

食品中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)殘留量之檢驗方法
Method of Test for Six Residual Non-Dioxin-Like Polychlorinated Biphenyls
(ICES-6) in Foods

1. 適用範圍：

- 1.1. 本檢驗方法適用於食品中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)之檢驗(品項見附表一)。
- 1.2. 本檢驗方法採效能基準(performance-based)，於符合本署檢驗方法品質管制規範之前提下，可適度修改檢體前處理程序及調整儀器分析條件，以克服干擾物質對分析結果的影響。
2. 檢驗方法：檢體經萃取、淨化及濃縮後，以氣相層析高解析質譜儀(gas chromatograph/high resolution mass spectrometer, GC-HRMS)分析之方法。

2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析高解析質譜儀：

2.1.1.1. 離子源：電子離子化(electron ionization, EI)。

2.1.1.2. 層析管：SGE Ht8-pcb毛細管柱，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 60 m，或同級品。

2.1.2. 吹氮濃縮裝置(Nitrogen evaporator)。

2.1.3. 烘箱(Oven)：溫度可達400 $^{\circ}\text{C}$ ，並可維持溫度110 \pm 5 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.1.4. 離心機(Centrifuge)：可達600 \times g以上。

2.1.5. 旋渦混合器(Vortex mixer)。

2.1.6. 均質機(Homogenizer)。

2.1.7. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)：具控溫及控壓之功能者。

2.1.8. 水浴(Water bath)：可加熱至90 $^{\circ}\text{C}$ ，溫度控制在 \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2.1.9. 超音波振盪機(Ultrasonicator)。

2.1.10. 索氏/Dean-Stark (SDS)萃取器：索氏迴流並可同時除去樣品中水分裝置。

2.1.11. 冷凍乾燥機(Freezing dryer)。

- 2.2. 試藥：二氯甲烷、正己烷、甲醇、無水乙醇、丙酮及正壬烷均採用殘量級；硫酸、無水硫酸鈉(粒狀)、酸性氧化鋁(aluminum oxide, activated, acidic) (150 mesh)、矽酸鎂(60-100 mesh)及矽膠(70-230 mesh)均採用試藥級；正十三烷(*n*-tridecane)採用合成級；6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯對照標準品、同位素標幟內部標準品、淨化標準品及回收標準品(品項見附表一)。

2.3. 器具及材料^(註)：

- 2.3.1. 玻璃漏斗：口徑5 cm，長度18 cm。
- 2.3.2. 刮杓：不銹鋼材質。
- 2.3.3. 洗瓶：500 mL，鐵氟龍材質。
- 2.3.4. 玻璃滴管：長度約23 cm。
- 2.3.5. 離心管：50 mL，PP材質。
- 2.3.6. 樣品瓶：250 mL，鐵氟龍材質。
- 2.3.7. 玻璃移液管：1 mL、5 mL及10 mL。
- 2.3.8. 玻璃管：口徑1 cm，長度25 cm，玻璃材質。
- 2.3.9. 鋁盤。
- 2.3.10. 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。
- 2.3.11. 燒瓶：100 mL及500 mL，圓(平)底，玻璃材質。
- 2.3.12. 廣口瓶：250 mL及500 mL，玻璃材質。
- 2.3.13. 玻璃纖維濾紙：Whatman GF/D，或同級品。
- 2.3.14. 沸石：鐵氟龍。
- 2.3.15. 索氏萃尿管：下端接口處規格24/40，上端規格50/50，Pyrex材質。
- 2.3.16. 矽膠帽：1~2 mL。
- 2.3.17. 濾筒：33 × 100 mm，玻璃纖維材質。

註：為避免分析過程所使用之玻璃器皿、溶劑及試劑導入未知污染影響分析，溶劑應採用殘量級，或經適當蒸餾後再使用；玻璃器皿使用前應以甲苯、甲醇、丙酮、正己烷、正己烷/二氯甲烷(50:50, v/v)溶液淋洗；玻璃器皿使用後應浸入清潔液後以超音波振盪洗淨後，先以熱水沖洗，再依序以去離子水、丙酮、正己烷及二氯甲烷等溶劑淋洗晾乾後，以silane：toluene (5:95, v/v)溶液進行去活化步驟，使用鋁箔封口備用；索氏萃取裝置於使用前須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非戴奧辛類多氯聯苯化合物，實驗室可依狀況調整上述程序以避免未知污染影響。

2.4. 標準溶液之配製：

以正壬烷配製如附表二所示濃度之6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯標準溶液(含同位素標幟內部標準品、淨化標準品及回收標準品)，亦可使用市售已配製之標準溶液。

2.5. 試劑之調製：

2.5.1. 丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液：

取丙酮與正己烷以1：1 (v/v)比例混勻，臨用時配製。

2.5.2. 二氯甲烷：正己烷(3:97, v/v)溶液

取二氯甲烷與正己烷以3：97 (v/v)比例混勻，臨用時配製。

2.5.3. 二氯甲烷：正己烷(1:1, v/v)溶液

取二氯甲烷與正己烷以1：1 (v/v)比例混勻，臨用時配製。

2.5.4. 二氯甲烷：正己烷(4:6, v/v)溶液

取二氯甲烷與正己烷以4：6 (v/v)比例混勻，臨用時配製。

2.5.5. 二氯甲烷：正己烷(4:96, v/v)溶液

取二氯甲烷與正己烷以4：96 (v/v)比例混勻，臨用時配製。

2.5.6. 酸性矽膠：

取矽膠與硫酸以3：2 (w/w)之比例混勻。

2.6. 淨化管柱之配製：

2.6.1. 酸性矽膠管柱：

取口徑約1 cm、長度25 cm之玻璃管柱，底端緊密填塞去活化玻璃棉，由下至上依序填充1 cm無水硫酸鈉、15 cm酸性矽膠^(註) (約12 g)及1 cm無水硫酸鈉。

2.6.2. 酸性氧化鋁管柱：

取口徑約1 cm、長度25 cm之玻璃管柱，底端緊密填塞去活化玻璃棉，由下至上依序填充1 cm無水硫酸鈉、8 cm酸性氧化鋁^(註) (約7 g)及1 cm無水硫酸鈉。

2.6.3. 矽酸鎂管柱：

取口徑約1 cm、長度25 cm之玻璃管柱，底端緊密填塞去活化玻璃棉，由下至上依序填充1 cm無水硫酸鈉、8 cm矽酸鎂^(註) (約7 g)及1 cm無水硫酸鈉。

註：各淨化管柱配製前，須分別將酸性矽膠於180°C烘烤至少30分鐘；酸性氧化鋁於170°C烘烤至少16小時；矽酸鎂於150°C烘烤至少24小時，隨後置於乾燥器或烘箱備用。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1. 檢體預處理：

2.7.1.1. 乳品類：

取檢體約300 g，以均質機攪拌均質，分裝後冷凍保存；液狀檢體以冷藏或冷凍保存。

2.7.1.2. 肉類及魚貝類：

取檢體約300 g，以均質機攪拌均質，分裝後冷凍保存。

2.7.1.3. 油脂類：

液狀檢體如沙拉油及固狀檢體如乳酪，分裝後冷藏或冷凍保存。

2.7.1.4. 蛋類：

檢體去殼後，取約300 g，以均質機攪拌均質，分裝後冷凍保存。

2.7.1.5. 蔬果植物類：

將檢體切成小塊，經冷凍乾燥去除水分後，以均質機攪拌均質，分裝後迅速放入乾燥箱備用，並進行水分測定，求得水分含量。

2.7.2 萃取油脂：

2.7.2.1. 蔬果植物類檢體：

稱取經冷凍乾燥之檢體約10 g，精確稱定，置於濾筒中，添加50 ng/mL ICES-6 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之內部標準溶液10 μL ，以丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液400 mL，於60°C水浴進行索氏萃取至少18小時(每小時至少迴流4次)，經減壓濃縮至近乾，將濃縮液移至離心管中，以適量正己烷潤洗燒瓶，洗液併入離心管，供淨化用。

2.7.2.2. 乳品類檢體：

取液態檢體約200 mL或適量檢體^(註)，精確稱定，加入無水乙醇50 mL混勻；取粉狀檢體約20 g，精確稱定，以等量之去離子水混勻溶解，加入無水乙醇50 mL混勻。添加50 ng/mL ICES-6 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之內部標準溶液10 μL ，振盪30分鐘，靜置隔夜(約12小時)，加入丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液200 mL，振盪10分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，收集上層液至500 mL圓底燒瓶中，下層液加入正己烷100 mL，振盪10分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，重複上述步驟2次，合併上層液，於40°C水浴減壓濃縮至近乾，濃縮液移至離心管中，以適量正己烷潤洗燒瓶，洗液併入離心管，以正己烷定容至40 mL，供淨化用。另取2 mL至預先稱重之鋁盤上，於抽風櫃中靜置隔夜至乾後，稱重，計算脂肪含量。

2.7.2.3. 肉類、蛋類及魚貝類檢體：

稱取肉類檢體約30~60 g、蛋類檢體約25~35 g、魚貝類檢體約30~50 g或適量檢體^(註)，精確稱定，加入無水乙醇50 mL混勻，再加入丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液100 mL，以均質機均質至無塊狀，加入50 ng/mL ICES-6 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之內部標準溶液10 μL ，振盪30分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，收集上層液至500 mL圓底燒瓶中，下層液加入正己烷100 mL，振盪10分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，重複上述步驟2次，合併上層液，於40°C水浴減壓濃縮至近乾，濃縮液移至離心管中，以適量正己烷潤洗燒瓶，洗液併入離心管，以正己烷定容至40 mL，供淨化用。另取2 mL至預先稱重之鋁盤上，於抽風櫃中靜置隔夜至乾後，稱重，計算脂肪含量。

2.7.2.4. 油脂類檢體：

取檢體約3~5 g或適量檢體^(註)，精確稱定，加入正己烷20 mL及50 ng/mL ICES-6 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之內部標準溶液10 μL ，混勻後供淨化用。

註：原則上檢體之稱取量，以萃取後之脂質含量約2~5 g估算之；另須依實驗室背景干擾狀況取適量檢體進行分析，以避免檢測濃度低於方法偵測極限，影響數據品質。

2.7.3. 淨化：

2.7.3.1. 酸洗淨化^(註)：

取2.7.2.節供淨化用溶液，加入50 ng/mL $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之淨化標準溶液(CS) 10 μL 混勻，加入硫酸25 mL，振盪60分鐘，靜置隔夜(約12小時)，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，取上層液，加入硫酸40 mL，振盪10分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，收集上層液至圓底燒瓶中，下層硫酸液加入正己烷50 mL，振盪10分鐘，以600 $\times\text{g}$ 離心5分鐘，取上層液併入圓底燒瓶中，於40°C減壓濃縮近乾，以正己烷2 mL潤洗移入turbo tube中，吹氮濃縮至約0.5 mL，供酸性矽膠淨化用。

註：酸洗次數以不超過4次為原則，惟最後一次酸洗之硫酸層應呈無色透明。

2.7.3.2. 酸性矽膠淨化：

取2.7.3.1.節供酸性矽膠淨化用溶液，注入預先經正己烷25~30 mL潤洗之酸性矽膠管柱，收集流出液，再以正己烷40 mL沖提，合併收集流出液，吹氮濃縮至約0.5 mL，供酸性氧化鋁管柱淨化用。

2.7.3.3. 酸性氧化鋁管柱淨化：

取2.7.3.2.節供酸性氧化鋁管柱淨化用溶液，注入預先經二氯甲烷：正己烷(1:1, v/v)溶液20 mL及正己烷30 mL潤洗之酸性氧化鋁管柱中，棄流出液，依序以二氯甲烷：正己烷(3:97, v/v)溶液4 mL及正己烷6 mL流洗，棄流出液，再以二氯甲烷：正己烷(4:6, v/v) 35 mL沖提，收集沖提液，吹氮濃縮至約0.5 mL，加入正己烷10 mL，吹氮濃縮至約0.5 mL，重複上述步驟2次，將其置換成正己烷，供矽酸鎂管柱淨化用。

2.7.3.4. 矽酸鎂管柱淨化：

取2.7.3.3.節供矽酸鎂管柱淨化用溶液，注入預先經二氯甲烷20 mL、二氯甲烷：正己烷(1:1, v/v)溶液10 mL及正己烷10 mL潤洗之矽酸鎂管柱中，收集流出液，再以二氯甲烷：正己烷(4:96, v/v) 20 mL及正己烷20 mL沖提，合併收集流出液，吹氮濃縮至約0.5 mL，

加入二氯甲烷10 mL，吹氮濃縮至約0.5 mL，重複上述步驟2次，將其置換成二氯甲烷，移至已預先加入正壬烷5 μ L之尖底樣品瓶中，吹氮至近乾，再加入50 ng/mL ICES-6 $^{13}\text{C}_{12}$ 標幟之回收標準溶液10 μ L，混勻後，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2 μ L，分別注入氣相層析高解析質譜儀中，依下列條件進行分析。

氣相層析高解析度質譜分析測定條件^(註)：

層析管：SGE Ht8-pcb毛細管柱，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 60 m。

層析管溫度：初溫120°C；

升溫速率：20°C/min；

中溫1：180°C；

升溫速率：2°C/min；

中溫2：260°C；

升溫速率：5°C/min；

終溫：300°C，4 min。

注入器溫度：295°C。

載流氣體及流速：氦氣，1~2 mL/min。

注入量：2 μ L。

注入模式：不分流。

離子化模式：電子撞擊式(EI)，70 eV。

離子源溫度：280°C。

解析度：大於10,000 (10%波谷)。

偵測模式：選擇性離子偵測(selected ion monitoring, SIM)，偵測離子如附表三。

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.8.1. 定性準則：

檢量線標準品、空白檢體及實際檢體中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(包含 $^{13}\text{C}_{12}$ 同位素標幟內部標準品)之定性均必須符合下列規範。

2.8.1.1. 6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯所偵測之2特性離子(如附表三)波峰滯留時間差須在2秒以內；檢體之2特性離子訊噪比(signal-to-noise ratio, S/N)必須大於2.5；檢量線標準品之特性離子訊噪比必須大於10。

- 2.8.1.2. 6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯所偵測之2特性離子相對離子強度必須在理論值±15%範圍內，其規範見附表三。
- 2.8.1.3. 6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之特性離子波峰滯留時間必須落在相對應之¹³C₁₂同位素標幟內部標準品之特性離子波峰滯留時間±3秒範圍內。
- 2.8.1.4. 若分析物與其滯留時間最接近之內部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之0.005 RRT內，則可鑑定其存在。
- 2.8.2. 定量準則：
- 2.8.2.1. 以分析物之2偵測離子之波峰面積總和定量該分析物之含量。另以回收標準品計算同一含氯數同源物之6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之內部標準品回收率，例如用¹³C₁₂-3,4,4'-TriCB (37L)計算三氯內部標準品之回收率；用¹³C₁₂-3,3',4,5'-TeCB (79L)計算四氯內部標準品之回收率；用¹³C₁₂-2,3,3',5,5'-PeCB (111L)計算五氯內部標準品之回收率；用¹³C₁₂-2,3,3',4',5,5'-HxCB (162L)計算六、七氯內部標準品之回收率，其定量對應關係如附表一。
- 2.8.2.2. 當檢體之分析物濃度超出檢量線時，可添加適量之正壬烷溶液，重新上機分析，使分析物之2偵測離子波峰面積在檢量線範圍內。
- 2.8.3. 結果計算：以標準溶液建立檢量線，並依下列計算式求出檢體中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之總含量。

- 2.8.3.1. 檢體中各指標性非戴奧辛類多氯聯苯之濃度(pg/g)

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

- 2.8.3.2. 標準品相對於內部標準品之平均相對感應因子

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

- 2.8.3.3. 內部標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{A_{ci}^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{ci}^*}$$

- 2.8.3.4. 內部標準品之回收率(%)

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

- 2.8.3.5. 淨化標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$$RRF_c = \frac{A_{cc} \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{cc}}$$

2.8.3.6. 淨化標準品之回收率(%)

$$R_c = \frac{A_c \times M_{rs}}{A_{rs} \times RRF_c \times M_c} \times 100\%$$

2.8.3.7. 最低可偵測極限(Minimum detectable limit, MinDL) (ng/mL)

$$MinDL = \frac{2.5A_i \times M_i^*}{A_{ci}^* \times RRF_i} \text{ 或 } MinDL = \frac{2.5N_x \times M_i^*}{H_{IS} \times RRF_i}$$

2.8.3.8. 檢體中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之總含量^(註) (pg/g)

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

A_c ：檢體中淨化標準品之2偵測離子波峰面積和

A_{cc} ：檢量校正標準溶液中淨化標準品之2偵測離子波峰面積和

A_{cij} ：第j濃度檢量校正標準溶液中分析物i之2偵測離子波峰面積和

A_i ：檢體中分析物i之2偵測離子波峰面積和

A_{rs} ：回收標準品之2偵測離子波峰面積和

A_{ci}^* ：檢量校正標準溶液中內部標準品i之2偵測離子波峰面積和。

A_{cij}^* ：第j濃度檢量校正標準溶液中內部標準品i之2偵測離子波峰面積和

A_i^* ：檢體中內部標準品i之2偵測離子波峰面積和

C_i ：檢體中各指標性非戴奧辛類多氯聯苯之濃度(pg/g)

H_{IS} ：檢體中內部標準品i之2偵測離子波峰高度和

M_c ：檢體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之注入量(pg)

M_{cij} ：第j濃度檢量校正標準溶液中分析物i之注入量(pg)

M_{rs} ：回收標準品之注入量(pg)

M_{ci}^* ：檢量校正標準溶液中內部標準品i之注入量(pg)

M_i^* ：樣品中內部標準品i之添加量(pg)

N_x ：分析物滯留時間附近出現之背景雜訊高度

R_c ：淨化標準品之回收率(%)

R^* ：內部標準品之回收率(%)

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部標準品之平均相對感應因子

RRF_{IS} ：內部標準品相對於回收標準品之相對感應因子

TQ：檢體中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之總含量(pg/g)

W：檢體取樣分析之重量(g)

註：當檢體中6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之濃度低於MinDL，其濃度則以MinDL計算。檢體重以總重(wet weight, w.w.)表示，稱為總重基準。檢體重以脂肪重(fat weight, fat)表示，稱為脂重基準。

2.9. 品質管制：

依本方法執行6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯檢測之品質管制(quality control)及品質評估(quality assessment)如下：

2.9.1. 為克服檢體基質干擾及有效率執行本方法之檢測，檢驗時可適度變更檢體萃取、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。

2.9.2. 方法空白之分析：

每批次須執行方法空白，以確認分析程序未受污染。方法空白分析做法係每批次以去離子水取代檢體，依流程進行分析。若方法空白分析之檢測值大於管制之最低限值或大於法規限值之三分之一，即可能有未知之污染物存在，此時批次檢體分析應暫停，並執行校正措施，直到確定無污染之虞後始可進行檢體分析。

2.9.3. 同位素標幟內部標準品之添加：

每批次須執行所有分析檢體之同位素標幟內部標準品添加，以監測方法之效能。同位素標幟內部標準品之回收率分析做法係每一特性基質檢體於前處理過程中均應添加同位素標幟之內部標準品及淨化標準品以評估分析方法對基質效應之影響。同位素標幟內部標準品及淨化標準品之回收率須符合附表四之管制規範。

2.9.4. 起始平均相對感應因子之建立：

採用附表二之標準溶液進行起始檢量校正，每一分析物、內部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附表五所列限值。離子強度比值應符合附表三之管制規範。

2.9.5. 檢量校正：

在建立6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯分析儀器操作條件時，其6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯定量所對應之 $^{13}C_{12}$ -同位素標幟內部標準品參考如附表一。

2.9.6. 質譜儀解析度：

附表六所列6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯之所有精確質量及偵測

離子，在至少10,000解析度之操作條件下，取附表二標準溶液之中間濃度CS4 1~2 μL 注入GC-HRMS，所得之偵測離子之積分圖譜應無干擾存在。

2.9.6.1. 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，微小之質量飄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飄移校正之參考物質如PFK (perfluorokerosene)，由附表七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)作即時監測。

註：鎖定及偵測頻道之質量可依質譜儀特性而適度調整之。

2.9.6.2. 以PFK為參考物質，進行動態校正調整質譜系統解析度達10000以上時，附表六所列之每一監測群內之偵測離子至少有3~5個精確質量離子訊號峰能被有效監測並記錄，所監測之精確質量差異須小於5 ppm。

2.9.6.3. 6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯分析在最適化操作條件下選擇檢量線最低濃度CS1測試，CS1標準溶液在GC-HRMS分析時各指標性非戴奧辛多氯聯苯之訊噪比(S/N)至少須達10以上。

2.9.6.4. 用PFK的質量鎖定離子來校正質譜系統之飄移，由附表六所列每一組監測群之精確質量離子均由該組質量鎖定離子作即時監測，在每一監測群滯留時窗內之質量鎖定離子，其差異不可超過20%。若差異大於20%，表示有共流物干擾(coeluting interferences)而降低質譜系統靈敏度，此時應確認檢量校正標準溶液是否已受污染。

2.9.7. 日績效查核：

包括質量解析度、每日檢量校正查核、層析管柱解析度查核、滯留時窗界定等，說明如下：

2.9.7.1. 質量解析度：

依本方法執行檢測時，動態質量解析度需達10000以上，並留有記錄備查。

2.9.7.2. 平均相對感應因子與中點確認查核：

以附表二之中間濃度標準溶液(1~2 μL)進行分析，計算各分析物之相對感應因子，並與起始檢量校正之平均相對感應因子比較，須符合附表五之規範。另其相對離子強度必須符合附表三之管制範圍。

2.9.7.3. 滯留時窗界定：

在最適化操作條件下，以附表七之時窗標準品來確認並記錄每一

監測族群之滯留時窗(retention time window)。

2.9.7.4. 每批上機分析之檢體，應於24小時內完成分析。若上機分析時間超過24小時，則須於批次分析結束前再執行檢量線查核，即平均相對感應因子與中點確認查核。

2.9.7.5. 鎖定頻道(Lock channels)：

設定質譜儀鎖定頻道及監視品質制查核頻道如附表六所示，以證實質譜儀分析期間之儀器穩定性。

2.10. 品管規範：

每批次檢體分析至少執行1次方法空白分析及空白添加標準品分析或查核樣品分析。於空白基質添加標準品之回收率應於70~130%範圍內，其添加內部標準品之回收率應於30~140%範圍內。

參考文獻：

1. European Commission. 2014. 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, Off. J. Eur. Union, L164/18-40.
2. European Commission. 2011. Commission Regulation (EU) No 1259/2011 of 2 December 2011 amending Regulation (EC) No 1881/2006 as regards maximum levels for dioxins, dioxin-like PCBs and non dioxin-like PCBs in foodstuffs. Off. J. Eur. Union, L 320/23.
3. U.S. Environmental Protection Agency. 1994. Tetra- through octa chlorinated dioxins and furans by isotope dilution (HRGC/HRMS), Revision B. Method-1613.
4. U.S. Environmental Protection Agency. 2010. Method 166 & Revision C. Chlorinated biphenyl congeners in water, soil, sediment, biosolids and tissue by HRGC/HRMS. Office of Science and Technology Engineering and Analysis Division (4303T), Office of Water, U.S. Environmental Protection Agency, Washington, DC.
5. 經濟部標準檢驗局。2013。食品中戴奧辛及多氯聯苯殘留量檢驗方法。中華民國國家標準(CNS)，總號14758，類號N6369。
6. 行政院環境保護署。2009。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 M801.12B。
7. 行政院環境保護署。2011。戴奧辛類化合物及多溴二苯醚檢測淨化技術探討，李慈毅、陳元武、彭瑞華、翁英明、張木彬。

8. 財團法人全國認證基金會。2005。測試結果量測不確定度評估指引。TAF-CNLA-G03(1)。
9. 行政院環境保護署。2013。同位素標幟稀釋氣相層析/串聯式質譜儀法 NIEA M805.00B。
10. 行政院環境保護署。2013。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。
11. 衛生福利部食品藥物管理署。2003。食品中戴奧辛及多氯聯苯殘留量檢驗方法，102.09.06部授食字第1021950329號公告修正
12. 衛生福利部食品藥物管理署。2019。大閘蟹中戴奧辛及戴奧辛類多氯聯苯殘留量之檢驗方法(氣相層析串聯質譜法)，108.07.26 TFDAO0032.00。

附表一、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)與其對應之同位素標幟內部標準品、淨化標準品及回收標準品

指標性非戴奧辛類多氯聯苯 (ICES-6)	IUPAC	¹³ C ₁₂ -同位素標幟內部標準品	IUPAC
2,4,4'-TriCB	28	¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TriCB	28L
2,2',5,5'-TeCB	52	¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TeCB	52L
2,2',4,5,5'-PeCB	101	¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L
2,2',3,4,4',5'-HxCB	138	¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L
2,2',4,4',5,5'-HxCB	153	¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxCB	153L
2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180	¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L
¹³ C ₁₂ -同位素標幟內部標準品		¹³ C ₁₂ -同位素標幟回收標準品	
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TriCB	28L	¹³ C ₁₂ -3,4,4'-TriCB	37L
¹³ C ₁₂ -2-2,2',5,5'-TeCB	52L	¹³ C ₁₂ -3,3',4,5'-TeCB	79L
¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L	¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB	111L
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxCB-153	153L	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L
¹³ C ₁₂ -同位素標幟淨化標準品		¹³ C ₁₂ -同位素標幟回收標準品	
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4'-TeCB	60L	¹³ C ₁₂ -3,3',4,5'-TeCB	79L
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	159L	¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L

附表二、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)之檢量線標準溶液之配製及濃度

分析物	IUPAC	CS1	CS2	CS3	CS4	CS5	CS6	CS7
ICES-6								
2,4,4'-TriCB	28	0.5	1	2	10	40	200	800
2,2',5,5'-TeCB	52	0.5	1	2	10	40	200	800
2,2',4,5,5'-PeCB	101	0.5	1	2	10	40	200	800
2,2',3,4,4',5'-HxCB	138	0.5	1	2	10	40	200	800
2,2',4,4',5,5'-HxCB	153	0.5	1	2	10	40	200	800
2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180	0.5	1	2	10	40	200	800
內部標準品								
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TriCB	28L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TeCB	52L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxCB	153L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L	50	50	50	50	50	50	50
淨化標準品								
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4'-TeCB	60L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	159L	50	50	50	50	50	50	50
回收標準品								
¹³ C ₁₂ -3,4,4'-TriCB	37L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -3,3',4,5'-TeCB	79L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB	111L	50	50	50	50	50	50	50
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L	50	50	50	50	50	50	50

濃度單位：ng/mL

附表三、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)及同位素標幟內部標準品之偵測離子之精確分子量及相對離子強度之管制規範

分析物	IUPAC	監測離子1 (<i>m/z</i>)	監測離子2 (<i>m/z</i>)	相對離子強度	
				理論值	管制規範
ICES-6					
2,4,4'-TriCB	28	255.9613	257.9584	1.04	0.88-1.20
2,2',5,5'-TeCB	52	289.9224	291.9194	0.77	0.65-0.89
2,2',4,5,5'-PeCB	101	325.8804	327.8775	1.55	1.32-1.78
2,2',3,4,4',5'-HxCB	138	359.8415	361.8385	1.24	1.05-1.43
2,2',4,4',5,5'-HxCB	153	359.8415	361.8385	1.24	1.05-1.43
2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180	393.8025	395.7995	1.05	0.88-1.20
內部標準品					
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TriCB	28L	268.0016	269.9986	1.04	0.88-1.2
¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TeCB	52L	301.9626	303.9597	0.77	0.65-0.89
¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L	337.9207	339.9178	1.55	1.32-1.78
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	371.8817	373.8788	1.24	1.05-1.43
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxCB	153L	371.8817	373.8788	1.24	1.05-1.43
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L	405.8428	407.8398	1.05	0.88-1.20
淨化標準品					
¹³ C ₁₂ -2,3,4,4'-TeCB	60L	301.9626	303.9597	0.77	0.65-0.89
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	159L	337.9207	339.9178	1.55	1.32-1.78
回收標準品					
¹³ C ₁₂ -3,4,4'-TriCB	37L	268.0016	269.9986	1.04	0.88-1.2
¹³ C ₁₂ -3,3',4,5'-TeCB	79L	301.9626	303.9597	0.77	0.65-0.89
¹³ C ₁₂ -2,3,3',5,5'-PeCB	111L	337.9207	339.9178	1.55	1.32-1.78
¹³ C ₁₂ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	162L	371.8817	373.8788	1.24	1.05-1.43

附表四、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)之同位素標幟內部標準品及淨化標準品之回收率管制規範

分析物	IUPAC	添加濃度 (ng/mL)	管制規範 (%)
內部標準品			
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,4,4'-TriCB	28L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',5,5'-TeCB	52L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',4,4',5,5'-HxCB	153L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L	50	10-145
淨化標準品			
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4'-TeCB	60L	50	10-145
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,5,5'-HxCB	159L	50	10-145

附表五、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)之檢量校正相對感應因子管制規範

分析物	IUPAC	相對感應因子	
		起始檢量校正 (RSD %)	每批次檢量校正 差異度(%)
ICES-6			
2,4,4'- TriCB	28	≤20	≤20
2,2',5,5'- TeCB	52	≤20	≤20
2,2',4,5,5'- PeCB	101	≤20	≤20
2,2',3,4,4',5'- HxCB	138	≤20	≤20
2,2',4,4',5,5'- HxCB	153	≤20	≤20
2,2',3,4,4',5,5'- HpCB	180	≤20	≤20
內部標準品			
¹³ C ₁₂ -2,4,4'-TriCB	28L	≤25	≤25
¹³ C ₁₂ -2,2',5,5'-TeCB	52L	≤25	≤25
¹³ C ₁₂ -2,2',4,5,5'-PeCB	101L	≤25	≤25
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5'-HxCB	138L	≤25	≤25
¹³ C ₁₂ -2,2',4,4',5,5'-HxCB	153L	≤25	≤25
¹³ C ₁₂ -2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	180L	≤25	≤25

附表六、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)及其同位素標幟內部標準品之
監測離子群及其精確分子量

監測群	質量(m/z)	型式	分子式*	簡稱
FN1	255.9613	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7\text{ }^{35}\text{Cl}_3$	Cl-3 PCB
	257.9584	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_7\text{ }^{35}\text{Cl}_2\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-3 PCB
	268.0016	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_7\text{ }^{35}\text{Cl}_3$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-3 PCB
	269.9986	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_7\text{ }^{35}\text{Cl}_2\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-3 PCB
	289.9224	M	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6\text{ }^{35}\text{Cl}_4$	Cl-4 PCB
	291.9194	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_6\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-4 PCB
	301.9626	M	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6\text{ }^{35}\text{Cl}_4$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-4 PCB
	303.9597	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_6\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-4 PCB
	325.8804	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-5 PCB
	327.8775	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	Cl-5 PCB
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-5 PCB
FN2	325.8804	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-6 PCB
	327.8775	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	Cl-6 PCB
	337.9207	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	339.9178	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_5\text{ }^{35}\text{Cl}_3\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	359.8415	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_4\text{ }^{35}\text{Cl}_5\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-6 PCB
	361.8385	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_4\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	Cl-6 PCB
	371.8817	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4\text{ }^{35}\text{Cl}_5\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
	373.8788	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_4\text{ }^{35}\text{Cl}_4\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-6 PCB
FN3	393.8025	M+2	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_3\text{ }^{35}\text{Cl}_6\text{ }^{37}\text{Cl}$	Cl-7 PCB
	395.7995	M+4	$^{12}\text{C}_{12}\text{H}_3\text{ }^{35}\text{Cl}_5\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	Cl-7 PCB
	405.8428	M+2	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_3\text{ }^{35}\text{Cl}_6\text{ }^{37}\text{Cl}$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB
	407.8398	M+4	$^{13}\text{C}_{12}\text{H}_3\text{ }^{35}\text{Cl}_5\text{ }^{37}\text{Cl}_2$	$^{13}\text{C}_{12}$ Cl-7 PCB

* ^1H 1.0078, ^{37}Cl 36.9659, ^{12}C 12.0000, ^{13}C 13.0034, ^{35}Cl 34.9689

附表七、6項指標性非戴奧辛類多氯聯苯(ICES-6)之時窗標準品及出峰順序

監測時窗	時窗區間(min)	監控之同源物	IUPAC
FN1	10：00～23：45	2,4,4'-TriCB	28
		2,2',5,5'-TeCB	52
		2,2',4,5,5'-PeCB	101
FN2	23：45～31：40	2,2',4,4',5,5'-HxCB	153
		2,2',3,4,4',5'-HxCB	138
FN3	31：40～38：75	2,2',3,4,4',5,5'-HpCB	140