

# 戴奧辛檢測之前處理

環檢所為訓練戴奧辛之檢測能力，於八十五年十一、二月間，由國內攜帶飛灰、底泥與兩個不同地區之魚體為基質樣品，前往美國德州西南研究院，利用其設備和標準作業程序(SOP, Standard Operation Procedure)，進行樣品檢測分析實作訓練。操作過程中，除底泥含水量較多，需增加去水步驟外，其餘基質之前處理步驟，大致上相同。其前處理之各步驟如下：

## A. 飛灰、魚體基質：

1. 濾紙折成扇形狀，置於裝有漏斗的燒杯上。
2. 稱取樣品於扇形濾紙上(約0.5克)。
3. 折疊濾紙封口。
4. 取500ml球形燒瓶，加入2-3粒沸石，添加350ml甲苯(魚體萃取液放成二氯甲烷，底泥萃取液仍是甲苯)。
5. 小心將濾紙放入索氏套管內，再將套管裝於萃取液之燒瓶上。
6. 添加20ul內標準品至索氏套管內，並以二氯甲烷沖洗針筒(1613 surr 100 / 200 pg / ulintoluene, 070296A)
7. 架設索氏裝置，打開冷卻系統和加熱裝置，加熱迴流18小時(4-6 cycle/hr)。
8. 冷卻至室溫，再置於連續液-液萃取裝置，加熱濃縮至約10-15ml。
9. 濃縮液移入6dram(A)瓶中，並以二氯甲烷淋洗此500ml球形燒瓶3次，淋洗液併入 6dram(A)瓶中。
10. 以氣或K-D裝置濃縮樣品至乾，待淨化。

## B. 底泥基質：

1. 待底泥沉降後，移去液體部份。
2. 稱取約0.7克之底泥於折好之扇形濾紙上。
3. 加入適量之 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  至底泥，用刮杓攪拌，使底泥和 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 充分混合，以達到最好 之去水效果。
4. 其餘步驟與A(飛灰，魚體基質)之 5-10步驟相同。

## C. 注意事項：

所有的玻璃器皿，使用前均須使用丙酮預洗。

## 二、淨化：

### 1. 淨化管柱之製備：

#### a、氧化鋁淨化管：

用10ml之移液玻璃管，將適量之玻璃棉塞入尖端處，壓緊，再填入3.5ml之氧化鋁(80/200mech)。其中氧化鋁對水非常敏感，使用前配置為宜。

#### b、矽膠淨化管：

用 10ml 之移液玻璃管將適量之玻璃棉塞入尖端處，壓緊，再填入4ml 的酸性矽膠( $\text{H}_2\text{SO}_4$ :Silica Gel 2:3 w/w)其中酸性矽膠對水非常敏感，使用前配置為宜。

#### c、活性碳管柱：

將 5ml可拋棄式移液管切掉前面 1.5cm尖端，用挫刀磨掉切口銳利處，將適量玻璃棉從未切端塞入，至刻度 2ml之位置處，由另一端填入 0.3ml 高之矽膠，再填入0.3ml 高之活性碳 (Carbon/Celite 545; 8% Carbon/Celite w/w)；最後再加入 0.3ml高之矽膠酸，最上層則加入玻璃棉。

#### 2. 酸洗：

加200ul二氯甲烷(DCM)至6Dram(A)樣品管，以充分潤濕試管內壁，加入7ml的n-Hexane，混合均勻並添加20ul淨化標準 溶液(10pg/ul, 37c14 -2378 TCDD)，充分混合後，加入4ml濃硫酸，螺旋蓋緊封後，劇烈震盪 20 sec，靜置等待分層，等待分層同時，可先製 備 alumina 和 silicagel之管柱(管柱架設時，alumina管柱是承受在 sil-icagel 之管柱下)。

#### 3. 氧化鋁及矽膠管柱之淨化：

a. 若硫酸層為淡黃色或淡棕色時，直接將上層液移入sili-cagel管柱，再加入約 5ml之N-Hexane至硫酸層，螺旋蓋緊封後，劇烈震盪20sec，靜置分層後，再將上層液移入silicagel的管柱。

b. 若硫酸層為黑色或棕色時，須再添加硫酸進行酸洗，其步驟是將瓶A之上層液，移入6dram的瓶B中，加入4ml的硫酸至瓶B中，加6ml的n-Hexane至瓶A中，劇烈震盪瓶A和瓶B，20sec後，將瓶A中之有機層移入silica gel之管柱中，再將瓶 A之有機層移入瓶B中，劇烈震盪瓶B20sec，待淨化管之n-Hexane流至silica gel上緣時，將瓶B之有機層加入至sil-ica gel之管柱中，視實際情況而定，最多可酸洗3-4次。

待瓶B中之有機層全部流到silica gel管柱之上緣時，各以5ml之n-Hexane流洗三次，(每次均待流洗液 流到管柱上緣才可再添加)。棄置流洗液和 silica gel管柱，加入2ml之60:40DCM/n-Hexane，流洗四次，收集於 4dram 瓶內，並以氮氣吹至近乾，加入1mlDCM，潤濕管壁，再以氮氣在無加熱的狀態下，吹至近乾。在日光燈照射之下，觀察底部是否有油狀物存在，若有油狀物存在時，須再重複 silicagel和alumina管柱之淨化步驟。

#### 4. 活性碳之淨化步驟

取活性碳管柱(切端在底部)依序用5ml的甲苯和2ml的 n-Hexane預洗，棄置洗液，反轉管柱(切端在上面)且將4dram瓶置於管柱底端以收取流洗液，取1ml的n-Hexane溶解4dram瓶內之萃取物，小心移入活性碳管柱，再以2mlcyclohexane/DCM(50:50)潤濕瓶壁並移置於管柱內二次，依序加入2mlDCM/cyclo hexane (50:50)二次，3ml的DCM/methanol/toluene(70:20:5)二次於管柱內，再以橡皮球吹出管柱內的溶劑，將 此4dram 的收集瓶標示後暫存。反轉管柱，以每次5ml甲苯流洗管柱五次，以6dram瓶收集，於70°C以氮氣吹乾濃縮至約3ml左右，改以45°C吹乾濃縮至約0.5ml；再加入1.5ml DCM潤濕管壁，在無加熱狀況下，以氮氣吹至全乾。

#### 5. 注射小瓶濃縮步驟：

加入200ul DCM潤濕1吋高處之管壁，再將此溶液轉移至注射瓶中，於35°C以氮氣吹至近乾，重複上述步驟1-2次，以針筒取50ul之 DCM，潤濕注射瓶之管壁，以氮氣吹至近乾等待GC/MS分析。在上機前，添加回收標準品20ul (100pg/ul)。

(環檢所 王文珊)

本網頁於097/07/23編輯發行，最新檢視日期：102/03/01。

【資料內容為已確認之技術文件，非屬應即時更新之統計資訊】



回環保署

回環檢所

