

多溴二苯醚檢測方法—氣相層析/高解析質譜法

中華民國 96 年 5 月 8 日環署檢字第 0960034749 號公告

自中華民國 96 年 8 月 15 日起實施

NIEA M802.00B

一、方法概要

本方法使用氣相層析儀/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)分析環境基質及其他介質樣品中多溴二苯醚(Polybrominated diphenyl ethers; PBDEs)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(註 1) (Isotope dilution method)，測定 8 種多溴二苯醚濃度。

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、環境水體、水質及其他介質樣品中 8 項多溴二苯醚(PBDEs)同源物之含量，其名稱如表一所示。在有標準品提供下，本方法可適用其他多溴二苯醚(PBDEs)同系物分析。
- (二)偵測極限與可定量範圍通常視樣品分析量、最終定量體積及樣品受干擾程度而異，在無干擾情況下水質樣品 PBDEs 99 預估偵測極限值為 5 pg/L (picograms-per-liter (pg/L); parts-per-quadrillion (ppq))，8 項同源物最低檢出量限值參考如表二。
- (三)本方法所使用之 HRGC/HRMS 宜由具氣相層析/質譜儀分析經驗之人員負責，或經由訓練通過認定者擔任；每一實驗室在使用本方法時皆須遵行第十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八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十節所述品質管制規範。

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 2)；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多溴二苯醚(PBDEs)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 3)，俾便追溯個別樣品可能之干擾來源，尤其對高污染之樣品其玻璃器皿更需額外清洗或直接丟棄，以避免樣品間之交叉污染。

四、安全

- (一)本方法所使用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之化學藥品相關之安全處理資料，物質安全資料卡(Material safety data sheets ,MSDS)參考檔案應置於分析人員易取得之處。
- (二)分析人員須注意避免直接接觸、吸入和攝入受多溴二苯醚(PBDEs)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，以避免吸入粉塵及逸散氣體。
- (三)擦拭試驗(Wipe tests)：為確認實驗室工作區無潛在多溴二苯醚(PBDEs)污染，執行多溴二苯醚(PBDEs)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。用乙醇或其他溶劑沾濕濾紙擦拭 10×10 公分 ($10 \times 10 \text{ cm} = 0.01 \text{ m}^2$) 區域，經由萃取上機分析，計算濃度單位為 $\mu\text{g}/\text{m}^2$ ，濃度小於 $1 \mu\text{g}/\text{m}^2$ 表示實驗區未明顯受多溴二苯醚(PBDEs)污染，高於此濃度則需清理實驗區域，若濃度大於 $100 \mu\text{g}/\text{m}^2$ 表示有立即的危害需進一步徹底清洗實驗區域，並且標示此區域無法進行實驗工作。

五、設備與材料

- (一)玻璃棉：使用前依序以二氯甲烷及正己烷浸泡淋洗，以氮氣吹乾後置於棕色瓶內備用，亦可使用市售清洗過之玻璃棉。

- (二) 泡棉：3 英吋厚圓柱型之聚氨基甲酸乙酯泡棉 (Polyurethane foam, PUF), 直徑應略大於圓柱形 PUF 之內直徑 (約 6.3 公分)；可使用市售已預先淨化之泡棉，或將 PUF 置於索氏萃取裝置內，以甲苯每小時迴流四個循環以上，萃取 4 小時，萃取完成再以丙酮淋洗 PUF，將甲苯置換後，放到真空烘箱中，在小於 60°C 溫度下抽二至四小時乾燥，以乾淨鋁箔包妥備用。
- (三) 玻璃套筒：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 2~5 L，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (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) 量筒：1 L。
- (九) 樣品瓶試管：6 dram、4 dram 和 3 dram，內容量分別約為 24 mL、16 mL 及 12 mL，附螺旋蓋鐵氟龍內墊。
- (十) 圓 (平) 底燒瓶：Pyrex 材質，1000 mL、500 mL、250 mL，24/40 或同級品。
- (十一) 梨形瓶：Pyrex 材質，50 mL，24/40 或同級品。
- (十二) 鐵氟龍沸石。
- (十三) 玻璃移液管切割刀。
- (十四) 索氏萃接管：Pyrex 材質，下端規格 24/40，上端規格 50/50 或同級品。
- (十五) 五球冷凝管：接口處規格 50/50 或同級品。
- (十六) 矽膠軟管：8 × 12 m/m。
- (十七) 藥勺：不銹鋼材質。
- (十八) 玻璃血清瓶：附螺旋蓋鐵氟龍內墊。

- (十九) 丟棄式玻璃滴管：9 英吋長。
- (二十) 矽膠帽：1~2 mL。
- (二十一) 乾燥器(Desiccator)
- (二十二) 分液漏斗：250 mL、500 mL、2000 mL 玻璃或鐵氟龍製，附鐵氟龍栓。
- (二十三) 玻璃漏斗：125 mL、250 mL。
- (二十四) 布氏漏斗：15 cm 內徑。
- (二十五) 錐形瓶：2 L 過濾用。
- (二十六) 濾筒：43 × 123 mm、25 × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (二十七) 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D 或同級品。
- (二十八) 玻璃纖維濾膜：Advantec GC-50, 直徑 142 mm、0.5 μm 孔径或同級品。
- (二十九) 天平：
1. 精密天平：可精秤至 0.1mg。
 2. 電子天平：可精秤至 10 mg。
- (三十) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。
- (三十一) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (三十二) 烘箱：溫度可達 400°C，並可維持工作溫度 110 ± 5°C。
- (三十三) 均質機(Tissue homogenizer)
- (三十四) 搗碎機(Meat grinder)：3~5 mm 孔徑。
- (三十五) 切碎機：Ropot coupt R-5 plus 5 L。
- (三十六) 壓力式過濾裝置：Millipore YT30 142 HW 不銹鋼材質或同級品。

(三十七)磁子攪拌裝置

(三十八)熱水浴：可加熱至 100°C，溫度可控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以內者。

(三十九)冷凍乾燥機。

(四十)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 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

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)30 \pm 5 m (長度) \times 0.25 \pm 0.02 mm (內徑) ；0.1 μm (膜厚) ；
95% methyl, 4% phenyl, 1% vinyl silicon for high temperature
use (J&W DB-5HT, 或同級品) 。

(2) 15 m (長度) \times 0.25 \pm 0.02 mm (內徑) ；0.1 μm (膜厚) ；
95% methyl, 4% phenyl, 1% vinyl silicon for high temperature
use (J&W DB-5HT, 或同級品) 。

(四十一)質譜儀：解析度 5000 以上，穩定度 ± 5 ppm。

六、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：AX-21 或同級品。
- (十三) 矽膠：Fisher，100-200 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) 酸性氧化鋁(Acid alumina)：Lancaster synthesis，Brockmann grade I，50-200 mesh；或同級品。使用前於 170~180°C 活化 16 小時。
- (十五) 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。
- (十六) 活性碳／矽藻土(Carbon/Celite)：AX-21/Celite 545 (8 %,w/w)。混合 1 g 之 AX-21 活性碳與 11.5 g 之 Celite 545 於附螺旋蓋鐵氟龍內墊之 250 mL 玻璃瓶中，充分震盪攪拌，使其完全混合，使用前於 130°C 活化 6 小時，儲存於乾燥箱內備用。
- (十七) 參考介質(Reference media) 樣品：使用於本方法之參考介質，依樣品性質大致區分如下所述
1. 水相樣品：以試劑水為參考介質。
 2. 固相樣品：以砂為參考介質，使用前以二氯甲烷預先萃取除去雜質。
 3. 紙質樣品：以玻璃纖維濾紙(Gelman type A)或同級品為參考介質。

4. 生物樣品：以玉米油或蔬菜油為參考介質。

(十八) 氮氣(N₂)：純度 99.99% 以上。

(十九) 氦氣(He)：純度 99.9995% 以上。

(二十) 同位素標幟標準溶液：

1. 內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製內含如表三所示參考濃度之 PBDEs 共 8 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共 2 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。

(二十一) 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標準溶液。亦可使用市售已製備好之儲備標準溶液。

(二十二) 精密度與回收率標準溶液 (Precision and recovery working standard solution)：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物工作標準品之標準溶液。亦可使用市售已製備好之工作標準溶液。

(二十三) 檢量校正標準溶液：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標準溶液。亦可使用市售已製備好之檢量校正標準溶液。

七、採樣及保存

(一) 土壤、底泥、污泥、灰渣可參考本署公告「土壤採樣方法」、「事業廢棄物採樣方法」、「底泥採樣方法」及「廢棄物焚化灰渣採樣方法」等相關採樣方法採樣(註 4)，採得之樣品裝入褐色玻璃樣品瓶內，保存在 10°C 下運送至實驗室。

- (二) 生物介質樣品如植物、肉類、蛋類、乳製品類等，採集後 4°C 冷藏送至實驗室預處理(註 5)，魚介類樣品採集後，須先鑑定種類、記錄體長、體重及採樣地點和時間。
- (三) 水質樣品可直接以大體積(如 2 至 5 公升)經清洗乾淨之褐色玻璃樣品瓶，採集水樣至少 2 公升以上，於 10°C 下運送至實驗室(註 6)。
- (四) 非水溶性之液態樣品收集於經清洗乾淨之褐色廣口玻璃樣品瓶，保存於 10°C 以下，送至實驗室處理。
- (五) 樣品於萃取後 45 天內完成分析，萃取後至完成分析期間，應將萃取液存放安全無虞之區域，避免遭撞擊而破損。
- (六) 雖無數據證明最長之樣品保存期限，底泥、土壤、廢棄物、污泥及生物等基質樣品如經乾燥、研磨、過篩後存於室溫暗處，則保存期限可達一年以上。

八、步驟

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

(一) 樣品預處理

1. 土壤、底泥、污泥、灰渣等樣品放置於乾淨的玻璃器皿中或鋁箔紙上置於乾淨區域，先剔除石礫、樹枝等雜物後，自然風乾(註 7)(約需 7 至 10 天)或冷凍乾燥。風乾過程需偶爾將團粒(如粒徑大於 15 mm)剝散，以免固態樣品因脫水而緊密膠結，並有利於乾燥速度。風乾完成後，以木鎚敲碎，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 8)。

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

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

W_w ：樣品濕重 W_d ：樣品乾重

2.水質樣品經 0.5 μm 玻璃纖維濾膜過濾後，以每分鐘小於 1.0 公升捕集速率下通過泡棉(PUF)吸附介質(註 9)，吸附濃縮裝置如圖一，水樣經 PUF 吸附後併同玻璃纖維濾膜置於乾淨區域風乾或冷凍乾燥，待進行步驟八、(二)之樣品萃取程序。

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

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

W_s =水樣重, W_d ：濾紙及樣品乾重, W_f ：濾紙重

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

4.其他介質樣品：

(1) 植物樣品(蔬菜類)經清洗晾乾後，切成 2~3 公分大小，置入冷凍乾燥瓶中並秤重，再移入冰櫃冷凍，經冷凍乾燥除水後秤重，依計算式-1 計算其含水率，除水後之樣品再移入不銹鋼攪拌機內攪碎均勻，儲存於棕色玻璃瓶，依步驟八、(二)節進行樣品萃取程序(註 11)。

(2) 蛋類、乳製品類等樣品秤重後，依步驟八、(二)節進行樣品之萃取處理程序。

(二) 樣品萃取：樣品進行萃取時應先添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品如表三 100 ng/mL 添加 10 μL 。

1. 索氏萃取(註 12)

依樣品量選用適當容積之索氏萃取裝置，將加有鐵氟龍沸石之乾淨燒瓶，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 22 ± 2 小時後冷卻至室溫，依基質種類分述如下：

- (1) 經預處理之土壤、底泥、污泥、灰渣等固相樣品：秤取約 10 g (或適量) 研磨好的樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 ng/mL 10 μL ，以甲苯進行索氏萃取，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。
- (2) 生物組織及蛋類、乳製品類等樣品：秤取生物組織乾重約 10 克 (或適量) (相當於魚類組織濕重 40 至 100 克) 置入纖維濾筒；取蛋黃約 35 克置入燒杯中，另加入至少 3 至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，置入玻璃纖維濾筒內；乳製品類秤取約 10 克(註 13)，置入玻璃纖維濾筒內。上述纖維濾筒移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 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。
- (3) 水質樣品：將 PUF 吸附介質及玻璃纖維濾膜(註 14)，一併置入同一索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 100 ng/mL 10 μL ，以甲苯(約 700 mL)進行索氏萃取迴流(註 15)，待萃取完畢後靜置至室溫，以減壓濃縮至近乾。
- (4) 植物樣品(乾基)：秤取約 10 g (或適量) 絞(切)碎好的樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中段後，添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品 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：秤取約 20 g 之奶粉於 250 mL 燒杯中，再加入 200 mL 之試劑水使其完全溶解，以水浴約 80°C 加熱四小時後靜置至室溫，再依上述步驟進行液-液萃取程序。
 - (3) 植物樣品(濕基)：取約 50 g 植物樣品置入長筒燒杯中，加入約 100 mL 丙酮，另以少量丙酮轉移 10 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 50 mL 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秤取約 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 10 μ L，以減壓濃縮至近乾。
4. 脂質測定：由步驟八、(二)1.(2)節；八、(二)2. (1)節；八、(二)2. (2)節及八、(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，待進行八、(三)1.節之除脂淨化程序。

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

W_s ：樣品重

W_{fat} ：燒瓶及脂質重 W_e ：燒瓶空重

5.經步驟八、(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 16)，以氮氣在室溫緩緩吹至乾，待進行八、(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二淨化步驟進行之。

1.燒瓶式酸性矽膠除脂法：

經八、(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 μL 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：

取前述八、(二)5.節中已吹乾之 6 dram 樣品試管，以不超過 200 μL 之二氯甲烷完全溶解試管內之物質，隨後加入 7 mL 之正己烷，振盪約 5 秒後加入淨化標準溶液（如表三）10 μL ，再加入 4 mL 之濃硫酸，劇烈振盪約 20 秒，進行第一次酸洗，靜置分層。

轉移上層有機溶液至另一乾淨的 6 dram 試管中。有機溶液內再加入 4 mL 之濃硫酸，振盪約 20 秒，進行第二次酸洗，靜置分層(註 17)。

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 18)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 4~6 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：

將前述八、(三)1.節或八、(三)2.節經燒瓶式酸性矽膠除脂法或酸洗後之正己烷溶液直接轉移至酸性矽膠管柱(註 19)，並以 Turbo tube 收集，全部轉移完成後，再以每次 5 mL，共三次之正己烷流洗淨化管柱，收集於同一 Turbo tube，氮吹濃縮之 1 mL 左右。移去酸性矽膠管柱並編號儲存，待進行後續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 4-6 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：

將前述八、(三)3.(2).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 5 mL，共八次之二氯甲烷/正己烷(50/50, v/v)溶劑流洗酸性氧化鋁管柱，流洗液以 Turbo tube 收集，再以 TurboVap II 吹氮濃縮至近乾，以少量二氯甲烷溶洗容器上部內壁，以氮氣繼續吹至近乾，待進行八、(四)節之儀器分析。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 5mL 拋棄式玻璃移液管，切除尖端約 3 公分處，自切口端依序裝填約 1 mL 長度之玻璃棉、0.5 mL 刻度矽膠、0.5 mL 刻度之 AX-21/矽藻土，8 % ,w/w 及 0.5 mL 刻度之矽膠，最後再塞入約 1 mL 刻度之玻璃棉，使用細玻璃棒自兩端壓實管柱填充料。

(2) 活性碳/矽藻土管柱預洗及淨化：

將管柱切口端朝上，依序以 5~10 mL 之甲醇、甲苯、二氯甲烷/苯(50/50, v/v)及正己烷等溶劑預洗管柱，洗液丟棄。

倒轉管柱，令其切口端朝下，使用 1 mL 正己烷溶解八、(三).3.(2).節之 6 dram 試管樣品，振盪 20 秒，溶液移入活性碳/矽藻土管柱，其次以每次 2 mL 之正己烷，共 2 次淋洗試管，均移入活性碳/矽藻土管柱，隨後以每次 2 mL 之同一溶劑，共 3 次流洗管柱，流洗液以 3dram 試管收集編號保存。再以 40 mL 之二氯甲烷/苯(50/50, v/v)流洗管柱。上述之所有流洗液以 Turbo tube 收集，再以 TurboVap II 吹氮濃縮至近乾。待進行八、(四)節之儀器分析。

(四) 分析

使用氣相層析儀/高解析質譜儀(HRGC/HRMS)分析樣品。分析條件如八、(四)1.節及八、(四)2.節所述。分析前每件樣品加入 10 μ L 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 8 項 PBDEs 之含量，每批次分析前層析管柱須通過十、(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 300°C。

載流氣體：氦氣，約 1 mL/min。

管柱溫度：30 m DB-5HT 管柱升溫程式：

100°C (3 min) 以 5°C/min 升溫至 320°C (5 min)。

15 m DB-5HT 管柱升溫程式：

110°C (5 min) 以 40°C/min 升溫至 220°C (5.5 min) 以

10°C/min 升溫至 330°C (4.5 min)。

2. 高解析度質譜儀

參考標準品：PFK (perfluorokerosene)。

解析度：5000 (10% 波谷)。

離子化模式：電子撞擊式 (EI; 28-40eV)。

離子源溫度：約 300°C。

監測模式：選擇性離子監測 (Selected ion monitoring)，監測離子如表五所列。

3. 定性準則：下列定性準則係用於鑑定 PBDEs。

- (1) 表五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。
- (2) 表五所列待測物之兩監測離子訊噪比 (S/N) 須為 2.5 以上；在標準檢量校正曲線時必須為 10 以上。待測物之滯留時間須落在相對應之 $^{13}\text{C}_{12}$ -內標準品之滯留時間 3 秒範圍內。
- (3) 離子強度比須符合如表六所示之範圍內。
- (4) 鑑定無相對應 $^{13}\text{C}_{12}$ -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)，需落在表二之規範內，或連續檢量校正時所得之 RRT 落於規範內。

(5) 由於多溴二苯醚(PBDEs)同系物波峰的重疊或其他潛在性干擾物質的存在，是有可能無法符合(四)、3(1)至(四)、3(4)之定性規範。高溴數同系物會經由去溴作用形成低溴數同系物而干擾低溴數同系物之定性及定量。若定性規範無法完全符合，有經驗之圖譜分析師得決定待測物存在與否。

4. 定量準則：以待測物之二監測離子之面積和用以定量該待測物的含量，其定量對應關係如表二。

(1) 多溴二苯醚(PBDEs)待測物是以同位素標幟內標準品為定量參考標準品，例如由 BDE-28L 計算 BDE-28 濃度，餘類推。

(2) 同位素標幟內標準品是以滯留時間最接近之同位素標幟回收標準品為定量參考標準品。例如 BDE-28 濃度是以 PCB-52L 計算，餘類推。

(3) 同位素標幟淨化標準品是以同位素標幟回收標準品為定量參考標準品。例如由 PCB-138L 計算 BDE-139L 濃度，餘類推。

(4) 當樣品待測物濃度超過檢量校正曲線時，可先考慮添加適量之正壬烷溶液，重新上機分析，使其待測物之二監測離子之面積(或強度)，在檢量校正曲線範圍內。若需對數據品質要求較高如法規執行等，則應再秤取較少量樣品，重新進行萃取分析。

(5) 檢測報告單位表示：

A. 水相樣品：8 種同源物濃度以 pg/L 表示 (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、污泥：8 種同源物濃度以 ng/kg d.w.(dry weight) 表示。

b. 生物組織、蛋類、乳製品類、牛乳、乳汁及奶粉：8 種同源物濃度以 ng/kg w.w. (wet weight) 表示，並於報告中註明脂質含量百分比。

c. 植物樣品：8種同源物濃度以 ng/kg w.w. (wet weight) 表示。

d. 以脂質為基準之表示：ng/kg l.w. (lipid weight)。

九、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離子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，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 PBDEs 的濃度。

C_T = 樣品中 PBDEs 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_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。

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

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

(三)PBDEs 之濃度

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

(四)內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

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

(五)內標準品之回收率

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

(六)淨化標準品相對於回收標準品之相對感應因子

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

(七)淨化標準品之回收率

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

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

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

或

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

(九)樣品中 PBDEs 的濃度總和

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

任何 PBDEs 其結果若為未檢出時（低於 M_{inDL} ），則將其結果以零計算。

十、品質管制

(一)依本方法執行多溴二苯醚(PBDEs)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，以期執行樣品分析時能確實符合各項品管指標之規範。

1. 檢驗員依本方法執行多溴二苯醚(PBDEs)檢測時，須建立最初分析之起始精密度與回收率資料，如表七。
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，惟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。
 - (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. 實驗室必須留存校正標準曲線(包含每日查核)相關資料，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：

實驗室在建立多溴二苯醚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，依步驟八、(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、淨化標準品以評估分析方法對基質效應之影響。

1. 依步驟八、(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十、(七)節之品管規範，則依序採計 30 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。

3. 各種不同基質樣品建議萃取量如表八

(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 21)分析之方法空白，依步驟八、(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. 在建立多溴二苯醚(PBDEs)分析儀器操作條件時，其 PBDEs 待測物所對應定量之 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物參考如表二。

(1)質譜儀解析度

由表五所列 PBDEs 之所有精確質量及監測群，在至少 5,000 解析度之操作條件下，將標準溶液 1~2 μL (如表四)注入 HRGC/HRMS。

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，由表五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)作即時校正。

B.以 PFK 為參考物質，進行動態校正調整質譜系統解析度達 5,000 以上。表五所列之每一監測群內 3~5 層析訊號峰能被有效監測並紀錄，所監測之精確質量與表五所列之差異須小於 5 ppm。

- (2) 多溴二苯醚(PBDEs)其待測物與對應同位素標幟物相對定量基準參考如表二，表四之標準溶液在 HRGC/HRMS 分析時之訊噪比(S/N)至少要 10 以上。
- (3) 用 PFK(Perfluorokerosene)的質量鎖定離子來校正質譜系統之漂移，由表五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校正，在每一監測群滯留時窗內之質量鎖定離子，其強度差異不可超過 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：採用表四之 5 組標準品溶液進行起始檢量校正，建立各標準品溶液待測物、內標準品及淨化標準品之感應因子，將 5 組標準品溶液之感應因子平均求得起始檢量平均感應因子及相對標準偏差 (RSD%)，待測物之 RSD%值應小於或等於 20%。同位素標幟標準品是以滯留時間最接近之標幟回收標準品作為定量參考依據，RSD%值 (除 BDE-209L 以外) 應小於或等於 35%，BDE-209L 之 RSD%值應小於或等於 100%。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，包括質量解析度、檢量線查核、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多溴二苯醚檢測時，動態質量解析度需達 5,000(10% 波谷)以上，並留有紀錄備查。
- B. 每日檢量校正查核：先行分析表四之中間濃度 (CS3 VER) 標準溶液(1~2 μ L)，計算每項待測物及同位素標幟標準品之回收率 (%)，須符合表七所列之規範。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：若分析多成分 PBDEs 同系物時在每批次樣品上機分析前應進行層析管柱解析度查核，確認 BDE 49 及 BDE71 解析度，解析度(Resolution)之定義為相鄰層析峰間之波谷高度須不超過其較低層析峰高度之 40%以上，如圖二所示。

(七)品管規範

- 1.內標準品回收百分率：表三所列 8 種 $^{13}\text{C}_{12}$ -標幟之 PBDEs 內標準品係於萃取前加入每一樣品中，其目的是用以定量樣品中 PBDEs 之含量，同時監測整個萃取、淨化及分析過程之效率。三到七溴內標準品之回收率須落在 25~150% 範圍內，十溴內標準品回收率則須落在 20~200% 範圍內。
- 2.淨化標準品回收率：表三所列淨化標準品係於酸洗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，用以監測淨化過程之效率，其回收率須落在 30~135% 範圍內。
- 3.空白基質添加待測物標準品回收率：三到七溴待測物之回收率須落在 50~150% 範圍內，十溴待測物回收率則須落在 40~200% 範圍內。三到七溴內標準品之回收率須落在 30~140% 範圍內，十溴內標準品回收率則須落在 20~200% 範圍內。淨化標準品回收率須落在 40~125% 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分析或查核樣品分析。

十一、精密度與準確度

單一實驗室樣品基質之精密度評估係以計算 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟內標準品之標準偏差及基質添加回收率之標準偏差。樣品基質之準確度評估係以計算空白基質添加待測物回收率，見表九。

- (一)精密度：係以空白樣品 (blk)、空白基質添加待測物 (QC) 及真實樣品添加 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟內標準品計算回收率標準偏差結果及空白基質添加待測物 (QC) 計算回收率標準偏差結果。
- (二)準確度：係以空白基質添加待測物標準品 (QC)，計算待測物回收率結果。

十二、參考資料

1. U.S. Environmental Protection Agency. Draft EPA Method-1614: Brominated diphenyl ethers in water, soil, sediment, and tissue by HRGC/HRMS, August 2003, Draft。
2. Canadian Technical Report of Fisheries and Aquatic Sciences 2389. A comprehensive multiresidue ultra-trace analytical method, based on HRGC/HRMS, for the determination of PCDDs, PCDFs, PCBs, PPBDEs, and organochlorine pesticides in six different environmental matrices. 2001.
4. 行政院環境保護署，事業廢棄物採樣方法 NIEA R118.02B，中華民國 91 年 3 月 5 日。
5. 行政院環境保護署，土壤採樣方法 NIEA S102.61B，中華民國 90 年 7 月 26 日。
9. 行政院環境保護署，底泥採樣方法 NIEA S104.30C，中華民國 92 年 11 月 24 日。
7. 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 3 月

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

註 2：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 3：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 4：本文引用之公告方法名稱，以環保署最新公告者為準。

註 5：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 6：採取水樣時應注意避免擾動下層底質，若水樣中固體含量大於 1% 時，則取 10 克之懸浮固體(乾重)分析即可。

註 7：固態樣品在剔除雜物時應儘量將附著其上的樣品回收，風乾樣品厚度最好不超過 15 mm，風乾時須避免直接日曬，並使用不吸水的容器。對受有機性污染的土壤樣品應注意避免與皮膚接觸，且在乾燥過程必須注意通風與排氣等。

註 8：乾燥、研磨、過篩等預處理工作，最好能在個別獨立的空間中進行，並避免樣品間交互污染，敲碎或研磨、過篩後，皆應將樣品重新混合。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 $250\ \mu\text{m}$ (60 mesh) 篩網後，再秤取樣品。

註 9：捕集速率太快會影響 PUF 之吸附能力，應特別注意。

- 註 10：魚類樣品經均質處理後，亦可直接取足量濕重樣品，加入適量無水硫酸鈉後，進行索氏萃取程序。
- 註 11：植物樣品(蔬菜類)清洗完後，亦可直接稱取 500 g 濕重樣品，以切削機將其切碎，攪拌混勻後，儲存於棕色玻璃瓶中，待進行步驟八、(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 0.2~0.4 mm 細條狀，待進行步驟八、(二)節索氏萃取程序。
- 註 12：以溶劑進行有機物之萃取，樣品中應避免殘留水分，如直接取溼重樣品檢測時，至少需加入 3 至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，此時需考慮容積較大之索氏萃取裝置。
- 註 13：原則上樣品稱取量，以萃取後之脂質含量約 5 克估算之。
- 註 14：水質樣品若固體含量小於 1% 時，PUF 及濾膜需同時併入萃取，若固體含量大於 1% 時，則只取相當於 10 克之乾基底質樣品分析即可，水層部分可忽略不計。
- 註 15：PUF 之殘留水分，可先移至乾淨之區域風乾或冷凍乾燥，依序以丙酮置換 2 至 3 次後、風乾，再以甲苯置換丙酮 2 至 3 次，以避免突沸發生，置換後之丙酮、甲苯移入乾淨之燒瓶內，以減壓濃縮至近乾，等樣品萃取完畢後合併萃取液，待進行後續淨化程序。
- 註 16：視需要可將此濃縮液均分成二等份。若採行均分時，萃取前加入之內標準溶液用量應加倍，其中一份作為備份貯於冰箱中；若樣品濃度過低應增加樣品分析量，且不宜分樣分析。
- 註 17：酸洗次數以不超過 4 次為原則，但無論如何，最後一次酸洗之硫酸層應呈無色透明。
- 註 18：離心機於高轉速下所產生之熱，有使有機溶劑爆炸之虞，建議使用冷凍式離心機，一般操作以 2500 rpm 運轉 2 分鐘即可。
- 註 19：樣品中若含有硫之干擾物質時，可使用銅粒以除去硫。
- 註 20：參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。

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

PBDEs 待測物		PBDEs 同位素標幟	
名稱 ¹	編號	名稱	編號 ²
2,4,4'-TrBDE	BDE-28	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,4'-TrBDE	BDE-28L
2,2',4,4'-TeBDE	BDE-47	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4'-TeBDE	BDE-47L
2,2',4,4',5-PeBDE	BDE-99	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5-PeBDE	BDE-99L
2,2',4,4',6-PeBDE	BDE-100	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',6-PeBDE	BDE-100L
		$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',6-HxBDE	BDE-139L
2,2',4,4',5,5'-HxBDE	BDE-153	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5,5'-HxBDE	BDE-153L
2,2',4,4',5',6-HxBDE	BDE-154	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5',6-HxBDE	BDE-154L
2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	BDE-183	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	BDE-183L
DeBDE	BDE-209	$^{13}\text{C}_{12}$ -DeBDE	BDE-209L

1. Polybrominated diphenyl ether

- TriBDE = tribromodiphenyl ether
- TeBDE = tetrabromodiphenyl ether
- PeBDE = pentabromodiphenyl ether
- HxBDE = hexabromodiphenyl ether
- HpBDE = heptabromodiphenyl ether
- DeBDE = decabromodiphenyl ether

2. L 表示同位素標幟。

表二 DB-5HT 分析多溴二苯醚之滯留時間 (RT),滯留時間參考標準品,相對滯留時間 (RRTs),偵測極限 (MDLs),最低檢出量 (MLs) 一覽表

溴數目	編號 ¹	滯留時間 參考標準品	滯留 時間 (min: sec)	相對滯 留時間 ³ (RRT)	相對滯 留時間 規範	時窗 (sec)	定量參考 標準品	偵測極限及最低檢出量 - 基質與濃度				
								水質 (pg/L)		其他基質 (ng/kg)		萃出液 (pg/μL)
								MDL	ML	MDL	ML	ML
<u>Tribromodiphenyl ethers</u>												
3	BDE-28	BDE-28L ²	22:49	1.0000	0.9985- 1.0022	-2 +3	BDE-28L	20	50	2	5	2.5
<u>Tetrabromodiphenyl ethers</u>												
4	BDE-47	BDE-47L	27:05	1.0000	0.9988- 1.0018	-2 +3	BDE-47L	25	100	2.5	10	5
<u>Pentabromodiphenyl ethers</u>												
5	BDE-100	BDE-100L	30:10	1.0000	0.9989- 1.0017	-2 +3	BDE-100L	20	50	2	5	2.5
5	BDE-99	BDE-99L	31:04	1.0005	0.9995- 1.0021	-2 +3	BDE-99L	40	100	4	10	5
<u>Hexabromodiphenyl ethers</u>												
6	BDE-154	BDE-154L	33:28	1.0005	0.9995- 1.0020	-2 +3	BDE-154L	20	50	2	5	2.5
6	BDE-153	BDE-153L	34:38	1.0005	0.9995- 1.0019	-2 +3	BDE-153L	20	50	2	5	2.5
<u>Heptabromodiphenyl ethers</u>												
7	BDE-183	BDE-183L	37:58	1.0000	0.9991- 1.0013	-2 +3	BDE-183L	30	100	3	10	5
<u>Decabromodiphenyl ether</u>												
10	BDE-209	BDE-209L	50:20	1.0000	0.9993- 0.1010	-2 +3	BDE-209L	700	2000	70	200	100
<u>內標準品</u>												
3	BDE-28L	PCB-52L	22:49	1.3240	1.2950- 1.3530	±30	PCB-52L	---	---	---	---	---
4	BDE-47L	PCB-52L	27:05	1.5716	1.5426- 1.6006	±30	PCB-52L	---	---	---	---	---
5	BDE-100L	PCB-138L	30:10	1.2230	1.2095- 1.2365	±20	PCB-138L	---	---	---	---	---

表二 DB-5HT 分析多溴二苯醚之滯留時間 (RT),滯留時間參考標準品,相對滯留時間 (RRTs),偵測極限 (MDLs),最低檢出量 (MLs) 一覽表(續)

溴數目	編號 ¹	滯留時間 參考標準品	滯留 時間 (min: sec)	相對滯 留時間 ³ (RRT)	相對滯 留時間 規範	時窗 (sec)	定量參 考標準 品		<u>水質</u> (pg/L)	<u>其他基質</u> (ng/kg)	<u>萃出液</u> (pg/μL)
5	BDE-99L	PCB-138L	31:03	1.2588	1.2453- 1.2723	±20	PCB-138L	---	---	---	---
6	BDE-154L	PCB-138L	33:27	1.3561	1.3358- 1.3764	±30	PCB-138L	---	---	---	---
6	BDE-153L	PCB-138L	34:37	1.4034	1.3831- 1.4236	±30	PCB-138L	---	---	---	---
7	BDE-183L	PCB-138L	37:58	1.5392	1.4986- 1.5797	±60	PCB-138L	---	---	---	---
10	BDE-209L	PCB-138L	50:20	2.0405	2.0000- 2.0811	±60	PCB-138L	---	---	---	---
<u>淨化標準品</u>											
6	BDE-139L	BDE-153L	35:03	1.0125	1.0077- 1.0173	±10	PCB-138L	---	---	---	---
<u>回收標準品</u>											
4	PCB-52L	PCB-138L	17:14	0.6986	0.6581- 0.7392	±60	---	---	---	---	---
6	PCB-138L	PCB-138L	24:40	1.0000	1.0000- 1.0000	±100	---	---	---	---	---

1.多溴二苯醚(PBDEs)同系物編號。

2.L表示同位素標幟。

3.相對滯留時間 (RRT) 為滯留時間 (RT) 與滯留時間參考標準品之比值。

表三 多溴二苯醚待測物及同位素標幟標準品儲備及工作溶液濃度

PBDE 同源物 待測物	儲備溶液濃度(µg/mL)	工作溶液濃度(ng/mL)
28	1.0	50
47	1.0	50
99	1.0	50
100	1.0	50
153	1.0	50
154	1.0	50
183	1.0	50
209	10	500
<u>內標準品</u> ¹		
28L	1.0	100
47L	1.0	100
99L	1.0	100
100L	1.0	100
153L	1.0	100
154L	1.0	100
183L	1.0	100
209L	10	1000
<u>淨化標準品</u>		
139L	1.0	100
<u>回收標準品</u>		
PCB-52L	5	100
PCB-138L	5	100

1.L 表示同位素標幟。

表四 起始檢量線校正標準品溶液及檢量線校正標準品溶液¹

PBDE 同源物	同系物編號	溶液濃度 (ng/mL)				
		CS-1	CS-2	CS-3 (VER ²)	CS-4	CS-5
<u>待測物</u>						
2,4,4'-TrBDE	28	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',4,4'-TeBDE	47	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',4,4',5-PeBDE	99	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',4,4',6-PeBDE	100	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',4,4',5,5'-HxBDE	153	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',4,4',5',6-HxBDE	154	1.0	5.0	50	500	2500
2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	183	1.0	5.0	50	500	2500
DeBDE	209	10	50	500	5000	25000
<u>內標準品³</u>						
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TrBDE	28L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4'-TeBDE	47L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5-PeBDE	99L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',6-PeBDE	100L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxBDE	153L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5',6-HxBDE	154L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	183L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -DeBDE	209L	1000	1000	1000	1000	1000
<u>淨化標準品</u>						
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',6-HxBDE	139L	100	100	100	100	100
<u>回收標準品</u>						
¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TeCB	PCB-52L	100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	PCB-138L	100	100	100	100	100

1. 若檢量線標準溶液可提供，其他同系物多溴二苯醚亦可納入分析。

2. VER : calibration verification standard

3. L(Label)表示同位素標幟。

表五 多溴二苯醚待測物及同位素標幟標準品監測離子群

Function and bromine or chlorine level	m/z ¹	m/z type	m/z formula	Substance
<u>Fn-1; Br-1</u>	247.9837	M	¹² C ₁₂ H ₉ ¹⁶ O ⁷⁹ Br	MoBDE ²
	249.9816	M+2	¹² C ₁₂ H ₉ ¹⁶ O ⁸¹ Br	MoBDE
	260.0239	M	¹³ C ₁₂ H ₉ ¹⁶ O ⁷⁹ Br	¹³ C ₁₂ MoBDE
	262.0219	M+2	¹³ C ₁₂ H ₉ ¹⁶ O ⁸¹ Br	¹³ C ₁₂ MoBDE
	280.9824	lock	¹² C ₆ F ₁₁	PFK ³
<u>Fn-2; Br-2; Cl-4</u>	301.9626	M	¹³ C ₁₂ H ₆ ³⁵ Cl ₄	¹³ C ₁₂ TeCB
	303.9597	M+2	¹³ C ₁₂ H ₆ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl	¹³ C ₁₂ TeCB
	325.8942	M	¹² C ₁₂ H ₈ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂	DiBDE
	327.8921	M+2	¹² C ₁₂ H ₈ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ⁸¹ Br	DiBDE
	330.9792	lock	¹² C ₇ F ₁₃	PFK
	337.9344	M	¹³ C ₁₂ H ₈ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂	¹³ C ₁₂ DiBDE
	339.9324	M+2	¹³ C ₁₂ H ₈ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ⁸¹ Br	¹³ C ₁₂ DiBDE
	<u>Fn-3 Br-3; Br-4; Cl-6</u>	371.8817	M+2	¹³ C ₁₂ H ₅ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl
373.8788		M+4	¹³ C ₁₂ H ₆ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂	¹³ C ₁₂ HxCB
405.8027		M+2	¹² C ₁₂ H ₇ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br	TrBDE
407.8002		M+4	¹² C ₁₂ H ₇ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ⁸¹ Br ₂	TrBDE
417.8429		M+2	¹³ C ₁₂ H ₇ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br	¹³ C ₁₂ TrBDE
419.8409		M+4	¹³ C ₁₂ H ₇ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ⁸¹ Br ₂	¹³ C ₁₂ TrBDE
442.9728		lock	¹² C ₁₀ F ₁₇	PFK
483.7132		M+2	¹² C ₁₂ H ₆ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br	TeBDE
485.7111		M+4	¹² C ₁₂ H ₆ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br ₂	TeBDE
497.7514		M+4	¹³ C ₁₂ H ₆ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br ₂	¹³ C ₁₂ TeBDE
499.7493		M+6	¹³ C ₁₂ H ₆ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ TeBDE
<u>Fn-4; Br-5; Br-6</u>		554.9665	lock	¹² C ₁₃ F ₂₁
	563.6216	M+4	¹² C ₁₂ H ₅ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₂	PeBDE
	565.6196	M+6	¹² C ₁₂ H ₅ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br ₃	PeBDE
	575.6619	M+4	¹³ C ₁₂ H ₅ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₂	¹³ C ₁₂ PeBDE
	577.6598	M+6	¹³ C ₁₂ H ₅ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ PeBDE
	641.5322	M+4	¹² C ₁₂ H ₄ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₂	HxBDE
	643.5302	M+6	¹² C ₁₂ H ₄ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₃	HxBDE
	655.5704	M+6	¹³ C ₁₂ H ₄ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ HxBDE
	657.5683	M+8	¹³ C ₁₂ H ₄ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₂ ⁸¹ Br ₄	¹³ C ₁₂ HxBDE
<u>Fn-5; Br-7; Br-8</u>	716.9569	lock	¹² C ₁₇ F ₂₇	PFK
	721.4406	M+6	¹² C ₁₂ H ₃ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₃	HpBDE
	723.4386	M+8	¹² C ₁₂ H ₃ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₄	HpBDE
	733.4809	M+6	¹³ C ₁₂ H ₃ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ HpBDE
	735.4788	M+8	¹³ C ₁₂ H ₃ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₄	¹³ C ₁₂ HpBDE

表五 多溴二苯醚待測物及同位素標幟標準品監測離子群 (續)

Function and bromine or chlorine level	m/z ¹	m/z type	m/z formula	Substance
<u>Fn-6; Br-9; Br-10</u>	799.3511	M+6	¹² C ₁₂ H ₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₅ ⁸¹ Br ₃	OcBDE
	801.3491	M+8	¹² C ₁₂ H ₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₄	OcBDE
	811.3914	M+6	¹³ C ₁₂ H ₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₅ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ OcBDE
	813.3893	M+8	¹³ C ₁₂ H ₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₄	¹³ C ₁₂ OcBDE
	719.4250	(M+8)-Br ₂	¹² C ₁₂ H ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₃	NoBDE
	721.4230	(M+10)-Br ₂	¹² C ₁₂ H ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₄	NoBDE
	731.4651	(M+8)-Br ₂	¹³ C ₁₂ H ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ NoBDE
	716.9569	lock	¹² C ₁₇ F ₂₇	PFK
	733.4631	(M+10)-Br ₂	¹³ C ₁₂ H ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₃ ⁸¹ Br ₄	¹³ C ₁₂ NoBDE
	797.3355	(M+8)-Br ₂	¹² C ₁₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₅ ⁸¹ Br ₃	DeBDE
	799.3335	(M+10)-Br ₂	¹² C ₁₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₄	DeBDE
	809.3757	(M+8)-Br ₂	¹³ C ₁₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₅ ⁸¹ Br ₃	¹³ C ₁₂ DeBDE
	811.3737	(M+10)-Br ₂	¹³ C ₁₂ ¹⁶ O ⁷⁹ Br ₄ ⁸¹ Br ₄	¹³ C ₁₂ DeBDE

1. 精確質量數計算用同位素質量

¹ H	1.0078	³⁵ Cl	34.9689
¹² C	12.0000	³⁷ Cl	36.9659
¹³ C	13.0034	⁷⁹ Br	78.9813
¹⁶ O	15.9949	⁸¹ Br	80.9163
¹⁹ F	18.9984		

2. 不同溴數縮寫

Polybrominated diphenyl ether

MoBDE =	monobromodiphenyl ether	HxBDE =	hexabromodiphenyl ether
DiBDE =	dibromodiphenyl ether	HpBDE =	heptabromodiphenyl ether
TriBDE =	tribromodiphenyl ether	OcBDE =	octabromodiphenyl ether
TeBDE =	tetrabromodiphenyl ether	NoBDE =	nonabromodiphenyl ether
PeBDE =	pentabromodiphenyl ether	DeBDE =	decabromodiphenyl ether

3. PFK : Perfluorokerosene

表六 PBDEs 及 PCBs 離子強度比值之品管範圍

溴數目	離子強度比值	理論值	管制下限	管制上限
1	$m/m+2$	1.03	0.88	1.18
2	$m/(m+2)$	0.51	0.43	0.59
3	$(m+2)/(m+4)$	1.03	0.88	1.18
4	$(m+2)/(m+4)$	0.70	0.60	0.81
	$(m+4)/(m+6)$	1.54	1.31	1.77
5	$(m+4)/(m+6)$	1.03	0.88	1.18
6	$(m+4)/(m+6)$	0.77	0.65	0.89
	$(m+6)/(m+8)$	1.37	1.16	1.58
7	$(m+6)/(m+8)$	1.03	0.88	1.18
8	$(m+6)/(m+8)$	0.82	0.70	0.94
9	$(m+8) - Br_2 / (m+10) - Br_2$	1.02	0.88	1.17
10	$(m+8) - Br_2 / (m+10) - Br_2$	0.85	0.72	0.98
氯數目				
4	$m/(m+2)$	0.78	0.66	0.90
6	$(m+2)/(m+4)$	1.25	1.06	1.44

表七 PBDEs 檢量線確認標準品 (VER) 及起始精密度與回收率 (IPR) 及基質添加標準品回收率 (OPR) 品保規範

同系物	同系物 編號	測試濃度 (ng/mL)	檢量線確認 標準品 VER (%)	RSD (%)	IPR 平均回收 率 (%)	OPR (%)	樣品同位素 標幟標準品 回收率 (%)
<u>待測物</u>							
2,4,4'-TrBDE	28	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',4,4'-TeBDE	47	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',4,4',5-PeBDE	99	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',4,4',6-PeBDE	100	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',4,4',5,5'-HxBDE	153	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',4,4',5',6-HxBDE	154	50	70-130	40	60-140	50-150	
2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	183	50	70-130	40	60-140	50-150	
DeBDE	209	500	50-200	40	50-200	40-200	
<u>內標準品</u>							
¹³ C12-2,4,4'-TrBDE	28L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',4,4'-TeBDE	47L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',4,4',5-PeBDE	99L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',4,4',6-PeBDE	100L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',4,4',5,5'-HxBDE	153L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',4,4',5',6-HxBDE	154L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-2,2',3,4,4',5',6-HpBDE	183L	100	50-150	50	35-135	30-140	25-150
¹³ C12-DeBDE	209L	1000	25-200	50	25-200	20-200	20-200
<u>淨化標準品</u>							
¹³ C12-2,2',3,4,4',6-HxBDE	139L	100	60-130	45	45-120	40-125	30-135

表八 各種不同樣品基質¹建議萃取量

樣品基質 ²	例如	固體百分率	相	萃取量
單一相				
水溶液	飲用水 地下水 處理後廢水	<1	— ³	1000 mL
固體	乾燥土壤 堆肥 飛灰 廢油 有機聚合物	>20	固體	10 g
生物組織	魚體 人體組織	—	有機	10 g
多相				
<i>液體/固體</i>				
水溶液/固體	含水的油 未處理放流水 消化都市污泥 濾渣 紙漿	1-30	固體	10 g
有機相/固體	工業污泥 油狀廢棄物	1-100	兩者均含	10 g
<i>液體/液體</i>				
水溶液/有機相	處理中放流水 未處理放流水	<1	有機相	10 g
水溶液/有機相/固體	未處理放流水	>1	有機相 & 固相	10 g

1. 樣品萃取量需調整到 10 克乾重的量，1 公升含有 1%固體之水溶液樣品將含有 10 克的固體量，水溶液樣品固體百分率大於 1%，可以取較少量的水溶液樣品使得約 10 克乾重固體樣品被萃取。
2. 有些樣品基質可能是無定型的，一般而言PBDEs會與多相之系統包含水相接觸，由於PBDEs之水溶解度甚低，PBDEs會傾向於分佈或吸附於有機相。
3. 水溶液樣品經添加同位素標準品後再進行過濾，濾液及吸附在濾紙上物質需分開萃取，萃取液一併收集後再進行淨化及分析。

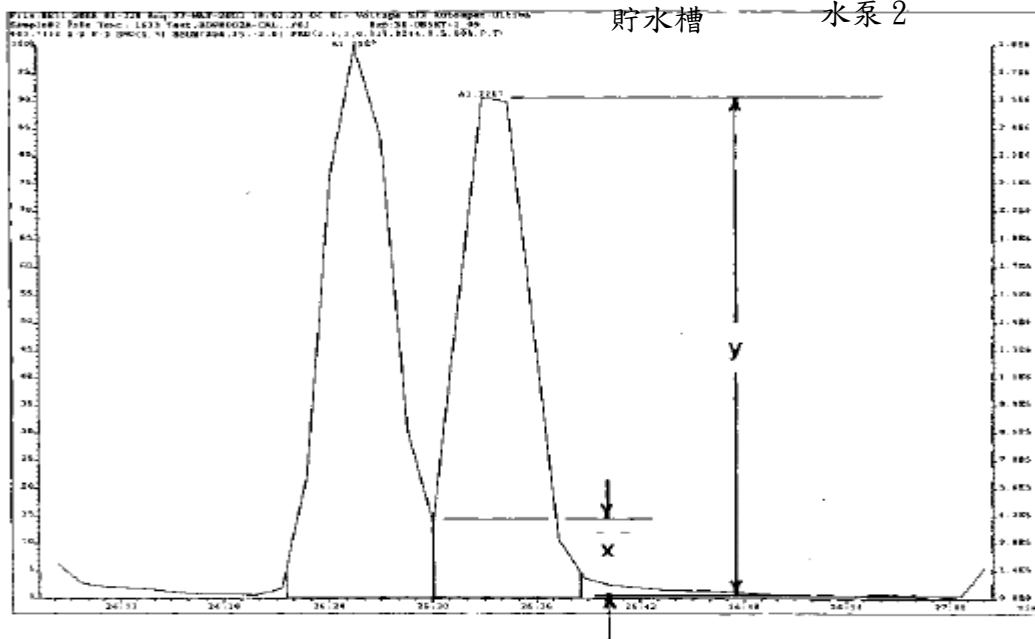
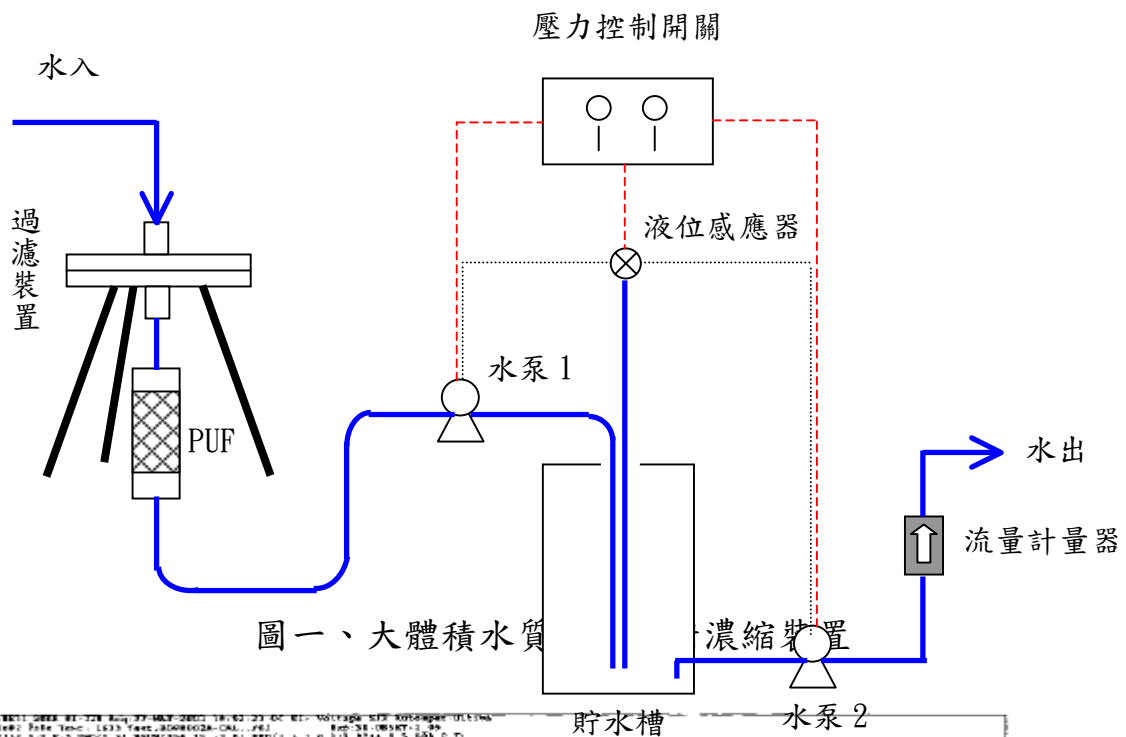
表九 多溴二苯醚(PBDEs)內標準品及基質添加標準品回收率及標準偏差
 內標準品回收率 (%) 基質添加回收率(%)

待測物	n = 75		n = 6	
	回收率 ¹ (%)	標準偏差	回收率 ² (%)	標準偏差
BDE-28	63	17	113	16
BDE-47	88	21	114	7
BDE-100	n/a ³	n/a	101	8
BDE-99	93	29	113	9
BDE-154	95	11	100	5
BDE-153	104	10	104	5
BDE-183	95	16	118	9

1.空白樣品、空白基質添加及真實樣品同位素標幟標準品回收率。

2.空白基質添加標準品回收率。

3.n/a 未添加到樣品中。



圖二、DB-5HT 管柱解析度測試：四溴同系物 BDE-49 與 BDE-71 分離，波谷高度除以相鄰波峰高度較低者需小於 40% ($100 \times x/y < 40\%$)