

排放管道及空氣中戴奧辛及呋喃檢測方法

— 同位素標幟稀釋氣相層析／串聯式質譜儀法草案

NIEA A817.00B

一、方法概要

排放管道（或空氣）中戴奧辛 (PCDDs) 及呋喃 (PCDFs) 採樣完後，經由萃取濃縮淨化完全後，利用同位素標幟稀釋法 (Isotope dilution method)，經氣相層析/串聯式質譜儀法 (Gas chromatograph tandem mass spectrometer, GC/MS-MS) 分析，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) 本方法適用於排放管道及空氣樣品中 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-Tetrachlorinated 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種同源物之含量，其名稱如表一所示。
- (二) 戴奧辛分析實驗室相關安全措施如註 1，相關藥品毒性及應注意事項如註 2。此外實驗區域需依附錄定期執行擦拭試驗。

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, S/N)，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，所以一般溶劑應使用殘量級，或經適當蒸餾後再使用。玻璃器皿使用後應浸入清潔液以超音波震盪洗淨，再以熱水沖洗，依序再以試劑水、丙酮等溶劑淋洗晾乾後，使用鋁箔封口備用。使用前再以二氯甲烷淋洗（實驗室可適度調整此器皿清洗程序）。萃取裝置在使用前需再以有機溶劑預先萃取迴流。

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後，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) 丟棄式玻璃移液管：Pyrex 材質，10 mL、5 mL 和 1 mL。
- (三) 洗瓶：鐵氟龍材質，500 mL。

- (四) 樣品瓶：內容量分別 24 mL、16 mL 及 12 mL，附鐵氟龍內襯之螺旋蓋。
- (五) 圓（平）底燒瓶：硼矽玻璃材質，1000 mL 及 500 mL，24/40。
- (六) 梨形瓶：硼矽玻璃材質，50 mL，24/40。
- (七) 鐵氟龍沸石。
- (八) 玻璃移液管切割刀。
- (九) 索氏萃取管：硼矽玻璃材質。
- (十) 冷凝管：硼矽玻璃材質。
- (十一) 矽膠軟管：8 m/m x 12 m/m。
- (十二) 藥勺：不銹鋼材質，被覆鐵氟龍。
- (十三) 玻璃血清瓶：附鐵氟龍墊片蓋子。
- (十四) 丟棄式玻璃滴管。
- (十五) 矽膠帽：1 毫升。
- (十六) 天平：可精稱至 0.01 g。
- (十七) 氮氣吹除裝置：附流量調整閥。
- (十八) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (十九) 烘箱：溫度可達 400 °C。
- (二十) 乾燥器(Desiccator)。
- (二十一) 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。
- (二十二) 串聯式質譜儀：三重四極柱串聯質譜解析度設定需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：經純水系統製備而得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。
- (十一) 矽藻土：Celite 545-AW，Supelco 2-0199；或同級品。
- (十二) 活性碳：Carbopak C 或同級品。
- (十三) 矽膠：Fisher，100-200 mesh；或同級品。使用前，以 180 °C 至少加熱 30 分鐘活化之，於乾燥器中冷卻至室溫後儲存於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶備用。
- (十四) 酸性氧化鋁(Acid alumina)： Brockmann grade I，50 mesh -200 mesh；Lancaster Synthesis；或同級品。使用前於 170 °C 活化 16 小時。
- (十五) 酸性矽膠(Acid silica gel)：混合 30 g 之矽膠與 20 g 之濃硫酸於鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶內，充分震盪攪拌，使其完全混合。儲存於鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶內。
- (十六) 活性碳／矽藻土(Carbon/Celite)：
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 於附鐵氟龍內襯螺帽之 250 mL 玻璃瓶中混合均勻，使用前於 130°C 活化 6 小時，冷卻後儲於乾燥箱內備用。
- (十七) 氮氣(N₂)：純度 99.99 % 以上。
- (十八) 氦氣(He)：純度 99.9995 % 以上。
- (十九) 氬氣(Ar)：純度 99.9995 % 以上。
- (二十) 同位素標幟標準溶液 (註 3)：

1. 擬似標準溶液(Surrogate standard solution)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 PCDDs 及 PCDFs 共五種同位素標幟擬似標準品的儲備標準溶液。亦可使用市售已製備好之標準溶液。
2. 內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 PCDDs 及 PCDFs 共九種同位素標幟內標準品的儲備標準溶液。亦可使用市售已製備好之標準溶液。
3. 替代標準溶液(Alternate standard solution)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 $^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF 的儲備標準溶液。亦可使用市售已製備好之標準溶液。
4. 回收標準溶液(Recovery standard solution)：以正壬烷配製內含如表二所示參考濃度之 PCDDs 及 PCDFs 共二種同位素標幟回收標準品的儲備標準溶液。亦可使用市售已製備好之標準溶液。

(二十一) 檢量校正標準溶液：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物及 $^{13}\text{C}_{12}$ - 同位素標幟標準品之 PCDDs 及 PCDFs。亦可使用市售已製備好之標準溶液。表三所示之參考濃度亦可依儀器之高靈敏度，配製較低濃度之檢量校正標準溶液。

(二十) 確認層析管柱解析度標準品(Isomer specificity test standard)，如表四所列。

六、採樣及保存

有關排放管道樣品採樣及保存參照排放管道中戴奧辛類化合物採樣方法(NIEA A807.7)及排放管道中戴奧辛及呔喃檢測方法(NIEA A808.7)；空氣樣品採樣及保存參照空氣中戴奧辛及呔喃採樣方法(NIEA A809.1)及空氣中戴奧辛及呔喃檢測方法(NIEA A810.1) (註4)。

七、步驟

(一) 樣品前處理

有關排放管道樣品萃取及淨化步驟參照排放管道中戴奧辛及呔喃檢測方法(NIEA A808.7)；空氣樣品萃取及淨化步驟參照空氣中戴奧辛及呔喃檢測方法(NIEA A810.1)。

(二) 上機分析

使用氣相層析/串聯式質譜儀(GC/MS/MS)分析樣品。分析條件如下 1、2 所述。分析前每件樣品加入 (註6) 10 μL 如表二所

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七、(三) 4. (2) 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 $^{\circ}$ C。

載流氣體：氦氣，約 1.2 mL / min。

管柱：40 m (長度) \times 0.18 mm (內徑) \times 0.18 μ m (膜厚)
TG-Dioxin 管柱。

管柱溫度：150 $^{\circ}$ C (2 min) 以 30 $^{\circ}$ C / min 升溫至 270 $^{\circ}$ C，然後以 3.0 $^{\circ}$ C / min 升溫至 300 $^{\circ}$ C，再以 10 $^{\circ}$ C / min 升溫至 320 $^{\circ}$ C (11 min)。

2. 串聯式質譜儀操作條件，可視實際需要適當調整：

碰撞氣體：氬氣(Ar)。

離子化模式：電子撞擊式(Electron-impact Ionization, EI)。

離子源溫度：約 320 $^{\circ}$ C。

監測模式：選擇性反應監測(Selected reaction monitoring)，監測離子對如表五所列。

3. 鑑定準則：下列定性準則係用於鑑定 PCDDs/PCDFs。

(1) 離子強度比要在表六理論比值 \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、擬似標準品、替代標準品、回收標準品等之滯留時間 3 秒範圍內。

(3) 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。

(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；在標準檢量校正曲線時必須為 10 以上。

4. 定量準則：每一待測物之二監測離子之面積和可用以代表該待測物的含量。用內標準品以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和替代標準品之回收率。擬似標準品回收率則由同一含氯數同源物之內標準品來計算。

(三) 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 或以下注入量之訊噪比(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，同時表三之標準溶液在 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：採用表三之 5 組標準品溶液進行起始檢量校正，每一待測物、內標準品、擬似標準品及替代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七所列限值。
4. 日績效查核

批次上機分析之日績效查核（註 5），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：先行分析表三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理論比之 $\pm 15\%$ 以內。
- (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，分析如表四所示 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較低層析之波峰高度之 25% 以上，如圖一所示。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二所示。
- (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，須符合表七所列之規範。

八、結果處理

有關排放管道樣品結果處理步驟參照排放管道中戴奧辛及呋喃檢測方法(NIEA A808.7)；有關空氣樣品結果處理步驟參照空氣中戴奧辛及呋喃檢測方法(NIEA A810.1)。

九、品質管制

- (一) 實驗室依據本方法執行戴奧辛檢測時，串聯式質譜儀須執行儀器日性能查核，並訂定實驗室允收標準。
- (二) 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、實驗室方法空白分析、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，檢驗人員可依效能基準(Performance-based)，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. 方法空白分析。
 - 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。

（三）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7）分析，並添加待測物及同位素標幟物內標準品，計算其最終定量體積之平均濃度 x (ng/mL)、標準偏差 s (ng/mL)，並訂定起始精密度與回收率規範。

（四）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、替代標準品以評估分析方法對基質效應之影響。

（五）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.在每一批次或每 10 個樣品（註8）分析之方法空白，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。

(六) 空白添加或查核樣品分析：

每一批次或每 10 個樣品執行空白添加或查核樣品分析，以評估所有分析程序之可靠性。

(七) 相關品保品管規範整理如表八：

- 1.內標準品及替代標準品回收百分率：表二所列 9 種 ^{13}C -標幟之 PCDDs 及 PCDFs 由四到八氯等族群之內部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，同時測定整個萃取、淨化及分析過程之效率。四到六氯內標準品及替代標準品之回收率須落在 40 % 至 130 % 範圍內，七至八氯內標準品回收率則需落在 25 % 至 130 % 範圍內。
- 2.擬似標準品回收率：表二所列 5 種擬似標準品係於採樣前加入吸附管中之 XAD-2 吸附劑（泡棉）中。其回收率之量測是相對於內標準品計算，目的係用以監測採樣效率，而非用以定量 PCDDs 和 PCDFs，所有回收率皆應落在 70 % 至 130 % 之範圍內。擬似標準品之回收率若不佳時，可能係採樣時吸附管吸附容量已穿透(Breakthrough)。假如所有擬似標準品之回收率皆低於 70 % 時，必須重行採樣分析。若屬單一之擬似標準品回收率差時，不需要捨棄整組樣品數據。
- 3.採樣裝置收集效率查核：每次採樣前，於 XAD-2 吸附管（泡棉）內添加擬似標準品溶液，濃度如表二所列。
- 4.空白添加或查核樣品回收百分率：待測物添加之回收率須落在 70 % 至 130 % 範圍內。

十、精密度與準確度

(一) 單一實驗室排放管道精密度及準確度數據結果如表九，來源係以 XAD-2 吸附劑添加內標準品及待測物查核標準品分析所得；擬似標準品回收率結果如表十；內標準品及替代標準品回收結果如表十一。

(二) 空氣精密度及準確度數據結果如表十二，來源係以泡棉添加內標準品及待測物查核標準品分析所得。擬似標準品回收率結果如表十三；內標準品及替代標準品回收結果如表十四。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA, Determination of Polychlorinated Dibenzo-*p*-dioxins and Polychlorinated Dibenzofurans from Municipal Waste Combustors., Method 23, 2020.
- (二) U.S. EPA, Tetra- through Octa Chlorinated Dioxins and Furans by Isotope Dilution HRGC/HRMS., Method 1613B, 1994.
- (三) Environment Canada, A Method for the Analysis of Polychlorinated Dibenzo-*para*-Dioxins(PCDDs), Polychlorinated 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, Polychlorinated Dibenzo-*p*-Dioxins (PCDDs) and Dibenzofurans (PCDFs) by High-Resolution Gas Chromatography / High-Resolution Mass Spectrometry (HRGC/HRMS)., Method 8290A, 2007.

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，配戴活性碳面罩，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：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之化學藥品相關之安全資料表(Safety data sheet)參考檔案應置於分析人員易取得之處。

註3：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。

註4：本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以行政院環境保護署最新公告者為準。

註5：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6：回收標準溶液之加入量即為樣品之最終定量體積，回收標準品添加體積係配合內標準品添加體積而定，一旦內標準品添加體積固定之後，回收標準品添加體積就不可以更動，其絕對量須與檢量線之回

收標準溶液一致。

註 7：參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 8：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。

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

PCDDs/PCDFs*	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	not used	—
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	$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	114423-97-1
OCDF	39001-02-0	not used	—

*. 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 $^{13}\text{C}_{12}$ -同位素標幟物組成及工作標準品溶液

成份	濃度(pg/ μL)
內標準溶液 (Internal standard solution)	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -OCDD	200
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,7,8-TeCDF	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8-PeCDF	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100
擬似標準溶液(Surrogate standard solution)	
$^{37}\text{Cl}_4$ -2,3,7,8-TeCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,7,8-PeCDF	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100
替代標準溶液(Alternate standard solution)	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	50
回收標準溶液(Recovery standard solution)	
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,4-TeCDD	100
$^{13}\text{C}_{12}$ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	100

表三 起始檢量校正標準溶液組成一覽表

化合物名稱	溶液 NO.	1	2	3	4	5
待測物		濃度(pg/μL)				
2,3,7,8-TeCDD		0.5	1	5	50	100
2,3,7,8-TeCDF		0.5	1	5	50	100
1,2,3,7,8-PeCDD		2.5	5	25	250	500
1,2,3,7,8-PeCDF		2.5	5	25	250	500
2,3,4,7,8-PeCDF		2.5	5	25	250	500
1,2,3,4,7,8-HxCDD		2.5	5	25	250	500
1,2,3,6,7,8-HxCDD		2.5	5	25	250	500
1,2,3,7,8,9-HxCDD		2.5	5	25	250	500
1,2,3,4,7,8-HxCDF		2.5	5	25	250	500
1,2,3,6,7,8-HxCDF		2.5	5	25	250	500
1,2,3,7,8,9-HxCDF		2.5	5	25	250	500
2,3,4,6,7,8-HxCDF		2.5	5	25	250	500
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		2.5	5	25	250	500
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		2.5	5	25	250	500
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		2.5	5	25	250	500
OCDD		5	10	50	500	1000
OCDF		5	10	50	500	1000
內標準品						
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -OCDD		200	200	200	200	200
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF		100	100	100	100	100
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		100	100	100	100	100
擬似標準品						
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD		0.5	1	5	50	100
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF		2.5	5	25	250	500
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD		2.5	5	25	250	500
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF		2.5	5	25	250	500
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF		2.5	5	25	250	500
替代標準品						
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF		2.5	5	25	250	500
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

表四 確認層析管柱解析度標準品

TeCDD 層析解析度標準品	1,2,3,7-TeCDD +1,2,3,8-TeCDD 2,3,7,8-TeCDD 1,2,3,9-TeCDD
TeCDF 層析解析度標準品	2,3,4,7-TeCDF 2,3,7,8-TeCDF 1,2,3,9-TeCDF

表五 PCDDs/PCDFs 待測物和同位素標幟物之監測離子對

化合物簡稱*	RT (mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
¹³ C ₁₂ -1234-TeCDD**	10.05	331.9	268.0	20
¹³ C ₁₂ -1234-TeCDD**	10.05	333.9	270.0	20
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDF**	10.13	315.9	252.0	26
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDF**	10.13	317.9	254.0	26
2378-TeCDF	10.14	303.9	240.9	26
2378-TeCDF	10.14	305.9	242.9	26
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDD**	10.37	331.9	268.0	20
¹³ C ₁₂ -2378-TeCDD**	10.37	333.9	270.0	20
2378-TeCDD	10.38	319.9	256.9	20
2378-TeCDD	10.38	321.9	258.9	20
³⁷ Cl ₄ -2378-TeCDD**	10.39	262.9	198.0	20
³⁷ Cl ₄ -2378-TeCDD**	10.39	327.9	262.9	20
12378-PeCDF	11.93	339.9	276.9	26
12378-PeCDF	11.93	341.9	278.9	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDF**	11.93	351.9	287.9	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDF**	11.93	353.9	289.9	26
23478-PeCDF	12.49	339.9	276.9	26
23478-PeCDF	12.49	341.9	278.9	26
¹³ C ₁₂ -23478-PeCDF**	12.49	351.9	287.9	26
¹³ C ₁₂ -23478-PeCDF**	12.49	353.9	289.9	26
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDD**	12.58	367.9	303.9	22
¹³ C ₁₂ -12378-PeCDD**	12.58	369.9	305.9	22
12378-PeCDD	12.59	355.9	292.9	20
12378-PeCDD	12.59	357.9	294.9	20
123478-HxCDF	14.05	371.8	308.9	28
123478-HxCDF	14.05	373.8	310.9	28
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDF**	14.05	383.9	319.9	26
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDF**	14.05	385.9	321.9	26
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDF**	14.11	383.9	319.9	26
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDF**	14.11	385.9	321.9	26

表五 PCDDs/PCDFs 待測物和同位素標幟物之監測離子對 (續)

化合物簡稱*	RT(mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
123678-HxCDF	14.12	371.8	308.9	28
123678-HxCDF	14.12	373.8	310.9	28
¹³ C ₁₂ -234678-HxCDF**	14.46	383.9	319.9	26
¹³ C ₁₂ -234678-HxCDF**	14.46	385.9	321.9	26
234678-HxCDF	14.47	371.8	308.9	28
234678-HxCDF	14.47	373.8	310.9	28
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDD**	14.52	399.9	335.9	20
¹³ C ₁₂ -123478-HxCDD**	14.52	401.9	337.9	20
123478-HxCDD	14.53	387.8	324.9	20
123478-HxCDD	14.53	389.8	326.9	20
123678-HxCDD	14.58	387.8	324.9	20
123678-HxCDD	14.58	389.8	326.9	20
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDD**	14.58	399.9	335.9	20
¹³ C ₁₂ -123678-HxCDD**	14.58	401.9	337.9	20
123789-HxCDD	14.77	387.8	324.9	20
123789-HxCDD	14.77	389.8	326.9	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDD**	14.77	399.9	335.9	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDD**	14.77	401.9	337.9	20
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDF**	14.96	383.9	319.9	26
¹³ C ₁₂ -123789-HxCDF**	14.96	385.9	321.9	26
123789-HxCDF	14.97	371.8	308.9	28
123789-HxCDF	14.97	373.8	310.9	28
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDF**	15.89	419.8	355.9	28
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDF**	15.89	421.8	357.9	28
1234678-HpCDF	15.9	407.8	344.8	26
1234678-HpCDF	15.9	409.8	346.8	26
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDD**	16.51	435.8	371.9	20
¹³ C ₁₂ -1234678-HpCDD**	16.51	437.8	373.9	20
1234678-HpCDD	16.52	423.8	360.8	20
1234678-HpCDD	16.52	425.8	362.8	20
¹³ C ₁₂ -1234789-HpCDF**	17.16	419.8	355.9	28
¹³ C ₁₂ -1234789-HpCDF**	17.16	421.8	357.9	28

表五 PCDDs/PCDFs 待測物和同位素標幟物之監測離子對 (續)

化合物簡稱*	RT (mins)	Precursor ion(m/z)	Product ion(m/z)	Collision Energy
1234789-HpCDF	17.17	407.8	344.8	26
1234789-HpCDF	17.17	409.8	346.8	26
¹³ C ₁₂ -OCDD**	19.46	469.8	405.8	20
¹³ C ₁₂ -OCDD**	19.46	471.8	407.8	20
OCDD	19.47	457.7	394.8	20
OCDD	19.47	459.7	396.8	20
OCDF	19.63	441.8	378.8	26
OCDF	19.63	443.8	380.8	26

*. 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

** .同位素標幟物。

表五 PCDDs/PCDFs 待測物和同位素標幟物之監測離子對 (續)

簡稱	m/z 型式	Precursor ion(m/z)	Precursor 元素組成	Product ion(m/z)	Product 元素組成
TeCDF	M	303.9	C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₄ O	240.9	C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₃
TeCDF	M+2	305.9	C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO	242.9	C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl
¹³ C ₁₂ -TeCDF	M	315.9	¹³ C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₄ O	252.0	¹³ C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₃
¹³ C ₁₂ -TeCDF	M+2	317.9	¹³ C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO	254.0	¹³ C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl
TeCDD	M	319.9	C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₄ O ₂	256.9	C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₃ O
TeCDD	M+2	321.9	C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO ₂	258.9	C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ ClO
³⁷ Cl ₄ -TeCDD	M+8	327.9	C ₁₂ H ₄ ³⁷ Cl ₄ O ₂	262.9	C ₁₁ H ₄ ³⁷ Cl ₃ O
¹³ C ₁₂ -TeCDD	M	331.9	¹³ C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₄ O ₂	268.0	¹³ C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₃ O
¹³ C ₁₂ -TeCDD	M+2	333.9	¹³ C ₁₂ H ₄ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO ₂	270.0	¹³ C ₁₁ H ₄ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ ClO
PeCDF	M+2	339.9	C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO	276.9	C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl
PeCDF	M+4	341.9	C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl ₂ O	278.9	C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl ₂
¹³ C ₁₂ -PeCDF	M+2	351.9	¹³ C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO	287.9	¹³ C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl
¹³ C ₁₂ -PeCDF	M+4	353.9	¹³ C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl ₂ O	289.9	¹³ C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl ₂
PeCDD	M+2	355.9	C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO ₂	292.9	C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO
PeCDD	M+4	357.9	C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl ₂ O ₂	294.9	C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl ₂ O
¹³ C ₁₂ -PeCDD	M+2	367.9	¹³ C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO ₂	303.9	¹³ C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ ClO
¹³ C ₁₂ -PeCDD	M+4	369.9	¹³ C ₁₂ H ₃ ³⁵ Cl ₃ ³⁷ Cl ₂ O ₂	305.9	¹³ C ₁₁ H ₃ ³⁵ Cl ₂ ³⁷ Cl ₂ O
HxCDF	M	371.8	C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₆ O	308.9	C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₅
HxCDF	M+2	373.8	C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO	310.9	C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl
¹³ C ₁₂ -HxCDF	M	383.9	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₆ O	319.9	¹³ C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₄
¹³ C ₁₂ -HxCDF	M+2	385.9	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO	321.9	¹³ C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl
HxCDD	M	387.8	C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₆ O ₂	324.9	C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₅ O
HxCDD	M+2	389.8	C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO ₂	326.9	C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO
¹³ C ₁₂ -HxCDD	M	399.9	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₆ O ₂	335.9	¹³ C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₅ O
¹³ C ₁₂ -HxCDD	M+2	401.9	¹³ C ₁₂ H ₂ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO ₂	337.9	¹³ C ₁₁ H ₂ ³⁵ Cl ₄ ³⁷ ClO
HpCDF	M+2	407.8	C ₁₂ H ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO	344.8	C ₁₁ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl
HpCDF	M+4	409.8	C ₁₂ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O	346.8	C ₁₁ H ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
¹³ C ₁₂ -HpCDF	M+2	419.8	¹³ C ₁₂ H ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO	355.9	¹³ C ₁₁ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl
¹³ C ₁₂ -HpCDF	M+4	421.8	¹³ C ₁₂ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O	357.9	¹³ C ₁₁ H ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂
HpCDD	M+2	423.8	C ₁₂ H ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO ₂	360.8	C ₁₁ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO
HpCDD	M+4	425.8	C ₁₂ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O ₂	362.8	C ₁₁ H ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂ O
¹³ C ₁₂ -HpCDD	M+2	435.8	¹³ C ₁₂ H ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO ₂	371.9	¹³ C ₁₁ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ ClO
¹³ C ₁₂ -HPCDD	M+4	437.8	¹³ C ₁₂ H ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O ₂	373.9	¹³ C ₁₁ H ³⁵ Cl ₄ ³⁷ Cl ₂ O
OCDF	M+2	441.8	C ₁₂ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ ClO	378.8	C ₁₁ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl
OCDF	M+4	443.8	C ₁₂ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂ O	380.8	C ₁₁ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂
OCDD	M+2	457.7	C ₁₂ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ ClO ₂	394.8	C ₁₁ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO
OCDD	M+4	459.7	C ₁₂ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂ O ₂	396.8	C ₁₁ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O
¹³ C ₁₂ -OCDD	M+2	469.8	¹³ C ₁₂ ³⁵ Cl ₇ ³⁷ ClO ₂	405.8	¹³ C ₁₁ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ ClO
¹³ C ₁₂ -OCDD	M+4	471.8	¹³ C ₁₂ ³⁵ Cl ₆ ³⁷ Cl ₂ O ₂	407.8	¹³ C ₁₁ ³⁵ Cl ₅ ³⁷ Cl ₂ O

*.原子量:

H	=	1.007825	C	=	12.00000	¹³ C	=	13.003355
O	=	15.994915	³⁵ Cl	=	34.968853	³⁷ Cl	=	36.965903

表六 PCDDs 及 PCDFs 離子強度比之品管範圍

Product ion C1 原子數	離子型態*	理論比值**	管制值	
			下限	上限
3	M+2/M	0.96	0.82	1.10
4	M+4/M+2	0.48	0.41	0.55
5	M/M+2	0.63	0.54	0.72
6	M+4/M+2	0.80	0.68	0.92
7	M+4/M+2	0.96	0.82	1.10

* 參考表五之間測離子對，如 TeCDF 303.9 → 240.9(M)，305.9 → 242.9(M+2)，計算 $m/z=242.9$ 與 $m/z=240.9$ 之離子強度比。若選擇不同的離子型態需重新計算理論比值。

**以豐度 $^{35}\text{Cl}=75.76\%$ 、 $^{37}\text{Cl}=24.24\%$ 計算理論比值，理論比值之 $\pm 15\%$ 作為管制值上下限。

表七 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	25	25
2,3,7,8-TeCDF	25	25
1,2,3,7,8-PeCDD	25	25
1,2,3,7,8-PeCDF	25	25
2,3,4,7,8-PeCDF	25	25
1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	25
1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	25
1,2,3,7,8,9-HxCDD	25	25
1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	25
1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	25
1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	25
2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	25
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	25
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	25
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	25
OCDD	25	25
OCDF	30	30
內標準品		
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	30	30
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	30	30
¹³ C ₁₂ -OCDD	30	30
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	30	30
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	30	30
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	30	30
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	30	30
擬似標準品		
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	25	25
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	25
替代標準品		
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	25

表八 品保品管彙整表

判 斷 準 則	要 求
所有資料均需符合定性及定量準則	符合七、(三) 3.及 4.節之規範
4 至 6 氯內標準品回收率	40 % 至 130 %
7 至 8 氯內標準品回收率	25 % 至 130 %
空白添加或查核樣品分析準確度	70 % 至 130 %
擬似標準品回收率	70 % 至 130 %
替代標準品回收率	40 % 至 130 %
方法空白分析	小於 2 倍方法偵測極限及小於法規管制值之三分之一

表九 煙道添加樣品分析結果(N=12)

化合物名稱	添加濃度	測值範圍	標準偏差 S
	ng/mL	ng/mL	ng/mL
待測物			
2,3,7,8-TeCDF	5	4.21~5.25	0.335
1,2,3,7,8-PeCDF	25	22.5~28.4	2.00
2,3,4,7,8-PeCDF	25	23.6~30.2	1.95
1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	22.2~28.8	2.41
1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	21.8~28.1	2.16
2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	22.7~31.0	2.22
1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	22.0~30.1	2.36
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	19.7~26.6	2.14
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	19.7~29.9	3.36
OCDF	50	40.6~56.5	4.73
2,3,7,8-TeCDD	5	4.47~5.96	0.461
1,2,3,7,8-PeCDD	25	21.6~27.3	2.00
1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	21.0~28.1	2.23
1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	21.4~28.4	2.34
1,2,3,7,8,9-HxCDD	25	23.1~30.2	2.25
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	20.8~28.3	2.36
OCDD	50	40.9~53.9	4.37

表九 排放管道添加樣品分析結果 (續)

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	測值範圍 ng/mL	標準偏差 S ng/mL
內標準品			
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	39.8~87.1	16.0
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	46.4~83.8	11.7
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	61.0~103	12.8
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	73.5~91.6	5.84
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	38.3~79.2	14.5
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	53.3~98.1	11.0
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	74.1~94.2	6.57
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	68.8~104	11.2
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	104~240	49.1
替代標準品			
¹³ C-1,2,3,7,8,9-HxCDF	50	31.4~45.8	4.42

*.數據收集係使用 Agilent 7000B 分析

表十 排放管道真實樣品添加擬似標準品分析結果 (n=15)

擬似標準品	添加濃度 (ng/mL)	平均值	標準偏差 (ng/mL)	結果(Spread) (%)
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	100	112	6.94	91.1~121
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	104	14.2	70.2~118
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	105	8.39	84.4~121
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	104	8.69	91.2~117
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	99.8	8.93	85.1~114

表十一 排放管道樣品中替代標準品及內標準品回收結果 (n=15)

標準品	平均回收率 (%)	標準偏差 (%)	結果(Spread) (%)
替代標準品			
¹³ C-1,2,3,7,8,9-HxCDF	84.5	13.8	58.7~106
內標準品			
¹³ C-2,3,7,8-TeCDF	67.9	8.69	53.2~82.1
¹³ C-1,2,3,7,8-PeCDF	76.4	10.5	61.1~99.8
¹³ C-1,2,3,6,7,8-HxCDF	95.7	8.33	79.5~108
¹³ C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	83.3	9.19	68.6~96.9
¹³ C-2,3,7,8-TeCDD	78.7	14.7	58.2~110
¹³ C-1,2,3,7,8-PeCDD	79.9	12.7	63.8~107
¹³ C-1,2,3,6,7,8-HxCDD	93.0	9.71	71.2~108
¹³ C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	94.8	11.9	78.9~118
¹³ C-OCDD	75.3	12.3	55.9~102

*.數據收集係使用 Agilent 7000B 及 Thermo Scientific TSQ 9000 分析

表十二 空氣添加樣品分析結果(N=12)

化合物名稱	添加濃度	測值範圍	標準偏差 S
	ng/mL	ng/mL	ng/mL
待測物			
2,3,7,8-TeCDF	5	3.84~4.87	0.333
1,2,3,7,8-PeCDF	25	22.5~28.0	1.80
2,3,4,7,8-PeCDF	25	23.3~29.0	1.87
1,2,3,4,7,8-HxCDF	25	22.9~28.5	1.87
1,2,3,6,7,8-HxCDF	25	21.9~27.0	1.77
2,3,4,6,7,8-HxCDF	25	21.7~28.9	2.31
1,2,3,7,8,9-HxCDF	25	21.2~29.5	2.50
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	25	19.6~24.6	1.50
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	25	18.2~26.2	2.87
OCDF	50	41.9~51.6	3.16
2,3,7,8-TeCDD	5	4.42~5.57	0.37
1,2,3,7,8-PeCDD	25	21.8~26.8	1.72
1,2,3,4,7,8-HxCDD	25	22.1~26.8	1.47
1,2,3,6,7,8-HxCDD	25	22.3~27.1	1.62
1,2,3,7,8,9-HxCDD	25	23.4~28.4	1.83
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	25	21.4~25.7	1.28
OCDD	50	40.5~50.4	2.60

表十二 空氣添加樣品分析結果(N=12) (續)

化合物名稱	添加濃度	測值範圍	標準偏差 S
	ng/mL	ng/mL	ng/mL
內標準品			
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	100	41.1~101	19.0
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	100	54.1~105	15.5
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	100	77.8~114	10.4
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	100	78.8~113	9.97
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	100	39.0~102	20.5
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	61.0~108	16.0
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	100	83.3~124	11.2
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	71.0~116	13.6
¹³ C ₁₂ -OCDD	200	92.2~242	55.7
替代標準品			
¹³ C-1,2,3,7,8,9-HxCDF	50	30.0~48.6	5.31

*.數據收集係使用 Agilent 7000B 分析

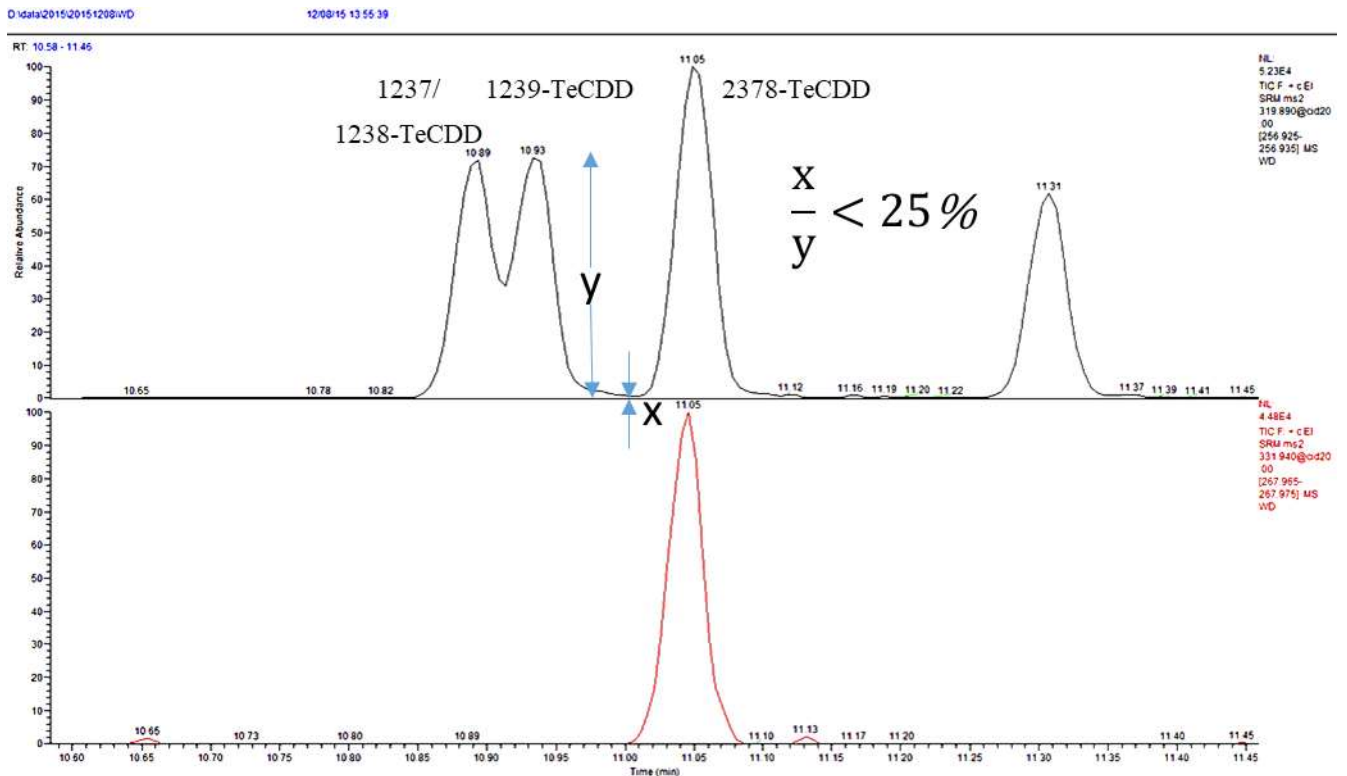
表十三 空氣真實樣品添加擬似標準品分析結果 (n=15)

擬似標準品	添加濃度 (ng/mL)	平均值	標準偏差 (ng/mL)	結果(Spread) (%)
³⁷ Cl ₄ -2,3,7,8-TeCDD	100	112	10.3	91.1~126
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	97.4	9.19	82.2~115
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	100	115	12.4	84.4~129
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	100	101	6.80	92.9~112
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	100	102	8.85	87.5~119

表十四 空氣樣品中替代標準品及內標準品回收結果 (n=15)

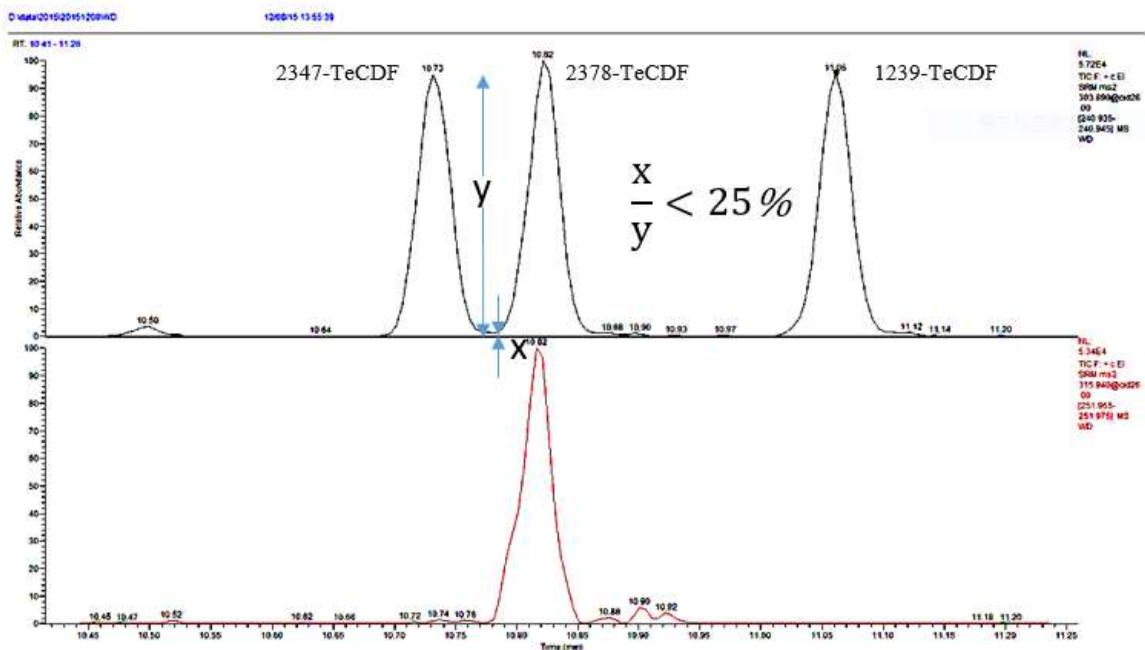
標準品	平均回收率(%)	標準偏差(%)	結果(Spread)(%)
替代標準品			
¹³ C-1,2,3,7,8,9-HxCDF	92.3	14.3	76.0~127
內標準品			
¹³ C-2,3,7,8-TeCDF	74	10.4	63.0~104
¹³ C-1,2,3,7,8-PeCDF	74	12.0	74.2~117
¹³ C-1,2,3,6,7,8-HxCDF	97	9.91	82.9~125
¹³ C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	84	9.79	84.2~119
¹³ C-2,3,7,8-TeCDD	86	9.91	62.1~102
¹³ C-1,2,3,7,8-PeCDD	79	12.0	79.2~126
¹³ C-1,2,3,6,7,8-HxCDD	92	10.1	75.3~113
¹³ C-1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	7.86	91.6~119
¹³ C-OCDD	74	12.1	74.2~121

*.數據收集係使用 Agilent 7000B 及 Thermo Scientific TSQ 9000 分析



圖一、2,3,7,8-TeCDD 在 TG-Dioxin 層析管柱之解析度

*.解析度(Resolution)之定義為兩相鄰層析峰間之波谷強度須不超過較低強度層析波峰強度之 25 % 以上



圖二、2,3,7,8-TeCDF 在 TG-Dioxin 層析管柱之解析度

*.解析度(Resolution)之定義為兩相鄰層析峰間之波谷強度須不超過較低強度層析波峰強度之 25 % 以上

附錄

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 cm × 10 cm = 0.01 m²) 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 ¹³C₁₂-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，其他四氯至八氯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