶收集後，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 μ L 之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 ng/mL 20 μ L，以減壓濃縮至近乾。

4.脂質測定：由七、(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，重複稱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) 1.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 19），以氮氣在室溫緩緩吹至乾，待進行七、(三) 2.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或參考附錄一淨化步驟進行之。

1.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），添加淨化標準溶液 10 μ L（註 20）並加入磁石攪拌，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。

2. 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 μ L 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，振盪約 5 秒後加入淨化標準溶液（如表三）20 μ L（註 20），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 21）。

各酸層再以 7 mL 之正己烷依前述程序逐一溶洗兩次。隨後將溶洗之有機溶液逐次轉移至另一乾淨之 6 dram 試管中，再以氮氣吹除至 7 mL 左右。

若酸洗過程乳化現象嚴重時，可利用離心機（註 22）離心分層，此時可先將酸洗過之上層有機溶液先收集於 6 dram 試管中，再以氮氣吹除至 7 mL 左右，待進行酸性矽膠管柱淨化步驟。

3. 酸性矽膠管柱淨化：

(1) 淨化管柱製備：

A. 酸性矽膠管柱：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 mL 至 6 mL 刻度之酸性矽膠。

B. 預洗：以 10 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) 2.節經酸洗後之正己烷溶液直接轉移至酸性矽膠管柱（註 23），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，待進行後續酸性氧化鋁管柱淨化程序。

4. 酸性氧化鋁管柱淨化：

(1) 淨化管柱製備：

A. 酸性氧化鋁管柱：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 mL 至 6 mL 刻度之酸性氧化鋁。

B. 預洗：以 10 mL 之正己烷預洗酸性氧化鋁管柱。

(2) 酸性氧化鋁管柱淨化：

將前述七、(三) 3. 節之濃縮液以正己烷直接轉移至酸性氧化鋁管柱，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，流洗液以 6 dram 之試管收集，並編號儲存。

以每次 2 mL，共四次之二氯甲烷/正己烷 (6/94, v/v) 溶劑流洗酸性氧化鋁管柱，流洗液收集於 3 dram 之試管中，編號儲存。再以每次 4 mL，共四次之二氯甲烷/正己烷 (60/40, v/v) 溶劑流洗酸性氧化鋁管柱，流洗液收集於 6 dram 試管，在約 37°C 下以氮氣吹除濃縮至約 1 mL 後，以少量二氯甲烷溶洗容器上部內壁，再度濃縮至約 1 mL 後，移去熱源，以氮氣繼續吹至近乾，待進行七、(三) 5. 節之淨化。另將酸性氧化鋁管柱編號儲存。

5. 活性碳/矽藻土管柱淨化：

(1) 活性碳/矽藻土管柱製備：

取 5 mL 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、0.7 mL 刻度活性碳(Carbopack C) / 矽藻土(18%, w/w) (或 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 mL 至 10 mL 之甲醇、

甲苯、二氯甲烷/甲醇/甲苯 (75/20/5, v/v/v)、環己烷/二氯甲烷 (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) 4.(2)節之 6 dram 試管樣品，振盪 20 秒，溶液移入活性碳管柱，其次以每次 2 mL 之環己烷/二氯甲烷 (50/50, v/v)，共二次淋洗試管，均移入活性碳管柱，隨後以每次 2 mL 之同一溶劑，共二次流洗管柱。再以每次 1 mL 之二氯甲烷/甲醇/甲苯 (75/20/5, v/v/v)，共二次流洗管柱。上述之所有流洗液皆合併於 4 dram 試管收集，編號儲存。

倒轉管柱，令切口端朝上，以甲苯 30 mL 至 40 mL 流洗活性碳管柱，收集此流洗液並在約 45°C 下以氮氣吹除濃縮至 1 mL 左右，以少量二氯甲烷溶洗容器上部內壁，再度濃縮至約 1 mL 後，移去熱源，於室溫下繼續吹除至近乾（註 24）。以適量二氯甲烷轉移至注射樣品瓶，同時於 35°C 左右以氮氣緩緩吹除溶劑。再以二氯甲烷每次 0.5 mL，共三次淋洗原濃縮試管（瓶）內壁，皆依次轉移至注射樣品瓶內，以氮氣吹至近乾。以注射針抽取 50 μ L 之二氯甲烷淋洗注射樣品瓶上緣內壁，於室溫下以氮氣緩緩吹至近乾，儲存於室溫，避免光照。待進行七、(四)節之儀器分析。

(四) 分析

使用氣相層析/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.節所述。分析前每件樣品加入 20 μ L（註 25）如表三所示之回收標準溶液。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 17 項 PCDDs 及 PCDFs 之四氯至八氯異構物含量，每批次分析前層析管柱須通過九、(六) 4.(2)C.節所述之管柱績效測試。

1. 氣相層析操作條件，可視實際需要適當調整：

注射口：接毛細層析管柱，非分流模式，約 300°C。

載流氣體：氮氣，約 1.2 mL/min。

管柱溫度：150°C (2 min) 以 30°C/min 升溫至 270°C 然後以 2.5°C/min 升溫至 285°C 再以 10°C/min 升溫至

320°C (11 min)。

2. 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)，
監測母子離子對如表六所列。

3. 定性準則：下列定性準則係用於鑑定 PCDDs/PCDFs。

(1) 離子強度比要在檢量線標準品測值之比值 $\pm 15\%$ 以內。

(2) 待測物之滯留時間須落在相對應之 $^{13}\text{C}_{12}$ -內標準品、淨化標準品、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母子離子對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 $^{13}\text{C}_{12}$ -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母子離子對訊噪比(S/N)須為 2.5 以上；在標準檢量校正曲線時必須為 10 以上。

4. 定量準則：以待測物之兩監測母子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氯數同源物之 PCDDs 和 PCDFs，如用 $^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD 定量其他 TeCDDs。用 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TeCDD 計算四氯和五氯內標準品和淨化標準品之回收率。用 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD 計算六氯到八氯內標準品之回收率，其定量對應關係如表二。

(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，使其待測物之兩監測母子離子對之面積（或強度），在檢量校正曲線範圍內（OCDD、OCDF 除外），否則應再稱取較少量樣品，重新進行萃取分析或另秤足量之樣品先行萃取，再取部

分萃液添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品（如表三）100 ng/mL 20 μL 後，依步驟七、（三）節進行後續分析（註26），並於報告中備註說明。

(2) 檢測報告單位表示：配合法規管制使用 I-TEF 或 WHO-TEF 計算樣品戴奧辛總毒性當量，報告單位則參考相關法規管制標準單位，原則區分如下

A. 水相樣品：17 種同源物濃度以 pg/L 表示，總毒性當量濃度以 pg-WHO-TEQ/L (Parts-per-quadrillion, ppq) 或 pg-I-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：

(A) 土壤、底泥及環境用藥：17 種同源物濃度以 ng/kg 或 pg/g 表示，總毒性當量濃度以 ng-TEQ/kg 或 pg-TEQ/g 表示。

(B) 廢棄物、灰渣、底渣及集塵灰：17 種同源物濃度以 ng/g 表示，總毒性當量濃度以 ng I-TEQ/g 表示。

(C) 生物組織及其他介質樣品：17 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) 以脂質為基準之表示：pg-TEQ/g l.w. (Lipid weight)。

八、結果處理

(一) 專用名辭：

A_{ai} = 待測物滯留時間出現之雜訊的離子電流積分值。

A_c = 樣品中，淨化標準品的兩監測母子離子對的離子電流積分值之和。

A_{cc} = 檢量校正標準溶液中，淨化標準品的兩監測母子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，待測物 i 的兩監測母子離

子對的離子電流積分值之和。

A_i = 樣品中，待測物 i 的兩監測母子離子對的離子電流積分值之和。

A_{rs} = 回收標準品的兩監測母子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 的兩監測母子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 的兩監測母子離子對的離子電流積分值之和。

A_i^* = 樣品中，內標準品 i 的兩監測母子離子對的離子電流積分值之和。

C_i = 樣品中 PCDDs 或 PCDFs 的濃度。

C_T = 樣品中 PCDDs 或 PCDFs 的濃度總和。

H_{is} = 樣品中，內標準品 i 的兩監測母子離子對高度之和。

TEF_i = 待測物 i 之毒性當量因子（如表七）。

M_c = 樣品中，淨化標準品之添加量，pg。

M_{cc} = 檢量校正標準溶液中，淨化標準品注入儀器的質量，pg。

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_c = 淨化標準品回收率。

R^* = 內標準品回收率。

RRF_c = 淨化標準品相對於回收標準品之相對感應因子。

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。

TEQ = 樣品中 PCDDs 和 PCDFs 的總毒性當量濃度。

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

$$RRF_i = \frac{1}{5} \sum_{j=1}^5 \frac{A_{cij} M^*_{ci}}{A^*_{cij} M_{cij}} \quad \text{計算式-4}$$

(三) PCDDs 和 PCDFs 之濃度

$$C_i = \frac{A_i M^*_i}{A^*_i RRF_i W} \quad \text{計算式-5}$$

(四) 內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{A^*_{ci} M_{rs}}{A_{rs} M^*_{ci}} \quad \text{計算式-6}$$

(五) 內標準品之回收率

$$R^* = \frac{A^*_i M_{rs}}{A_{rs} RRF_{IS} M^*_i} \times 100 \% \quad \text{計算式-7}$$

(六) 淨化標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_c = \frac{A_{cc} M_{rs}}{A_{rs} M_{cc}} \quad \text{計算式-8}$$

(七) 淨化標準品之回收率

$$R_c = \frac{A_c M_{rs}}{A_{rs} RRF_c M_c} \times 100 \% \quad \text{計算式-9}$$

(八) 最低可偵測極限(Minimum detectable limit, M_{mDL})

$$M_{inDL} = \frac{2.5A_{ai} M^*_i}{A *_{ci} RRF_i} \quad \text{計算式-10}$$

或

$$M_{inDL} = \frac{2.5N_x M^*_i}{H_{is} RRF_i} \quad \text{計算式-10.1}$$

(九) 樣品中 PCDDs 和 PCDFs 的濃度總和

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

(十) 樣品中 PCDDs 和 PCDFs 的總毒性當量濃度

$$TEQ = \sum_{i=1}^n C_i TEF_i \quad \text{計算式-12}$$

任何 PCDDs 和 PCDFs 其結果若為未檢出時（低於 M_{inDL} ），則將其結果以零計算（或依相關規定採 M_{inDL} 或二分之一 M_{inDL} 計算），以便計算樣品中 PCDDs 和 PCDFs 的總濃度值。另當 M_{inDL} 為 0 時，則以實驗室方法偵測極限（註 27）之值替代。

九、品質管制

(一) 依本方法執行戴奧辛檢測之實驗室，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戴奧辛檢測時，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。

(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)數據表及樣品最終分析結果。

- 3.實驗室須執行方法空白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：

實驗室在建立戴奧辛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28）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平均濃度 x (ng/mL)、標準偏差 s (ng/mL) 是否符合表八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八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 超出表八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、淨化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) 方法空白分析：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29）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。

(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. 在建立戴奧辛分析儀器操作條件時，其 PCDDs/PCDFs 待測物所對應定量之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物參考如表二。

2. 戴奧辛分析在最適化操作條件下 2,3,7,8-TeCDD 在 100 fg 注入量之訊噪比(S/N)值須大於 5 以上，如未能達到則僅能做為戴奧辛篩檢之檢測，其待測物與對應同位素標幟物相對定量基準參考如表二，同時表四之標準溶液在 GC/MS-MS 分析時之訊噪比(S/N)至少要 10 以上。

3. 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、內標準品及淨化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九所列限值。離子強度比值應符合七、(四) 3.(1)節所述。

4. 日績效查核

批次上機分析之日績效查核（註 30），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，須符合表九所列之規範。此外，離子強度比必須符合七、(四) 3.(1)節所述。

(2) 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，分析如表五所示 PCDDs 及 PCDFs 混合溶液，確認 2,3,7,8-TeCDD 及其他 TeCDD 異構物解析度。解析度(Resolution)之定義為與 2,3,7,8-TeCDD 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。

另確認 2,3,7,8-TeCDF 及其他 TeCDF 異構物解析度時，亦須以前述方式進行層析管柱解析度查核確認，如圖三所示。

- (3)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，須符合表九所列之規範。此外，離子強度比必須符合七、(四) 3.(1)節所述。

(七) 品管規範

- 1.內標準品回收百分率：表三所列 15 種 $^{13}\text{C}_{12}$ -標幟之 PCDDs 及 PCDFs 由四氯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 PCDDs 和 PCDFs 之含量，同時監測整個萃取、淨化及分析過程之效率。四氯到五氯內標準品之回收率須落在 30% 至 130% 範圍內，六氯至八氯內標準品回收率則須落在 40% 至 130% 範圍內。
- 2.淨化標準品回收率：表三所列淨化標準品係於淨化前加入每一樣品中。其回收率之量測是相對於回收標準品計算，用以監測整個淨化過程之效率，其回收率須落在 30% 至 130% 範圍內。
- 3.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% 至 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

- (一) 精密度：單一實驗室依樣品基質之精密度數據結果（如表十之

一)，來源係以空白基質添加待測物標準品及 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟標準品；實際樣品添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟標準品（如表十之二與表十之三）分析而得，前處理係參照第七節步驟進行。

（二）準確度：單一實驗室分析底泥、飛灰等國際比測樣品分析結果（如表十一之一與表十一之二），前處理係參照第七節步驟進行。

十一、參考資料

- （一）U.S. EPA, Tetra- through Octa Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS. Method 1613B, 1994.
- （二）U.S. EPA, Polychlorinated Dibenzo-p-Dioxins (PCDDs) and Dibenzofurans (PCDFs) by High-Resolution Gas Chromatography/High-Resolution Mass Spectrometry (HRGC/HRMS). Method 8290A, 2007.
- （三）Environment Canada, A Method for the Analysis of Polychlorinated-Dibenzo-*para*-Dioxins (PCDDs), Poly-chlorinated Dibenzofurans (PCDFs) and Polychlorinated Biphenyls (PCBs) in Samples from the Incineration of PCB Waste. Reference Method 1/RM/3 (revised), Ottawa, 1990.
- （四）U.S. EPA, Determination of Polychlorinated Dibenzo-p-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from Municipal Waste Combustors. Method 23, 1996.
- （五）Commission Regulation (EU) No 589/2014 of 2 June 2014 laying down methods of sampling and analysis for the control of levels of dioxins, dioxin-like PCBs and non-dioxin-like PCBs in certain foodstuffs and repealing Regulation (EU) No 252/2012, Offic. J. Eur. Commun. (2014), L164/18-40.
- （六）中華民國國家標準，食品中戴奧辛及多氯聯苯殘留量檢驗方法 14758 N6369，中華民國 92 年。
- （七）行政院環境保護署，排放管道中戴奧辛及呋喃檢測方法 NIEA A808.74B，中華民國 100 年。
- （八）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。

- (九) 行政院環境保護署，土壤採樣方法 NIEA S102.62B，中華民國 102 年。
- (十) 行政院環境保護署，底泥採樣方法 NIEA S104.31C，中華民國 101 年。
- (十一) 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。
- (十二) 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。
- (十三) 翁英明、陳元武、蔡清蘭，環境水體中戴奧辛檢驗方法研究，行政院環境保護署環境檢驗所，環境調查研究年報第十一號，中華民國 93 年。
- (十四) 行政院環境保護署，環境用藥檢測方法—樣品製備法（一）NIEA D901.01B，中華民國 98 年。
- (十五) 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 102 年。

註：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。

本文備註檢索：

註 1：2,3,7,8-TeCDD 在動物實驗中被發現具有致瘡瘡性、致癌性和致畸形性，其他在 2,3,7,8- 位置有氯取代之 PCDDs/PCDFs 亦具有和 2,3,7,8-TeCDD 相近之毒性。分析人員須注意避免吸入和攝入受 PCDDs/PCDFs 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 2,3,7,8-位置有氯取代之 PCDDs/PCDFs 污染，執行戴奧辛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二。

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(MSDS)，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、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 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應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 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 mm 至 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 倍至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，此時需考慮容積較大之索氏萃取裝置。
- 註 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：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 g 之乾基底質樣品分析即可，水層部分可忽略不計。
- 註 18：PUF 之殘留水分，可先移至乾淨之區域風乾，依序以丙酮置換 2 次至 3 次後、風乾，再以甲苯置換丙酮 2 次至 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 19：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 20：添加量可依樣品最終定量體積及所使用之檢量線濃度範圍而調整之。
- 註 21：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 22：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 23：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 24：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 25：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 26：當樣品內含其他 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素干擾，影響待測物之定量結果時，可先稀釋後再添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素內標準品重新上機，並於報告中備註

說明。

註 27：依據本所「環境檢驗方法偵測極限測定指引（NIEA-PA107）」製作。

註 28：參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 29：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 30：每次上機分析之樣品批次，若在 24 小時區間內完成，可不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。

表一 PCDDs 與 PCDFs 待測物與 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物一覽表

PCDDs/PCDFs ¹	CAS 登錄碼	同位素標幟	CAS 登錄碼
2,3,7,8-TeCDD	1746-01-6	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	76523-40-5
		$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TeCDD	85508-50-5
Total TeCDD	41903-57-5	—	—
2,3,7,8-TeCDF	51207-31-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	89059-46-1
Total-TeCDF	55722-27-5	—	—
1,2,3,7,8-PeCDD	40321-76-4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	109719-79-1
Total-PeCDD	36088-22-9	—	—
1,2,3,7,8-PeCDF	57117-41-6	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	109719-77-9
2,3,4,7,8-PeCDF	57117-31-4	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	116843-02-8
Total-PeCDF	30402-15-4	—	—
1,2,3,4,7,8-HxCDD	39227-28-6	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	109719-80-4
1,2,3,6,7,8-HxCDD	57653-85-7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	109719-81-5
1,2,3,7,8,9-HxCDD	19408-74-3	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	109719-82-6
Total-HxCDD	34465-46-8	—	—
1,2,3,4,7,8-HxCDF	70648-26-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	114423-98-2
1,2,3,6,7,8-HxCDF	57117-44-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	116843-03-9
1,2,3,7,8,9-HxCDF	72918-21-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	116843-04-0
2,3,4,6,7,8-HxCDF	60851-34-5	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	116843-05-1
Total-HxCDF	55684-94-1	—	—
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	35822-46-9	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	109719-83-7
Total-HpCDD	37871-00-4	—	—
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	67562-39-4	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	109719-84-8
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	55673-89-7	$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	109719-94-0

Total-HpCDF	38998-75-3	—	—
OCDD	3268-87-9	¹³ C ₁₂ -OCDD	114423-97-1
OCDF	39001-02-0	not used	—

1. Chlorinated dibenzo-*p*-dioxins and chlorinated dibenzofurans

TeCDD =Tetrachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	TeCDF = Tetrachlorodibenzofuran
PeCDD =Pentachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	PeCDF = Pentachlorodibenzofuran
HxCDD =Hexachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	HxCDF = Hexachlorodibenzofuran
HpCDD =Heptachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	HpCDF = Heptachlorodibenzofuran
OCDD =Octachlorodibenzo- <i>p</i> -dioxin	OCDF = Octachlorodibenzofuran

表二 戴奧辛待測物與對應同位素標幟物定性定量基準及方法偵測極限

待測物及同位素	對應同位素標幟物	方法偵測極限 ^a
	定性(定量)基準	(pg)
2,3,7,8-TeCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	0.002
2,3,7,8-TeCDD	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	0.009
1,2,3,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	0.009
2,3,4,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	0.007
1,2,3,7,8-PeCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	0.008
1,2,3,4,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.018
1,2,3,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.015
1,2,3,7,8,9-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.008
2,3,4,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.009
1,2,3,4,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.036
1,2,3,6,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.006
1,2,3,7,8,9-HxCDD	— ^b	0.011
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.010
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.005
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.016
OCDF	¹³ C ₁₂ -OCDD	0.007
OCDD	¹³ C ₁₂ -OCDD	0.027
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	---

表二 戴奧辛待測物與對應同位素標幟物定性定量基準及方法偵測極限(續)

待測物及同位素	對應同位素標幟物	方法偵測極限 ^a
	定性(定量)基準	(pg)
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---
¹³ C ₁₂ -OCDD	¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	---

a 方法偵測極限：依據本所「環境檢驗方法偵測極限測定指引 (NIEA-PA107)」製作。

b 1,2,3,7,8,9-HxCDD 是以 ¹³C₁₂-1,2,3,4,7,8-HxCDD 與 ¹³C₁₂-1,2,3,6,7,8-HxCDD 感應強度平均值為定量基準。

表三 待測物及同位素標幟標準品溶液

化合物名稱	濃度範圍		
	待測物	pg/ μ L	pg/ μ L
2,3,7,8-TeCDD	---	5	
2,3,7,8-TeCDF	---	5	
1,2,3,7,8-PeCDD	---	25	
1,2,3,7,8-PeCDF	---	25	
2,3,4,7,8-PeCDF	---	25	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	---	25	
1,2,3,6,7,8-HxCDD	---	25	
1,2,3,7,8,9-HxCDD	---	25	
1,2,3,4,7,8-HxCDF	---	25	
1,2,3,6,7,8-HxCDF	---	25	
1,2,3,7,8,9-HxCDF	---	25	
2,3,4,6,7,8-HxCDF	---	25	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	---	25	
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	---	25	
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	---	25	
OCDD	---	50	
OCDF	---	50	
內標準品			
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	100	---	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	100	---	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	---	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	---	

¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	---
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	---
淨化標準品		
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	10	---
回收標準品		
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	100	---
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	100	---

表四 起始檢量校正標準溶液

化合物名稱	NO.	1	2	3	4	5
待測物		濃度(pg/μL)				
2,3,7,8-TeCDD		0.5	2	10	40	200
2,3,7,8-TeCDF		0.5	2	10	40	200
1,2,3,7,8-PeCDD		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8-PeCDF		2.5	10	50	200	1000
2,3,4,7,8-PeCDF		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDD		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDD		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDD		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8-HxCDF		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,6,7,8-HxCDF		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,7,8,9-HxCDF		2.5	10	50	200	1000
2,3,4,6,7,8-HxCDF		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		2.5	10	50	200	1000
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		2.5	10	50	200	1000
OCDD		5.0	20	100	400	2000
OCDF		5.0	20	100	400	2000
內標準品						
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD		100	100	100	100	100

¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	200	200	200	200
淨化標準品					
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	0.5	2	10	40	200
回收標準品					
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TeCDD	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	100	100	100	100	100

表五 層析管柱解析度標準品及流出順序 (TG-Dioxin 管柱)

TeCDD 層析解析度標準品及流出順序

1,2,3,7-TeCDD +1,2,3,8-TeCDD

1,2,3,9-TeCDD

2,3,7,8-TeCDD

TeCDF 層析解析度標準品及流出順序

2,3,4,7-TeCDF

2,3,7,8-TeCDF

1,2,3,9-TeCDF

表六 PCDDs/PCDFs 待測物和同位素標幟物之監測母子離子對

化合物簡稱 ¹	RT (mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
¹³ C ₁₂ -1234-TeCDD ²	10.05	331.94	267.97	20
¹³ C ₁₂ -1234-TeCDD ²	10.05	333.93	269.97	20
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDF ²	10.13	315.94	251.97	26
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDF ²	10.13	317.94	253.97	26
2378-TeCDF	10.14	303.89	240.94	26
2378-TeCDF	10.14	305.89	242.94	26
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDD ²	10.37	331.94	267.97	20
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDD ²	10.37	333.93	269.97	20
2378-TeCDD	10.38	319.89	256.93	20
2378-TeCDD	10.38	321.89	258.93	20
³⁷ Cl ₄ -2378-TeCDD ²	10.39	262.93	198	20
³⁷ Cl ₄ -2378-TeCDD ²	10.39	327.89	262.93	20
12378-PeCDF	11.93	339.86	276.89	26
12378-PeCDF	11.93	341.86	278.89	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDF ²	11.93	351.89	287.93	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDF ²	11.93	353.89	289.93	26
23478-PeCDF	12.49	339.86	276.89	26
23478-PeCDF	12.49	341.86	278.89	26
¹³ C ₁₂ -23478-PeCDF ²	12.49	351.89	287.93	26
¹³ C ₁₂ -23478-PeCDF ²	12.49	353.89	289.93	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDD ²	12.58	367.89	303.93	22
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDD ²	12.58	369.89	305.89	22
12378-PeCDD	12.59	355.85	292.89	20
12378-PeCDD	12.59	357.85	294.89	20
123478-HxCDF	14.05	371.82	308.86	28
123478-HxCDF	14.05	373.82	310.86	28
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDF ²	14.05	383.86	319.89	26
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDF ²	14.05	385.86	321.89	26
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDF ²	14.11	383.86	319.89	26
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDF ²	14.11	385.86	321.89	26

表六 PCDDs/PCDFs 待測物及同位素標幟物之監測母子離子對 (續)

化合物簡稱 ¹	RT (mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
123678-HxCDF	14.12	371.82	308.86	28
123678-HxCDF	14.12	373.82	310.86	28
¹³ C ₁₂ -234678-HxCDF ²	14.46	383.86	319.89	26
¹³ C ₁₂ -234678-HxCDF ²	14.46	385.86	321.89	26
234678-HxCDF	14.47	371.82	308.86	28
234678-HxCDF	14.47	373.82	310.86	28
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDD ²	14.52	399.86	335.89	20
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDD ²	14.52	401.86	337.89	20
123478-HxCDD	14.53	387.82	324.86	20
123478-HxCDD	14.53	389.82	326.85	20
123678-HxCDD	14.58	387.82	324.86	20
123678-HxCDD	14.58	389.82	326.85	20
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDD ²	14.58	399.86	335.89	20
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDD ²	14.58	401.86	337.89	20
123789-HxCDD	14.77	387.82	324.86	20
123789-HxCDD	14.77	389.82	326.85	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDD ²	14.77	399.86	335.89	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDD ²	14.77	401.86	337.89	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDF ²	14.96	383.86	319.89	26
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDF ²	14.96	385.86	321.89	26
123789-HxCDF	14.97	371.82	308.86	28
123789-HxCDF	14.97	373.82	310.86	28
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDF ²	15.89	419.82	355.86	28
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDF ²	15.89	421.82	357.85	28
1234678-HpCDF	15.9	407.78	344.82	26
1234678-HpCDF	15.9	409.78	346.82	26
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDD ²	16.51	435.82	371.85	20
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDD ²	16.51	437.81	373.85	20
1234678-HpCDD	16.52	423.78	360.81	20
1234678-HpCDD	16.52	425.77	362.81	20
¹³ C ₁₂ -1234789-HpCDF ²	17.16	419.82	355.86	28
¹³ C ₁₂ -1234789-HpCDF ²	17.16	421.82	357.85	28

表六 PCDDs/PCDFs 待測物及同位素標幟物之監測母子離子對 (續)

化合物簡稱 ¹	RT (mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
1234789-HpCDF	17.17	407.78	344.82	26
1234789-HpCDF	17.17	409.78	346.82	26
¹³ C ₁₂ -OCDD ²	19.46	469.78	405.81	20
¹³ C ₁₂ -OCDD ²	19.46	471.78	407.81	20
OCDD	19.47	457.74	394.77	20
OCDD	19.47	459.74	396.77	20
OCDF	19.63	441.76	378.79	26
OCDF	19.63	443.76	380.79	26

2¹. TeCDD = Tetrachlorodibenzo-*p*-dioxin TeCDF = Tetrachlorodibenzofuran
 PeCDD = Pentachlorodibenzo-*p*-dioxin PeCDF = Pentachlorodibenzofuran
 HxCDD = Hexachlorodibenzo-*p*-dioxin HxCDF = Hexachlorodibenzofuran
 HpCDD = Heptachlorodibenzo-*p*-dioxin HpCDF = Heptachlorodibenzofuran
 OCDD = Octachlorodibenzo-*p*-dioxin OCDF = Octachlorodibenzofuran

². 同位素標幟物。

表七 毒性當量因子 TEF (Toxicity Equivalency Factor)

化合物名稱	毒性當量因子	
	I-TEF	WHO 2005 TEF
2,3,7,8-TeCDD	1.0	1.0
1,2,3,7,8-PeCDD	0.5	1.0
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0.1	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0.01	0.01
OCDD	0.001	0.0003
2,3,7,8-TeCDF	0.1	0.1
1,2,3,7,8-PeCDF	0.05	0.03
2,3,4,7,8-PeCDF	0.5	0.3
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0.1	0.1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0.1	0.1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0.01	0.01
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0.01	0.01
OCDF	0.001	0.0003
其他 PCDDs 及 PCDFs		0

表八 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 ng/mL	標準偏差 S ng/mL
2,3,7,8-TeCDF	5	4.3~6.8	1.0
1,2,3,7,8-PeCDF	25	21~31	3.7
2,3,4,7,8-PeCDF	25	18~37	4.3
1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	20~29	4.3
1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	23~30	3.3
2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	18~37	3.7
1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	21~30	3.2
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	22~28	3.1
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	21~31	4.0
OCDF	50	37~73	13
2,3,7,8-TeCDD	5	4.1~6.4	1.4
1,2,3,7,8-PeCDD	25	19~33	3.7
1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	19~38	4.7
1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	21~31	3.8
1,2,3,7,8,9-HxCDD	25	18~35	5.5
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	19~32	3.8
OCDD	50	44~63	9.5
內標準品			
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	31~113	35
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	27~156	34

¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	16~279	38
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	27~152	43
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	30~122	35
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	29~136	37
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	24~157	40
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	32~110	41
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	28~141	40
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	28~134	37
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	27~184	39
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	29~147	41
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	34~122	38
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	34~129	35
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	41~276	95
淨化標準品			
<hr/>			
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	10	3.9~15.4	3.6

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

表九 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 RSD	每日(批次)檢量校正 %差異度
2,3,7,8-TeCDD	20	20
2,3,7,8-TeCDF	20	20
1,2,3,7,8-PeCDD	20	20
1,2,3,7,8-PeCDF	20	20
2,3,4,7,8-PeCDF	20	20
1,2,3,4,7,8-HxCDD	20	20
1,2,3,6,7,8-HxCDD	20	20
1,2,3,7,8,9-HxCDD	20	20
1,2,3,4,7,8-HxCDF	20	20
1,2,3,6,7,8-HxCDF	20	20
1,2,3,7,8,9-HxCDF	20	20
2,3,4,6,7,8-HxCDF	20	20
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	20	20
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	20	20
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	20	20
OCDD	25	25
OCDF	25	25
內標準品		
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD	25	25
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	25	25

$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	25
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	25	25

淨化標準品

$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TCDD	25	25
----------------------------------	----	----

表十之一 單一實驗室飛灰、土壤、底泥分析批次之空白基質添加標準品
精密度及回收率

化合物名稱	添加濃度	平均 回收率	標準偏差	範圍(Spread) n=6
待測物	ng/mL	%	%	%
2,3,7,8-TeCDF	5	92	5.7	80 ~ 95
1,2,3,7,8-PeCDF	25	88	5.1	81 ~ 96
2,3,4,7,8-PeCDF	25	91	3.3	89 ~ 98
1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	85	3.7	82 ~ 92
1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	85	1.8	83 ~ 87
2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	89	5.0	81 ~ 94
1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	86	5.0	78 ~ 91
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	85	3.9	78 ~ 88
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	92	4.1	84 ~ 95
OCDF	50	87	5.6	76 ~ 92
2,3,7,8-TeCDD	5	87	4.3	78 ~ 90
1,2,3,7,8-PeCDD	25	87	4.0	80 ~ 91
1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	88	6.5	83 ~ 101
1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	89	5.2	82 ~ 98
1,2,3,7,8,9-HxCDD	25	92	5.6	83 ~ 101
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	89	4.1	81 ~ 91
OCDD	50	87	5.1	79 ~ 91

内標準品				
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	82	23	49 ~ 108
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	103	28	48 ~ 125
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	110	28	54 ~ 128
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	104	17	69 ~ 111
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	102	12	77 ~ 108
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	108	14	80 ~ 117
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	105	14	75 ~ 113
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	111	21	70 ~ 123
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	112	20	72 ~ 123
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	84	23	47 ~ 109
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	114	27	58 ~ 128
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	105	12	83 ~ 114
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	110	16	79 ~ 119
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	117	18	81 ~ 128
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	116	19	79 ~ 127
浄化標準品				
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	10	61	9	48 ~ 71

表十之二 單一實驗室飛灰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	標準偏差 %	範圍(Spread)
		回收率 %		n=20 ^a %
內標準品				
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	69	9.3	53 ~ 91
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	88	12	72 ~ 118
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	94	14	75 ~ 130
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	77	10	55 ~ 94
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	77	7.8	61 ~ 89
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	80	8.5	63 ~ 93
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	72	13	47 ~ 89
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	75	11	53 ~ 92
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	78	13	48 ~ 99
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	68	13	47 ~ 94
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	93	14	73 ~ 126
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	79	8.1	60 ~ 93
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	79	8.3	60 ~ 89
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	84	13	42 ~ 102
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	77	11	58 ~ 98
淨化標準品				
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	10	77	13	35 ~ 69

a 樣品基質包括都市垃圾、中小型事業廢棄物焚化爐及國際比測等飛灰樣品。

表十之三 單一實驗室土壤、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	標準偏差 %	範圍(Spread)
		回收率 %		n=39 ^a %
內標準品				
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	79	14	44 ~ 105
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	95	17	52 ~ 123
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	104	18	54 ~ 129
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	82	12	47 ~ 109
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	82	12	44 ~ 103
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	100	85	12	44 ~ 110
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	100	82	14	47 ~ 109
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	83	12	47 ~ 107
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	86	12	47 ~ 103
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	81	14	45 ~ 113
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	102	17	54 ~ 129
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	82	12	45 ~ 110
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	82	12	43 ~ 107
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	86	12	48 ~ 109
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	80	13	47 ~ 101
淨化標準品				
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	10	42	7.3	32 ~ 51

a 土壤樣品主要為農業土壤；底泥樣品包括淡水河、大漢溪、蘭陽溪、後龍溪、大甲溪、烏溪、八掌溪、鹽水溪及鳳山溪等。

表十一之一 單一實驗室底泥國際比測樣品分析結果

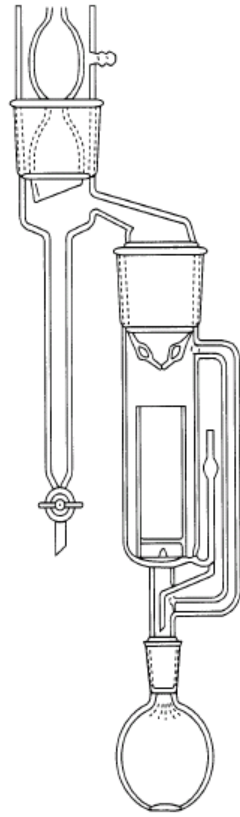
化合物名稱	參考值濃度 (ng/kg)		分析 濃度	分析 濃度	分析 濃度
	下限	上限	ng/kg	ng/kg	ng/kg
2,3,7,8-TeCDF	19.7	47.2	34.7	31.5	34.1
1,2,3,7,8-PeCDF	25.4	48.7	37.0	36.3	35.9
2,3,4,7,8-PeCDF	0	59.4	24.0	21.3	22.5
1,2,3,4,7,8-HxCDF	89.5	189	118	120	124
1,2,3,6,7,8-HxCDF	43.8	78.6	55.3	55.5	57.1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0	59.7	39.4	38.8	39.8
1,2,3,7,8,9-HxCDF	13.5	58.8	33.3	32.3	33.8
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	316	607	449	449	450
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	56.6	119	85.4	84.3	86.4
OCDF	647	1629	1387	1500	1457
2,3,7,8-TeCDD	0.347	2.06	1.29	1.11	1.19
1,2,3,7,8-PeCDD	1.09	4.05	3.44	3.28	3.34
1,2,3,4,7,8-HxCDD	2.20	5.44	3.70	3.58	4.16
1,2,3,6,7,8-HxCDD	2.64	6.78	4.78	4.84	5.29
1,2,3,7,8,9-HxCDD	1.50	5.51	3.46	3.44	3.30
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	38.2	81.8	66.2	82.5	60.1
OCDD	187	395	338	413	276

樣品來源：2015年3rd InterCinD 國際比測樣品。

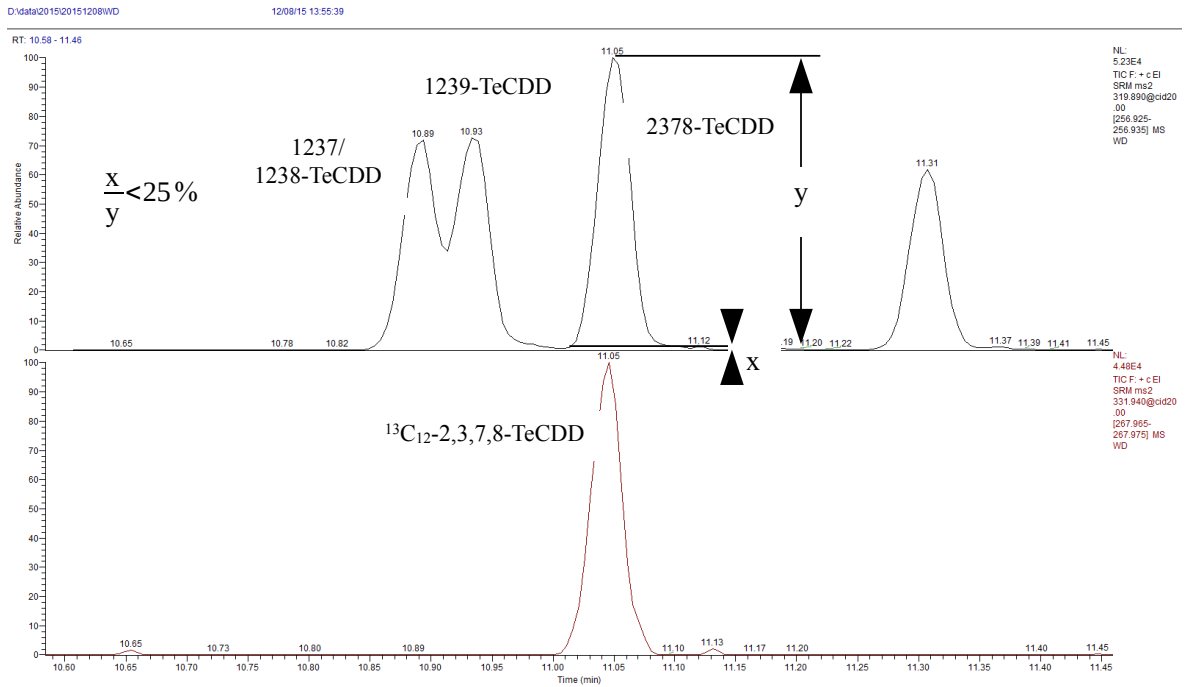
表十一之二 單一實驗室飛灰國際比測樣品分析結果

化合物名稱	參考值濃度 (ng/g)		分析 濃度	分析 濃度	分析 濃度
	下限	上限	ng/kg	ng/kg	ng/kg
2,3,7,8-TeCDF	0.22	29.9	10.6	10.7	11.5
1,2,3,7,8-PeCDF	0	16.6	5.56	5.78	5.67
2,3,4,7,8-PeCDF	0	33.5	9.3	9.7	10.1
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0	20.6	4.53	4.81	4.83
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0	17.8	4.29	4.71	4.82
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0	5.94	6.23	6.80	7.21
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0	25.3	1.66	1.76	1.75
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0	57.4	11.7	12.7	13.5
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0	5.75	0.93	0.93	1.02
OCDF	0	17.4	4.30	4.70	4.30
2,3,7,8-TeCDD	0	4.32	1.23	1.19	1.33
1,2,3,7,8-PeCDD	0	9.19	4.42	4.47	4.89
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0	6.93	1.29	1.36	1.44
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0	11.0	2.61	2.88	2.73
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0	9.39	1.67	1.65	1.89
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0	59.6	13.4	13.5	14.4
OCDD	0	104	33.9	26.3	29.8

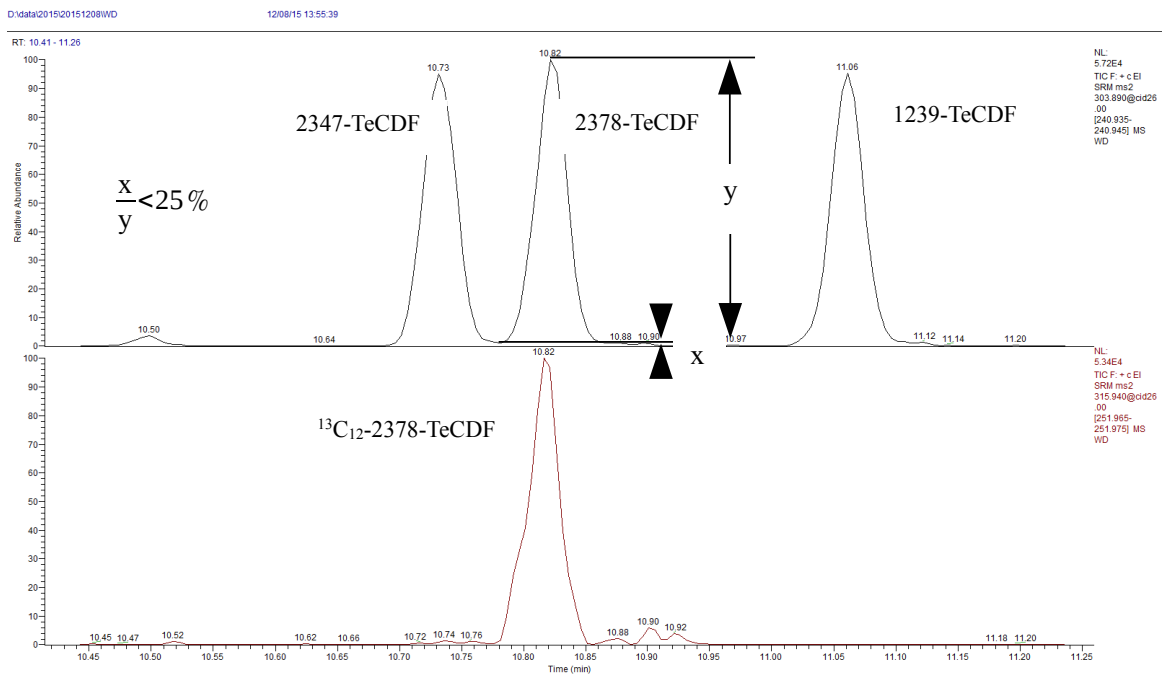
樣品來源：2015 年 3rd InterCinD 國際比測樣品。



圖一 索氏/Dean-Stark (SDS) 萃取器參考圖



圖二 2,3,7,8-TeCDD 在 TG-Dioxin 層析管柱之解析度



圖三 2,3,7,8-TeCDF 在 TG-Dioxin 層析管柱之解析度

附錄一：參考淨化程序

一、淨化方式一：（U.S.EPA method 23，詳見參考資料4.）

（一）多層矽膠管柱

20 mm (ID) x 230 mm (H)之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，依序填入 1 g 矽膠、2 g 鹼性矽膠、1 g 矽膠、4 g 酸性矽膠及 1 g 矽膠等物料，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，以氮氣吹除濃縮至 1 mL。

（二）鹼性氧化鋁管柱

25 mL 之丟棄式玻璃移液管，切除至約 16 mL 長度。於底端塞住玻璃棉，填入 12 g 之鹼性氧化鋁。將前述（一）部分之濃縮液移置入鹼性氧化鋁管柱，並依下列順序流洗管柱。先以 120 mL 二氯甲烷/正己烷 (0.5/99.5, v/v)流洗，再以 120 mL 二氯甲烷/正己烷 (35/65, v/v)流洗。棄去最先之 120 mL 流洗液，收集後面之 120 mL 流洗液並以氮氣濃縮吹除至 0.5 mL。

（三）AX-21 活性碳 / Celite 矽藻土管柱

取 10 mL 之玻璃移液管，頂端切去約 1.5 公分。由頂端塞入玻璃棉，約伸入 2.5 公分，加入活性碳/矽藻土混合物形成 2 公分長之管柱，其上用玻璃棉塞緊。以下列順序淋洗管柱：2 mL 苯/乙酸乙酯 (50/50, v/v)溶液，1 mL 二氯甲烷/環己烷 (50/50, v/v)溶液，2 mL 正己烷。棄去此流洗液。將鹼性氧化鋁管柱淨化後之濃縮液溶於 1 mL 之正己烷，移置入活性碳/矽藻土管柱，再以 1 mL 正己烷淋洗，以下列順序流洗管柱：2 mL 二氯甲烷/正己烷 (50/50, v/v)、2 mL 苯/乙酸乙酯 (50/50, v/v)溶液，棄去此部分之流洗液。倒轉管柱，以 13 mL 甲苯流洗，收集此流洗液，並於 50°C 下減壓濃縮至 1 mL 後，再轉移至注射樣品瓶，用少量甲苯淋洗注射樣品瓶內壁，再以氮氣吹除濃縮至近乾，儲存於室溫，避免光照。待進行本文七、（四）節之儀器分析。

二、淨化方式二：（Environment Canada reference method 1/RM/3 (revised)，詳見參考資料3.）

（一）多層矽膠管柱

20 mm (ID) x 230 mm (H)之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，然後依序填入 1.5 g 硝酸銀矽膠、1 g 矽膠、2 g 鹼性矽膠、1 g 矽膠、4 g 酸性矽膠、2 g 矽膠及約 1 g 無水硫酸鈉等物料，隨後以 30 mL 二氯甲烷/正己烷 (2/98, v/v)預洗管柱並棄去洗液。取 250 mL 之燒瓶置於管柱下端，將樣品萃取濃縮液溶於 5 mL 之二氯甲烷/正己烷 (2/98, v/v)後移置入管柱，以每次 5 mL，共二次之二氯甲烷/正己烷 (2/98, v/v)淋洗原容器後移入管柱。取 50 mL 二氯甲烷/正己烷 (2/98, v/v)流洗管柱，並收集全部之流洗液，在約 37°C 下減壓濃縮近 1 mL 後，再加入 50 mL 之正己烷，依前述方式再濃縮以置換殘餘之二氯甲烷。

(二) 鹼性氧化鋁管柱

上段為 20 mm (ID) x 100 mm (H)、下段為 6 mm (ID) x 350 mm (H)之玻璃管，一端塞緊玻璃棉，依序填入 2.5 g 鹼性氧化鋁及 0.5 cm 無水硫酸鈉，隨後以 15 mL 正己烷預洗管柱並棄去洗液。將前述 (一) 部分之濃縮液移置入管柱，以每次 5 mL，共三次之正己烷淋洗原容器並將淋洗液移置入管柱。以 30 mL 正己烷流洗管柱，收集此部份流洗液，並編號儲存。以 20 mL 二氯甲烷/正己烷 (2/98, v/v)流洗鹼性氧化鋁管柱，收集此部份流洗液，並編號儲存。再以 30 mL 二氯甲烷/正己烷 (50/50, v/v)流洗鹼性氧化鋁管柱。流洗液收集於試管中，在約 37°C 之下以氮氣吹除濃縮至 0.5 mL，再以二氯甲烷每次 0.5 mL，共三次淋洗原濃縮試管 (瓶) 內壁，皆依次轉移至注射樣品瓶內，以氮氣吹至近乾。取注射針抽取 50 μ L 之二氯甲烷淋洗注射樣品瓶上緣內壁，在室溫下，以氮氣緩緩吹至近乾，儲存於室溫，避免光照，待進行本文七、(四)節之儀器分析 (註)。

註：如有高背景污染干擾時，則樣品需進一步以強酸、強鹼去除雜質後，再以活性碳管柱進行淨化。

附錄二

擦拭試驗(Wipe tests)操作程序

一、目的

為定期評估戴奧辛分析實驗室工作前處理區是否受戴奧辛及呋喃污染，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，沾丙酮後，以不銹鋼鑷子夾取濾紙擦拭 10 公分 × 10 公分 ($10\text{ cm} \times 10\text{ cm} = 0.01\text{ m}^2$) 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) 加入丙酮 200 mL 及 $^{13}\text{C}_{12}$ -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) 進行酸洗、酸性矽膠、酸性氧化鋁或活性碳/矽藻土管柱淨化程序，請參考八、(三)節。
- (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 GC/MS-MS 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 PCDDs/PCDFs 以重量 (pg 或 ng) 表示。如果空白對照組 2,3,7,8-TeCDD 測值大於 3 pg (含) 以上，則可視為“+”反應，其他四氣至八氣之戴奧辛及呋喃限值及相關因子如附表。

(二) 擦拭試驗樣品其測值如大於附表限值，則實驗室工作區可能已遭受污染，當 2,3,7,8-TeCDD 測值大於 25 pg (含) 以上時，必須依下述進行除污動作。

1. 以高效率吸塵器清除工作區桌面、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。

附表 空白及擦拭試驗樣品限值 單位：pg

Cl 原子數	空白對照組 限值	擦拭測試 樣品限值	相關因子
4、5	3	10	1
6、7	7.5	25	2.5
8	15	50	5