



(21)申請案號：108141378

(22)申請日：中華民國 108 (2019) 年 11 月 14 日

(51)Int. Cl. : **B01D15/08 (2006.01)**

B01J20/10 (2006.01)

G01N30/06 (2006.01)

G01N30/60 (2006.01)

(30)優先權：2019/01/18 日本

2019-006673

(71)申請人：日商三浦工業股份有限公司 (日本) MIURA CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：藤田寬之 FUJITA, HIROYUKI (JP) ; 菅晃一 SUGA, KOICHI (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：12 項 圖式數：5 共 65 頁

(54)名稱

戴奧辛類的區分方法

(57)摘要

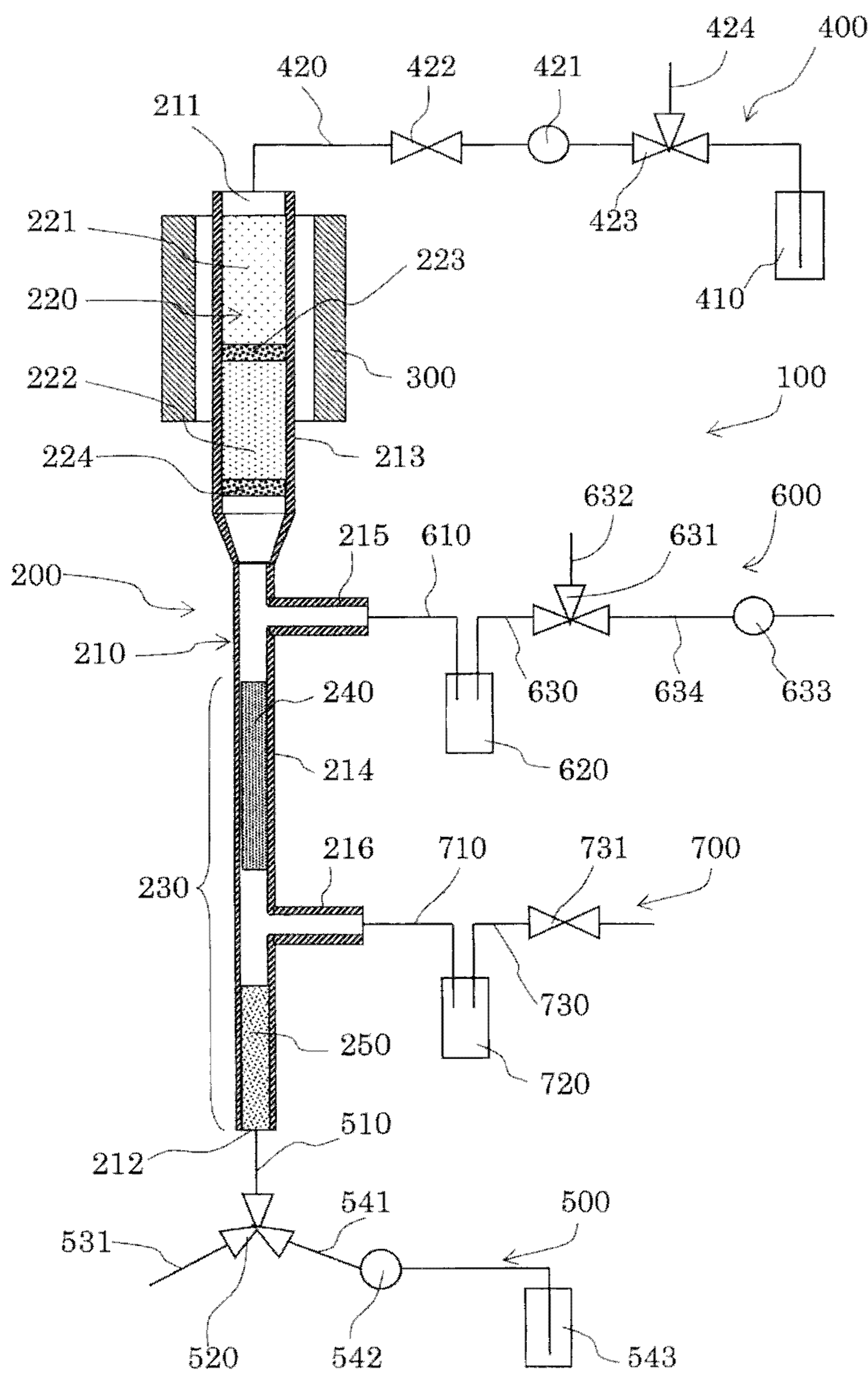
本發明之課題在於將戴奧辛類高精準度地區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs。

本發明係於豎立之管體(210)的內部，配置含有活性矽酸鎂作為吸附劑之處理層(240)以及位於其下方之氧化鋁層(250)。將戴奧辛類溶液從管體(210)的上部往內部添加，接著將脂肪族烴溶劑從管體(210)的上部往內部供給。戴奧辛類溶液中之溶解有戴奧辛類之脂肪族烴溶劑依序通過處理層(240)與氧化鋁層(250)，並從管體(210)的下部排出。此時，脂肪族烴溶劑中之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群於處理層(240)中被選擇性地捕集，同一溶劑中的單鄰位 PCBs 於氧化鋁層(250)中被選擇性地捕集。

An objective of this invention is fractionating dioxins into a dioxin group including non-ortho PCBs, PCDDs and PCDFs, and mono-ortho PCBs with high accuracy.

In this invention, a treatment layer 240 containing activated magnesium silicate as an adsorbent and an alumina layer 250 positioned thereunder are provided inside an upright pipe body 210. A dioxin solution is added from the upper part of the pipe body 210 to the inside, an aliphatic hydrocarbon solvent is then supplied from the upper part of the pipe body 210 to the inside. The aliphatic hydrocarbon solvent into which the dioxins in the dioxin solution are dissolved passes through the treatment layer 240 and the alumina layer 250 in this order, and is discharged from the lower part of the tube body 210. At this time, a dioxin group including non-ortho PCBs, PCDDs, and PCDFs in the aliphatic hydrocarbon solvent is selectively captured in the treatment layer 240, and mono-ortho PCBs in the solvent are selectively captured in the alumina layer 250.

指定代表圖：



【第1圖】

符號簡單說明：

- 100:調製裝置
- 200:區分器具
- 210:管體
- 211、212:開口
- 213:大徑部
- 214:小徑部
- 215:第 1 分岐路徑
- 216:第 2 分岐路徑
- 220:精製層
- 221:硝酸銀二氧化矽凝膠層
- 222:硫酸二氧化矽凝膠層
- 223:第 1 活性二氧化矽凝膠層
- 224:第 2 活性二氧化矽凝膠層
- 230:區分層
- 240:處理層
- 250:氧化鋁層
- 300:加熱裝置
- 400:溶劑供給裝置
- 410:第 1 溶劑容器
- 420:第 1 溶劑供給路徑
- 421:第 1 泵
- 422:第 1 閥
- 423:空氣導入閥
- 424:空氣導入路徑
- 500:溶劑流出路徑
- 510:流路
- 520:第 2 閥
- 531:排棄路徑
- 541:第 2 溶劑供給路徑
- 542:第 2 泵
- 543:第 2 溶劑容器

- 600:第 1 萃取路徑
- 610:第 1 回收路徑
- 620:第 1 回收容器
- 630:第 1 透氣路徑
- 631:第 3 閥
- 632:開放路徑
- 633:壓縮機
- 634:空氣供給路徑
- 700:第 2 萃取路徑
- 710:第 2 回收路徑
- 720:第 2 回收容器
- 730:第 2 透氣路徑
- 731:第 4 閥

【發明摘要】

【中文發明名稱】 戴奧辛類的區分方法

【英文發明名稱】 METHOD FOR FRACTIONATING DIOXINS

【中文】

本發明之課題在於將戴奧辛類高精準度地區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs。

本發明係於豎立之管體(210)的內部，配置含有活性矽酸鎂作為吸附劑之處理層(240)以及位於其下方之氧化鋁層(250)。將戴奧辛類溶液從管體(210)的上部往內部添加，接著將脂肪族烴溶劑從管體(210)的上部往內部供給。戴奧辛類溶液中之溶解有戴奧辛類之脂肪族烴溶劑依序通過處理層(240)與氧化鋁層(250)，並從管體(210)的下部排出。此時，脂肪族烴溶劑中之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群於處理層(240)中被選擇性地捕集，同一溶劑中的單鄰位 PCBs 於氧化鋁層(250)中被選擇性地捕集。

【英文】

An objective of this invention is fractionating dioxins into a dioxin group including non-ortho PCBs, PCDDs and PCDFs, and mono-ortho PCBs with high accuracy.

In this invention, a treatment layer 240 containing activated magnesium silicate as an adsorbent and an alumina layer 250 positioned thereunder are provided inside an upright pipe body 210. A dioxin solution is added from the upper part of the pipe body 210 to the inside, an aliphatic hydrocarbon solvent is then supplied from the upper part

of the pipe body 210 to the inside. The aliphatic hydrocarbon solvent into which the dioxins in the dioxin solution are dissolved passes through the treatment layer 240 and the alumina layer 250 in this order, and is discharged from the lower part of the tube body 210. At this time, a dioxin group including non-ortho PCBs, PCDDs, and PCDFs in the aliphatic hydrocarbon solvent is selectively captured in the treatment layer 240, and mono-ortho PCBs in the solvent are selectively captured in the alumina layer 250.

【指定代表圖】 第1圖

【代表圖之符號簡單說明】

- 100：調製裝置
- 200：區分器具
- 210：管體
- 211、212：開口
- 213：大徑部
- 214：小徑部
- 215：第1分岐路徑
- 216：第2分岐路徑
- 220：精製層
- 221：硝酸銀二氧化矽凝膠層
- 222：硫酸二氧化矽凝膠層
- 223：第1活性二氧化矽凝膠層
- 224：第2活性二氧化矽凝膠層
- 230：區分層
- 240：處理層

250：氧化鋁層
300：加熱裝置
400：溶劑供給裝置
410：第 1 溶劑容器
420：第 1 溶劑供給路徑
421：第 1 泵
422：第 1 閥
423：空氣導入閥
424：空氣導入路徑
500：溶劑流出路徑
510：流路
520：第 2 閥
531：排棄路徑
541：第 2 溶劑供給路徑
542：第 2 泵
543：第 2 溶劑容器
600：第 1 萃取路徑
610：第 1 回收路徑
620：第 1 回收容器
630：第 1 透氣路徑
631：第 3 閥
632：開放路徑
633：壓縮機
634：空氣供給路徑

- 700：第 2 萃取路徑
- 710：第 2 回收路徑
- 720：第 2 回收容器
- 730：第 2 透氣路徑
- 731：第 4 閥

【特徵化學式】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】 戴奧辛類的區分方法

【英文發明名稱】 METHOD FOR FRACTIONATING DIOXINS

【技術領域】

【0001】 本發明係關於戴奧辛類的區分方法，尤其關於用以區分戴奧辛類的脂肪族烴溶劑溶液中所含有之戴奧辛類之方法。

【先前技術】

【0002】 從由屬於毒性強的物質之戴奧辛類所造成之環境污染的疑慮來看，在各國中係要求對來自廢棄物焚化設施的排氣、大氣、工廠排水或河川水等之水、於廢棄物焚化設施中所產生之飛灰(飄塵)及土壤等，進行由戴奧辛類所造成之污染狀況的分析及評估。此外，對於食品亦多會要求有同樣的分析及評估。

【0003】 戴奧辛類一般而言為總稱多氯二聯苯戴奧辛(PCDDs：Polychlorinated Dibenzop-Dioxins)、多氯二聯苯呋喃(PCDFs：Polychlorinated Dibenzofurans)及擬似戴奧辛多氯聯苯(DL-PCBs：Dioxin-like Polychlorinated Biphenyl)之用語。DL-PCBs 為於 209 種多氯聯苯類(PCBs)中顯示出與 PCDDs 及 PCDFs 為相同毒性之 PCBs，包含非鄰位 PCBs 及單鄰位 PCBs(mono-ortho PCBs)。

【0004】 在對大氣或土壤等環境試樣或食品試樣等之試樣評估由戴奧辛類所造成之污染時，首先需從試樣中萃取出戴奧辛類以確認取得分析用試樣。在試樣為土壤或固形食品等固形物之情形，例如藉由索氏(S Soxhlet)萃取法從固形物中萃取出戴奧辛類。此外，在試樣為大氣或飲料等流體之情形，例如使用過濾器

等之採集器來捕集並採集流體中的戴奧辛類後洗淨採集器，或是對採集器適用索氏萃取法，藉此萃取出由採集器所採集之戴奧辛類。然後，如此地得到之戴奧辛類的萃取液係使用氣相層析質譜分析裝置(GC/MS：Gas Chromatograph/Mass Spectrometry)等分析裝置，對分析用試樣進行定量分析。

【0005】 由於戴奧辛類的萃取液含有可能影響分析結果之各種夾雜成分，例如化學結構或化學行為與戴奧辛類類似之多氯二苯醚(PCDE：Polychlorinated Diphenyl Ether)或 DL-PCBs 以外的 PCBs(以下有時稱為非 DL-PCBs)等之多氯多環芳香族烴類，所以通常在經過精製處理後會適當地被濃縮，適用在分析裝置。於專利文獻 1 中記載一種萃取液的精製處理方法，其係使用具備有：填充有作為精製劑的硫酸二氧化矽凝膠及硝酸銀二氧化矽凝膠之前段管柱，以及填充有作為吸附劑的含活性碳二氧化矽凝膠或石墨碳之後段管柱的層析管柱之方法。於此方法中，可選擇性地使用活性碳二氧化矽凝膠或石墨碳作為後段管柱的吸附劑，此外，在併用兩者之情形，可在積層各填充劑之狀態或混合各填充劑之狀態使用。

【0006】 於使用此層析管柱之精製處理方法中，首先將戴奧辛類的萃取液注入於前段管柱，接著將烴溶劑供給至前段管柱。此烴溶劑係溶解被注入之萃取液中的戴奧辛類並通過前段管柱與後段管柱。此時溶解於烴溶劑之戴奧辛類通過前段管柱的精製劑並被吸附於後段管柱的吸附劑。另一方面，萃取液所含有之夾雜成分連同戴奧辛類而溶解於烴溶劑，於通過前段管柱的精製劑時，一部分被分離且一部分被吸附。然後，夾雜成分或其分解生成物中之未被精製劑所吸附者，係在溶解於烴溶劑之狀態下通過後段管柱的吸附劑並從管柱中排出。

【0007】 接著分離前段管柱與後段管柱，並將可溶解戴奧辛類之烷基苯供給至後段管柱。然後在確認取得通過後段管柱之烷基苯時，可得到夾雜成分經去除後之戴奧辛類的烷基苯溶液。此烷基苯溶液可使用作為戴奧辛類的分析用試樣，在經適當濃縮後係藉由 GC/MS 等分析裝置來分析。

【0008】 於此精製處理方法中，係藉由後段管柱的吸附劑來捕集萃取液所含有之全部種類的戴奧辛類，並藉由烷基苯來萃取該戴奧辛類。因此於分析裝置中，係同時分析烷基苯溶液所含有之全部種類的戴奧辛類。

【0009】 惟在分析同時含有全部種類的戴奧辛類之烷基苯溶液時，其結果可能缺乏可靠度。例如在藉由高分解能 GC/MS 來分析烷基苯溶液之情形，為人所知者是單鄰位 PCBs 會影響 PCDDs 及 PCDFs 的定量分析結果，相反的，PCDDs 及 PCDFs 會影響單鄰位 PCBs 的定量分析結果。

【0010】 因此，於戴奧辛類的分析中係嘗試將戴奧辛類區分為數種以調製分析用試樣。例如於專利文獻 2 中記載一種使用石墨狀碳或是石墨狀碳與二氧化矽、含活性碳二氧化矽、活性碳、氧化鋁或沸石等其他材料之混合物作為戴奧辛類的吸附劑之方法。

【0011】 於此方法中，係將精製後之戴奧辛類供給至填充有吸附劑之管柱以使戴奧辛類吸附於吸附劑。然後將數種溶劑依序供給至管柱而調製出數種戴奧辛類溶液。於專利文獻 2 中，係揭示可藉由此方法來調製出例如含有 DL-PCBs 以外的 PCBs 之溶液、含有單鄰位 PCBs 之溶液以及含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之溶液的 3 種戴奧辛類溶液。

【0012】 然而，此方法與專利文獻 1 所記載之方法相同，由於會使全部種類的戴奧辛類吸附於吸附劑，故難以進行戴奧辛類的精密區分。例如於含有單鄰

位 PCBs 之溶液中可能混入有 PCDDs 及 PCDFs 的一部分，此外，於含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之溶液中可能混入有單鄰位 PCBs 的一部分。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0013】

[專利文獻 1]日本特開 2002-40007 號公報

[專利文獻 2]日本特開 2006-297368 號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

【0014】 本發明欲將戴奧辛類高精準度地區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs。

[用以解決課題之技術手段]

【0015】 本發明係關於戴奧辛類的區分方法，此區分方法係包含：使戴奧辛類的脂肪族烴溶劑溶液通過處理層之步驟，該處理層使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的。

【0016】 於此區分方法中，戴奧辛類的脂肪族烴溶劑溶液在通過處理層時，戴奧辛類中之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群被吸附於含有活性矽酸鎂之吸附劑。另一方面，戴奧辛類中之單鄰位 PCBs 殘留於脂肪族烴溶劑溶液中並通過處理層。其結果為，脂肪族烴溶劑溶液中的戴奧辛類被區分為藉由處理層所捕集之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，以及殘留於脂肪族烴溶劑溶液中之單鄰位 PCBs。

【0017】此區分方法中所使用之吸附劑之一形態係更含有與活性矽酸鎂混合之石墨。此形態的吸附劑中之石墨的含量較佳為 25 重量%以下。此外，此形態的吸附劑中之活性矽酸鎂為例如藉由在 650°C 以下對矽酸鎂與石墨之混合物進行加熱處理而調製者。

【0018】於本發明之區分方法之一形態中，使通過處理層後之脂肪族烴溶劑溶液進一步通過氧化鋁層。

【0019】於此形態的區分方法中，通過處理層後之脂肪族烴溶劑溶液在通過氧化鋁層時，所殘留之單鄰位 PCBs 被吸附於氧化鋁層。其結果為，脂肪族烴溶劑溶液中的戴奧辛類被區分為在處理層中被選擇性地捕集之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，以及在氧化鋁層中被選擇性地捕集之單鄰位 PCBs。

【0020】此形態的區分方法可更包含：將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由脂肪族烴溶劑溶液所通過之處理層，並確認取得通過處理層後之該溶劑之步驟，以及將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由脂肪族烴溶劑溶液所通過之氧化鋁層，並確認取得通過氧化鋁層後之該溶劑之步驟。

【0021】在此形態的區分方法更包含此等步驟之情形，在處理層中被捕集之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及在氧化鋁層中被捕集之單鄰位 PCBs，係溶解於分別供給至各層之可溶解戴奧辛類之溶劑而分別從各層中萃取出，如此可得到個別的萃取液。

【0022】其他觀點之本發明係關於一種用以區分戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類的器具。該區分器具係具備：兩端呈開放之管體，以及填充於該管體內之使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層。

【0023】 使用該區分器具來區分戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類時，係將戴奧辛類溶液添加於管體的處理層。然後將可溶解戴奧辛類之脂肪族烴溶劑供給至添加有戴奧辛類溶液之處理層時，此脂肪族烴溶劑溶解戴奧辛類而成為戴奧辛類的脂肪族烴溶劑溶液並通過處理層。此時戴奧辛類於處理層中展開，當中之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群被吸附劑所吸附，此外，單鄰位 PCBs 在溶解於脂肪族烴溶劑之狀態通過處理層。其結果為戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類被區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs。

【0024】 於此區分器具的一形態中，吸附劑更含有與活性矽酸鎂混合之石墨。在此情形，吸附劑中之石墨的含量較佳為 25 重量%以下。

【0025】 於本發明之區分器具的一形態中，更含有填充於管體內之氧化鋁層。此形態的區分器具中之管體的一例係於處理層與氧化鋁層之間具有開口。

【0026】 於此形態的區分器具中，通過處理層後之脂肪族烴溶劑中所含有之單鄰位 PCBs 被吸附於氧化鋁層，而從脂肪族烴溶劑中分離。其結果為，戴奧辛類溶液中的戴奧辛類被區分為在處理層中被選擇性地捕集之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，以及在氧化鋁層中被選擇性地捕集之單鄰位 PCBs。

【0027】 其他觀點之本發明係關於一種戴奧辛類之分析用試樣的調製方法，該分析用試樣為用以分析戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類之試樣，該調製方法係包含：將戴奧辛類溶液添加於含有硝酸銀二氧化矽凝膠層與硫酸二氧化矽凝膠層之精製層之步驟，將脂肪族烴溶劑供給至添加有戴奧辛類溶液之精製層之步驟，使通過精製層後之脂肪族烴溶劑通過處理層之步驟，該處理層使用了含

有活性矽酸鎂之吸附劑，使通過處理層後之脂肪族烴溶劑通過氧化鋁層之步驟，將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由脂肪族烴溶劑所通過之氧化鋁層，並確認取得通過氧化鋁層後之該溶劑作為第 1 分析用試樣之步驟，以及將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由脂肪族烴溶劑所通過之處理層，並確認取得通過處理層後之該溶劑作為第 2 分析用試樣之步驟。

【0028】於此調製方法中，在將脂肪族烴溶劑供給至添加有戴奧辛類溶液之精製層時，此脂肪族烴溶劑通過精製層。此時，戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類及夾雜成分溶解於脂肪族烴溶劑。然後夾雜成分的一部分與精製層的硝酸銀二氧化矽凝膠層或硫酸二氧化矽凝膠層反應而分解。此外，夾雜成分的一部分及分解生成物吸附於硝酸銀二氧化矽凝膠層或硫酸二氧化矽凝膠層。另一方面，戴奧辛類在溶解於脂肪族烴溶劑之狀態通過精製層。其結果使戴奧辛類從夾雜成分的一部分中分離。

【0029】通過精製層後之溶解有戴奧辛類之脂肪族烴溶劑在通過處理層時，戴奧辛類中之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群選擇性地吸附於吸附劑，在通過氧化鋁層時，戴奧辛類中之單鄰位 PCBs 選擇性地吸附於該氧化鋁層。因此，第 1 分析用試樣成為單鄰位 PCBs 的分析用試樣，第 2 分析用試樣成為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群的分析用試樣。亦即，根據此調製方法，可分別調製出單鄰位 PCBs 的分析用試樣以及含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群的分析用試樣。

【0030】再者，其他觀點之本發明係關於一種戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類的分析方法，此分析方法係包含：藉由氣相層析法或生物檢定法，個別地分

析藉由本發明之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法所調製之第 1 分析用試樣與第 2 分析用試樣之步驟。

【0031】 此分析方法可藉由第 1 分析用試樣的分析來分析單鄰位 PCBs，此外，可藉由第 2 分析用試樣的分析來分析非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs。

[發明之效果]

【0032】 由於本發明之戴奧辛類的區分方法採用使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層，所以可將戴奧辛類區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs，此外，可提高其區分精準度。

【0033】 由於本發明之戴奧辛類的區分器具具備使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層，所以可將戴奧辛類區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群以及單鄰位 PCBs，此外，可提高其區分精準度。

【0034】 由於本發明之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法採用使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層，所以可從戴奧辛類溶液中分別調製出單鄰位 PCBs 的分析用試樣以及含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群的分析用試樣。

【0035】 由於本發明之戴奧辛類的分析方法包含個別地分析藉由本發明之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法所調製之第 1 分析用試樣與第 2 分析用試樣之步驟，所以可藉由第 1 分析用試樣的分析來分析單鄰位 PCBs，此外，可藉由第 2 分析用試樣的分析來分析非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs。

【圖式簡單說明】

【0036】

第 1 圖為用以實施本發明之分析用試樣的調製方法之裝置之第 1 例的概要之部分剖面圖。

第 2 圖為第 1 圖所示之裝置之變更例的概要之部分剖面圖。

第 3 圖為用以實施本發明之分析用試樣的調製方法之裝置之第 2 例的概要之部分剖面圖。

第 4 圖為顯示用以實施本發明之分析用試樣的調製方法之區分器具之一例的概要之剖面圖。

第 5 圖為顯示第 4 圖所示之區分器具之變形例的一部分概要之剖面圖。

【實施方式】

【0037】 以下係參考圖面來說明本發明之分析用試樣的調製方法之實施形態。各圖係顯示用以實施本發明之調製方法所使用之裝置或區分器具之例子的概要，並未正確地反應各部的構造、形狀及大小等。

【0038】 第 1 形態

參考第 1 圖來說明可實施本發明之分析用試樣的調製方法之裝置的第 1 例。於第 1 圖中，調製裝置 100 係用以從戴奧辛類溶液中調製戴奧辛類的分析用試樣者，主要具備：戴奧辛類的區分器具 200、加熱裝置 300、溶劑供給裝置 400、溶劑流出路徑 500、第 1 萃取路徑 600 以及第 2 萃取路徑 700。

【0039】 區分器具 200 具備管體 210。管體 210 是由至少具有耐溶劑性、耐藥品性及耐熱性之材料，例如具備此等特性之玻璃、樹脂或金屬等所構成，於一端具有開口 211，於另一端具有開口 212，而形成為兩端呈開放之一連串的圓筒狀。此外，管體 210 具有：形成於開口 211 側且直徑設定為相對較大之大徑部

213，以及形成於開口 212 側且直徑設定為相對較小之小徑部 214。小徑部 214 具有作為開口的 2 條分岐路徑，亦即隔著間隔所設置之第 1 分岐路徑 215 與第 2 分岐路徑 216。

【0040】管體 210 以豎立狀態來保持，於內部填充有精製層 220 與區分層 230。

【0041】精製層 220 被填充於大徑部 213 內，為從開口 211 側依序配置有硝酸銀二氧化矽凝膠層 221、第 1 活性二氧化矽凝膠層 223、硫酸二氧化矽凝膠層 222 及第 2 活性二氧化矽凝膠層 224 之多層二氧化矽凝膠層。

【0042】硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 是由硝酸銀二氧化矽凝膠所構成者，係用以將混入於戴奧辛類溶液之夾雜成分的一部分分解或吸附。在此所使用之硝酸銀二氧化矽凝膠，係在將硝酸銀的水溶液均一地添加於粒徑約 40 至 210 μm 的粒狀二氧化矽凝膠(通常為藉由加熱而提高活性度後之活性二氧化矽凝膠)的表面後，藉由減壓加熱來去除水分而調製。硝酸銀水溶液相對於二氧化矽凝膠之添加量，通常較佳係設定為二氧化矽凝膠之重量的 5 至 20%。

【0043】硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 中之硝酸銀二氧化矽凝膠的填充密度並無特別限定，通常較佳係設定為 0.3 至 0.8g/cm³，尤佳設定為 0.4 至 0.7g/cm³。

【0044】硫酸二氧化矽凝膠層 222 是由硫酸二氧化矽凝膠所構成者，係用以將混入於戴奧辛類溶液之戴奧辛類以外的夾雜成分的一部分分解或吸附。在此所使用之硫酸二氧化矽凝膠，係將濃硫酸均一地添加於粒徑約 40 至 210 μm 的粒狀二氧化矽凝膠(通常為藉由加熱而提高活性度後之活性二氧化矽凝膠)的表面而調製。濃硫酸相對於二氧化矽凝膠之添加量，通常較佳係設定為二氧化矽凝膠之重量的 10 至 130%。

【0045】 硫酸二氧化矽凝膠層 222 中之硫酸二氧化矽凝膠的填充密度並無特別限定，通常較佳係設定為 0.3 至 1.1g/cm^3 ，尤佳設定為 0.5 至 1.0g/cm^3 。

【0046】 第 1 活性二氧化矽凝膠層 223 係用以避免因硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 與硫酸二氧化矽凝膠層 222 的直接接觸而相互地進行化學反應所配置者，是由粒徑約 40 至 $210\mu\text{m}$ 的粒狀二氧化矽凝膠所構成。在此所使用之二氧化矽凝膠可為藉由加熱而適度地提高活性度者。

【0047】 第 2 活性二氧化矽凝膠層 224 是由與第 1 活性二氧化矽凝膠層 223 相同之二氧化矽凝膠所構成者，係用以吸附與硫酸二氧化矽凝膠層 222 反應所分解之夾雜成分的一部分、分解生成物以及從硫酸二氧化矽凝膠層 222 所溶出之硫酸，並防止此等往區分層 230 移動。

【0048】 於精製層 220 中，硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 與硫酸二氧化矽凝膠層 222 之比率，較佳係將硫酸二氧化矽凝膠層 222 相對於硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 之重量比設為 1.0 至 50 倍，尤佳設為 3.0 至 30 倍。於硫酸二氧化矽凝膠層 222 的重量比超過 50 倍時，由於硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 的比率相對較小，所以於精製層 220 中，戴奧辛類溶液所含有之夾雜成分的吸附能可能變得不足。相反的，於硫酸二氧化矽凝膠層 222 的重量比未達 1.0 倍時，戴奧辛類溶液所含有之夾雜成分的分解能可能變得不足。

【0049】 區分層 230 係用以區分戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類者，並且具備：使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層 240，以及氧化鋁層 250。處理層 240 與氧化鋁層 250 係隔著間隔而填充於小徑部 214 內。更具體而言，處理層 240 在第 1 分岐路徑 215 與第 2 分岐路徑 216 之間填充於小徑部 214 內，氧化鋁層 250 在第 2 分岐路徑 216 與開口 212 之間填充於小徑部 214 內。

【0050】處理層 240 中所使用之吸附劑所含有之活性矽酸鎂，係藉由對矽酸鎂進行加熱處理以去除水分而藉此提高吸附能者。在此，矽酸鎂為以矽原子為中心並以將之包圍的方式含有氧與鎂之配位有電陰性的原子團之矽酸鹽，一般是以 $x\text{MgO} \cdot y\text{SiO}_2$ 的化學式所表示。矽酸鎂係存在有 x 與 y 的組合相異之各種組成者，亦可為水合物(在此情形是以 $x\text{MgO} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 的化學式所表示)。矽酸鎂中之 x 與 y 之組合($x:y$)的代表例為人所知者有 2:5、2:3 及 3:4 等者。當中較佳係使用 $x:y$ 為 2:3 者。

【0051】活性矽酸鎂較佳是在處理層 240 中可確保通液性且為多孔質之粒狀或粉末狀的矽酸鎂，較佳例如對粒徑 38 至 250 μm (60 至 390 網目)的矽酸鎂，特佳對粒徑 75 至 150 μm (100 至 200 網目)的矽酸鎂進行加熱處理而活化者。粒狀或粉末狀的矽酸鎂例如有以「Florisil」的商品名稱由數家公司所販售，可使用此等市售品。

【0052】用以活化矽酸鎂之加熱處理例如可使用管狀爐，在氮氣等非活性氣體的氣流下較佳於 650°C 以下來執行，特佳於 500°C 以下來執行。此時非活性氣體的流速較佳設定為 0.5 至 1.0L/分。此外，加熱時間較佳設定為 0.5 至 3 小時，特佳設定為 1 至 2 小時。在超過 650°C 之溫度條件進行加熱處理後之矽酸鎂，係超越由水分去除所帶來之活化的區域而變質，變得難以區分含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs。

【0053】處理層 240 中所使用之吸附劑可更含有與活性矽酸鎂混合之石墨。在使用此吸附劑之情形，可從戴奧辛類溶液中調製出經高精準度地區分之戴奧辛類的分析用試樣，此戴奧辛類的分析用試樣係藉由用於含有非鄰位 PCBs、

PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群的分析用試樣，以及用於單鄰位 PCBs 之分析用試樣而更高精準度地區分。

【0054】 石墨可使用各種市售品，通常為粒徑約 40 至 200 μm 的粒狀或粉末狀，且藉由 BET 法所測得之比表面積較佳為 10 至 500 m^2/g ，特佳為 50 至 200 m^2/g 者。此外，石墨較佳是用以去除作為雜質所殘留的有機化合物而經加熱處理者，或是經有機溶劑所洗淨者。

【0055】 吸附劑中之石墨的比率較佳為 25 重量%以下，尤佳為 20 重量%以下，更佳為 15 重量%以下，特佳為 12.5 重量%以下。在石墨的比率超過 25 重量%之情形，於處理層 240 中單鄰位 PCBs 的吸附能提高，可能使含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs 之區分能降低。

【0056】 吸附劑中所使用之活性矽酸鎂與石墨之混合物，可為對矽酸鎂與石墨之混合物進行加熱處理以使該混合物中的矽酸鎂活化者。在戴奧辛類溶液含有來自環境成分的夾雜成分之情形，尤其在含有來自環境成分之芳香族烴化合物作為夾雜成分之情形，含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs 之區分能力由於夾雜成分的影響而有降低之傾向，但在吸附劑中使用此混合物時，可提高其區分能力。

【0057】 矽酸鎂與石墨之混合物的加熱處理例如可使用管狀爐，在氮氣等非活性氣體的氣流下較佳於 650 $^{\circ}\text{C}$ 以下來執行，特佳於 500 $^{\circ}\text{C}$ 以下來執行。此時非活性氣體的流速較佳設定為 0.5 至 1.0L/分。此外，加熱時間較佳設定為 0.5 至 3 小時，特佳設定為 1 至 2 小時。在加熱處理的溫度條件超過 650 $^{\circ}\text{C}$ 之情形，矽酸鎂係超越由水分去除所帶來之活化的區域而變質，加熱處理後的混合物變得難以區分含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs。

【0058】處理層 240 中之吸附劑的填充密度並無特別限定，通常較佳係設定為 0.2 至 0.6g/cm^3 ，尤佳設定為 0.3 至 0.5g/cm^3 。

【0059】氧化鋁層 250 為填充有粒狀的氧化鋁者。在此所使用之氧化鋁可為鹼性氧化鋁、中性氧化鋁及酸性氧化鋁中任一種。此外，氧化鋁的活性度並無特別限定。氧化鋁的較佳粒徑通常為 40 至 $300\mu\text{m}$ 。

【0060】氧化鋁層 250 中之氧化鋁的填充密度並無特別限定，通常較佳係設定為 0.5 至 1.2g/cm^3 ，尤佳設定為 0.8 至 1.1g/cm^3 。

【0061】從提高區分精準度並且抑制戴奧辛類的一部分於區分層 230 未被捕集而漏出之觀點來看，處理層 240(A)與氧化鋁層 250(B)之量比(A：B)以體積比計，通常較佳係設定為 $1:0.5$ 至 $1:3$ ，尤佳設定為 $1:1$ 至 $1:2$ 。

【0062】區分器具 200 的大小可因應藉由調製裝置 100 所處理之戴奧辛類溶液的量來適當地設定，並無特別限定，例如在戴奧辛類溶液量約為 1 至 20mL 之情形，大徑部 213 較佳係設定為使可填充精製層 220 之部分的大小成為內徑 10 至 20mm 、長度約 100 至 300mm 者，此外，小徑部 214 可設定為內徑 3 至 10mm 且可填充處理層 240 之部分的長度約 20 至 80mm ，此外，可填充氧化鋁層 250 之部分的長度較佳係設定為約 20 至 80mm 。

【0063】加熱裝置 300 係以包圍大徑部 213 的外周之方式來配置，為用以加熱精製層 220 的硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 及第 1 活性二氧化矽凝膠層 223，以及硫酸二氧化矽凝膠層 222 的一部分，亦即硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 附近部分者。

【0064】溶劑供給裝置 400 係具有從第 1 溶劑容器 410 往管體 210 延伸之第 1 溶劑供給路徑 420。第 1 溶劑供給路徑 420 可裝卸於管體 210 的開口 211，

在往開口 211 裝著時可氣密地封閉開口 211。此外，第 1 溶劑供給路徑 420 從第 1 溶劑容器 410 側依序具有：空氣導入閥 423、用以將儲存於第 1 溶劑容器 410 之溶劑供給至管體 210 之第 1 泵 421 及第 1 閥 422。空氣導入閥 423 為具有一方呈開放之空氣導入路徑 424 之三向閥，係用以將流路切換至空氣導入路徑 424 側及第 1 溶劑容器 410 側中任一側。第 1 閥 422 為雙向閥，係用以切換第 1 溶劑供給路徑 420 的開放與封閉。

【0065】 儲存於第 1 溶劑容器 410 之溶劑為可溶解戴奧辛類之脂肪族烴溶劑，較佳為碳數 5 至 8 個之脂肪族飽和烴溶劑。例如為正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、異辛烷或環己烷等。此等溶劑可適當地混合而使用。

【0066】 溶劑流出路徑 500 係具有氣密地連接於管體 210 的開口 212 之流路 510。流路 510 具有第 2 閥 520。第 2 閥 520 為三向閥，並連絡有：用以排棄來自管體 210 的溶劑之排棄路徑 531，以及用以將溶劑供給至管體 210 之第 2 溶劑供給路徑 541；並且以使流路 510 連絡於排棄路徑 531 及第 2 溶劑供給路徑 541 中任一者之方式來進行切換。

【0067】 第 2 溶劑供給路徑 541 係具有第 2 泵 542，並且連絡於儲存有用以萃取區分器具 200 所捕集之戴奧辛類的溶劑之第 2 溶劑容器 543。儲存於第 2 溶劑容器 543 之萃取溶劑可因應後述戴奧辛類的分析方法來選擇。在採用氣相層析法作為分析方法之情形，適合於其之溶劑例如可使用甲苯或苯。此外，亦可使用將脂肪族烴溶劑或有機氯系溶劑添加於甲苯或苯之混合溶劑。在使用混合溶劑之情形，甲苯或苯的比率設定為 50 重量%以上。混合溶劑中所使用之脂肪族烴溶劑例如可列舉出正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、異辛烷或環己烷等。此外，有機氯系溶劑例如可列舉出二氯甲烷、三氯甲烷或四氯甲烷等。此等萃取

溶劑中，從以少量使用即可從區分器具 200 中萃取戴奧辛類者來看，特佳為甲苯。

【0068】在採用生物檢定法作為分析方法之情形，適合於其之溶劑例如可使用二甲基亞砜(DMSO：Dimethyl Sulfoxide)或甲醇等親水性溶劑。

【0069】第 1 萃取路徑 600 係具有從第 1 分岐路徑 215 延伸之第 1 回收路徑 610。第 1 回收路徑 610 的一端氣密地連絡於第 1 分岐路徑 215，另一端氣密地插入於用以回收溶劑之第 1 回收容器 620 內。於第 1 回收容器 620 中，氣密地插入有另與第 1 回收路徑 610 不同之第 1 透氣路徑 630 的一端。第 1 透氣路徑 630 於另一端具備第 3 閥 631。第 3 閥 631 為三向閥，並連絡有：一端呈開放之開放路徑 632，以及具備用以將壓縮空氣送往第 1 透氣路徑 630 之壓縮機 633 之空氣供給路徑 634；並且以使第 1 透氣路徑 630 連絡於開放路徑 632 及空氣供給路徑 634 中任一者之方式來進行切換。

【0070】第 2 萃取路徑 700 係具有從第 2 分岐路徑 216 延伸之第 2 回收路徑 710。第 2 回收路徑 710 的一端氣密地連絡於第 2 分岐路徑 216，另一端氣密地插入於用以回收溶劑之第 2 回收容器 720 內。於第 2 回收容器 720 中，氣密地插入有另與第 2 回收路徑 710 不同之第 2 透氣路徑 730 的一端。第 2 透氣路徑 730 具備第 4 閥 731。第 4 閥 731 為雙向閥，係用以切換第 2 透氣路徑 730 的開放與封閉。

【0071】接著說明使用上述調製裝置 100 且用以從戴奧辛類溶液中調製戴奧辛類的分析用試樣之方法。首先於調製裝置 100 中將第 1 閥 422、空氣導入閥 423、第 2 閥 520、第 3 閥 631 及第 4 閥 731 設定為既定的初期狀態。亦即，第 1 閥 422 設定為開放狀態，空氣導入閥 423 設定為連絡於第 1 溶劑容器 410 側。此

外，第 2 閥 520 設定為使流路 510 與排棄路徑 531 連絡。再者，第 3 閥 631 設定為使第 1 透氣路徑 630 與空氣供給路徑 634 連絡，第 4 閥 731 設定為封閉狀態。

【0072】 分析用試樣的調製方法主要包含戴奧辛類的區分步驟與萃取步驟。

【0073】 〈戴奧辛類的區分步驟〉

在設定為初期狀態後，將戴奧辛類溶液注入於區分器具 200。在此，係從管體 210 卸下第 1 溶劑供給路徑 420 並從開口 211 將戴奧辛類溶液注入於精製層 220。然後將第 1 溶劑供給路徑 420 裝著於管體 210 後，使加熱裝置 300 動作以加熱精製層 220 的一部分，亦即硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 及第 1 活性二氧化矽凝膠層 223 的全體以及硫酸二氧化矽凝膠層 222 的一部分。

【0074】 在此所注入之戴奧辛類溶液例如為使用溶劑並從大氣或土壤等環境試樣或食品試樣等之可能含有戴奧辛類的試樣中萃取出戴奧辛類之萃取液，亦可為可能含有戴奧辛類之魚油(Fish Oil)等油狀的食品本身。

【0075】 這種戴奧辛類溶液較多係含有化學結構或化學行為與戴奧辛類類似，且可能影響戴奧辛類的分析結果之 PCDE 或非 DL-PCBs 等之多氯多環芳香族烴類或是其他芳香族烴化合物等作為夾雜成分。尤其是來自土壤、焚化爐等之排氣或是來自底質或污泥等環境試樣之戴奧辛類的萃取液，較多係含有不易與戴奧辛類分離之各種有機化合物，典型而言含有芳香族烴化合物作為夾雜成分，此夾雜成分對於將戴奧辛類區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs 時之精準度產生影響之可能性高。此外，於來自土壤之戴奧辛類的萃取液之情形，此萃取液較多係含有土壤中所多量地含有作為夾雜成分之石蠟類(直鏈烴化合物類)。石蠟類容易連同 PCDDs、PCDFs 及非鄰位 PCBs

而吸附於碳系的吸附劑，此外，從該吸附劑中亦容易連同 PCDDs、PCDFs 及非鄰位 PCBs 被萃取出，所以在藉由 GC/MS 法(尤其 GC-HRMS 法)來分析戴奧辛類之情形，為人所知者係成為影響分析精準度之鎖定質量變動的原因物質。

【0076】 通常，戴奧辛類的萃取液只要是使用脂肪族烴溶劑者，則可直接注入於區分器具 200，此外，在萃取液為使用脂肪族烴溶劑以外的有機溶劑，例如甲苯等之芳香族烴溶劑並藉由萃取所得到者之情形，該萃取液可藉由將萃取時所使用之芳香族烴溶劑取代為脂肪族烴溶劑而注入於區分器具 200。萃取或溶劑取代所使用之脂肪族烴溶劑通常較佳為碳數 5 至 10 的脂肪族烴溶劑，例如可列舉出正己烷、異辛烷、壬烷及癸烷等。特佳為便宜的正己烷。

【0077】 戴奧辛類溶液往區分器具 200 之注入量通常較佳約為 1 至 10mL。被注入之溶液可藉由餾除溶劑的一部分而濃縮。

【0078】 在戴奧辛類溶液為魚油等油狀物之情形，此戴奧辛類溶液亦可連同可溶解其之脂肪族烴溶劑，或是作為預先溶解於該溶劑之溶液而注入於區分器具 200。在此情形，係以使戴奧辛類溶液與脂肪族烴溶劑之合計量成為上述注入量之方式來設定。

【0079】 被注入之戴奧辛類溶液係滲透於硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 的上部，並藉由加熱裝置 300 連同精製層 220 的一部分進行加熱。加熱裝置 300 的加熱溫度設定為 35℃ 以上，較佳為 50℃ 以上，尤佳為 60℃ 以上。藉由此加熱，使溶液所含有之戴奧辛類以外之夾雜成分的一部分與精製層 220 反應而分解。在加熱溫度未達 35℃ 之情形，夾雜成分與精製層 220 之反應變得不易進行，於戴奧辛類的分析用試樣中可能容易殘留夾雜成分的一部分。加熱溫度的上限並無特別限定，從安全性之觀點來看，通常為沸點溫度以下。

【0080】於加熱時，由於硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 及硫酸二氧化矽凝膠層 222 夾持第 1 活性二氧化矽凝膠層 223 而積層，所以可抑制相互的反應。

【0081】接著從加熱開始經過 10 至 60 分鐘後，從溶劑供給裝置 400 將溶劑供給至區分器具 200。此時加熱裝置 300 可維持動作或是停止動作。於此步驟中，將第 1 閥 422 維持在開放狀態並使第 1 泵 421 動作，使儲存於第 1 溶劑容器 410 之適量的溶劑通過第 1 溶劑供給路徑 420 從開口 211 往管體 210 內供給。此溶劑係溶解戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類、夾雜成分的分解生成物以及未被分解而殘留之夾雜成分(此夾雜成分通常含有非 DL-PCBs)，並作為含有戴奧辛類之脂肪族烴溶劑溶液而通過精製層 220。此時，分解生成物及夾雜成分的一部分係吸附於硝酸銀二氧化矽凝膠層 221、第 1 活性二氧化矽凝膠層 223、硫酸二氧化矽凝膠層 222 及第 2 活性二氧化矽凝膠層 224。此外，通過精製層 220 之溶劑在通過加熱裝置 300 中的非加熱部分，亦即硫酸二氧化矽凝膠層 222 的下部及第 2 活性二氧化矽凝膠層 224 時，係自然冷卻。

【0082】通過精製層 220 之溶劑往區分層 230 流動並通過處理層 240 與氧化鋁層 250，從開口 212 往流路 510 流動並通過排棄路徑 531 而被排棄。此時，來自精製層 220 之溶劑所含有的戴奧辛類被捕集於區分層 230 而從溶劑中分離。更具體而言，於區分層 230 中，戴奧辛類中之非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 被吸附於處理層 240，此外，單鄰位 PCBs 被吸附於氧化鋁層 250。因此，溶劑所含有之戴奧辛類於區分層 230 中被區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs。

【0083】通過精製層 220 之溶劑所含有之夾雜成分的一部分係連同溶劑通過精製層 220 而被排棄，此外，一部分被區分層 230 所捕集。例如非 DL-PCBs

及 PCDE 連同單鄰位 PCBs 被吸附於氧化鋁層 250。此外，芳香族有機化合物或石蠟類通過區分層 230，並通過排棄路徑 531 而被排棄。

【0084】 〈戴奧辛類的萃取步驟〉

接著藉由溶劑來萃取被吸附於區分層 230 之戴奧辛類以調製戴奧辛類的分析用試樣。於此調製前，於調製裝置 100 中對精製層 220 及區分層 230 進行乾燥處理。在此首先將溶劑供給裝置 400 的空氣導入閥 423 切換至空氣導入路徑 424 側。然後使第 1 泵 421 動作而從空氣導入路徑 424 吸引空氣。

【0085】 從空氣導入路徑 424 所吸引之空氣係通過第 1 溶劑供給路徑 420 從開口 211 往管體 210 內供給，通過精製層 220 及區分層 230 從開口 212 往流路 510 流動，並通過排棄路徑 531 而被排出。此時，殘留於精製層 220 之溶劑因為通過之空氣被壓出而移往區分層 230。其結果可對精製層 220 進行乾燥處理。

【0086】 接著停止第 1 泵 421 並將第 1 閥 422 切換至封閉狀態，於第 1 萃取路徑 600 中使壓縮機 633 動作。

【0087】 藉由壓縮機 633 的動作，通過第 1 透氣路徑 630、第 1 回收容器 620 及第 1 回收路徑 610 將壓縮空氣從空氣供給路徑 634 供給至第 1 分歧路徑 215。此壓縮空氣通過區分層 230 從開口 212 往流路 510 流動，並通過排棄路徑 531 而被排出。此時從精製層 220 往區分層 230 移動之溶劑以及殘留於區分層 230 的各層之溶劑係因為壓縮空氣而被壓出，並連同壓縮空氣從排棄路徑 531 排出。其結果可對區分層 230 進行乾燥處理。

【0088】 於用以調製戴奧辛類的分析用試樣之最初的步驟中，係停止壓縮機 633 並且將第 2 萃取路徑 700 的第 4 閥 731 切換為開放狀態。此外，於溶劑流出路徑 500 中係以使流路 510 與第 2 溶劑供給路徑 541 連絡之方式來切換第 2 閥

520，並使第 2 泵 542 動作。藉此，通過第 2 溶劑供給路徑 541 及流路 510 而將儲存於第 2 溶劑容器 543 之適量的溶劑從開口 212 供給至管體 210 內。

【0089】從流路 510 供給至管體 210 內之溶劑係通過氧化鋁層 250 往第 2 分岐路徑 216 流動，並通過第 2 萃取路徑 700 的第 2 回收路徑 710 而被回收於第 2 回收容器 720。此時，溶劑係溶解吸附於氧化鋁層 250 之單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs，並作為萃取有此等 PCBs 之溶液亦即第 1 分析用試樣而被回收於第 2 回收容器 720。

【0090】於此步驟中，亦可從管體 210 的外部加熱氧化鋁層 250。在加熱氧化鋁層 250 之情形，可抑制萃取用溶劑的用量並有效率地從氧化鋁層 250 中萃取出單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs。氧化鋁層 250 的加熱溫度通常是約 50°C 至未達萃取用溶劑的沸點，特佳係控制在 95°C 以下。

【0091】於用以調製分析用試樣之下一步驟中，一旦停止第 2 泵 542 後，於第 1 萃取路徑 600 中係以使第 1 透氣路徑 630 與開放路徑 632 連絡之方式來切換第 3 閥 631，並將第 2 萃取路徑 700 的第 4 閥 731 切換為封閉狀態。然後於溶劑流出路徑 500 中，以使流路 510 與第 2 溶劑供給路徑 541 連絡之方式在維持第 2 閥 520 之狀態再次使第 2 泵 542 動作。藉此，通過第 2 溶劑供給路徑 541 及流路 510 將儲存於第 2 溶劑容器 543 之適量的溶劑從開口 212 供給至管體 210 內。

【0092】從流路 510 供給至管體 210 內之溶劑係依序通過氧化鋁層 250 及處理層 240 往第 1 分岐路徑 215 流動，並通過第 1 萃取路徑 600 的第 1 回收路徑 610 而被回收於第 1 回收容器 620。此時，溶劑係溶解吸附於處理層 240 之含有

非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，並作為萃取有此等戴奧辛群之溶液亦即第 2 分析用試樣而被回收於第 1 回收容器 620。

【0093】於此步驟中，亦可從管體 210 的外部加熱處理層 240。在加熱處理層 240 之情形，可抑制萃取用溶劑的用量並有效率地從處理層 240 中萃取出含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群。處理層 240 的加熱溫度通常是約 50°C 至未達萃取用溶劑的沸點，特佳係控制在 80°C 以上 95°C 以下。

【0094】藉由以上的萃取步驟，可分別得到單鄰位 PCBs 的分析用試樣與非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 的分析用試樣。

【0095】如此地調製之 2 種分析用試樣係分別適用在各種戴奧辛類的分析。分析方法係因應用以從區分層 230 萃取出戴奧辛類時所使用之溶劑的種類，通常可採用 GC-HRMS 法、GC-MSMS、GC-QMS 或離子捕集 GC/MS 等之 GC/MS 法或 GC/ECD 法等之氣相層析法或生物檢定法。

【0096】於單鄰位 PCBs 的分析用試樣(第 1 分析用試樣)的分析中，由於此分析用試樣實質上不包含含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，所以不會受到此等戴奧辛群的影響而能夠高精準度地定量出單鄰位 PCBs。此外，由於此分析用試樣含有單鄰位 PCBs 以及非 DL-PCBs，所以可一同高精準度地定量出戴奧辛類溶液所含有之非 DL-PCBs。例如於歐盟(EU)的食品規範基準(COMMISSION REGULATION (EU) No 1259/2011)中，係規定戴奧辛類以及既定的非 DL-PCBs(IUPAC 號碼為#28、#52、#101、#138、#153 及#180 之氯數為 3 至 7 的 6 種 PCBs)作為牛肉或豬肉等食用肉品以及蛋等食品所含有之有害物質的分析對象，此等 PCBs 可藉由此分析用試樣的分析來定量。

【0097】 另一方面，於非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 的分析用試樣(第 2 分析用試樣)中，由於此分析用試樣實質上不包含單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs，所以不會受到此等 PCBs 的影響而能夠高精準度地定量出非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs。

【0098】 GC/MS 法亦可使用 GC-MSMS 或 GC-TOFMS，在此情形，可藉由混合 2 種分析用試樣來同時分析。

【0099】 於調製裝置 100 中，第 2 萃取路徑 700 亦可變更如第 2 圖所示者。變更後之第 2 萃取路徑 700 係具有從第 2 分岐路徑 216 所延伸之溶劑路徑 740。溶劑路徑 740 的一端氣密地連絡於第 2 分岐路徑 216，另一端具備第 4 閥 741。第 4 閥 741 為三向閥並連絡有溶劑回收路徑 742 與第 3 溶劑供給路徑 743，並且以使溶劑路徑 740 連絡於溶劑回收路徑 742 及第 3 溶劑供給路徑 743 中任一者之方式來進行切換。

【0100】 溶劑回收路徑 742 係連絡於用以回收溶劑之第 2 回收容器 744。第 2 回收容器 744 具有通過其內部與外部之透氣管 745。第 3 溶劑供給路徑 743 連絡於第 3 溶劑容器 746，並具有用以將儲存於第 3 溶劑容器 746 之溶劑送出之第 3 泵 747。

【0101】 於此變形例中，第 2 溶劑容器 543 係儲存可萃取出吸附於氧化鋁層 250 之戴奧辛類(單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs)之溶劑，此外，第 3 溶劑容器 746 係儲存可萃取出吸附於處理層 240 之戴奧辛類(非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs)之溶劑。儲存於各容器 543、746 之溶劑可因應戴奧辛類的分析方法來選擇。

【0102】 具體而言，在採用氣相層析法作為分析方法之情形，儲存於第 3 溶劑容器 746 之溶劑例如可使用甲苯或苯。此外，亦可使用將脂肪族烴溶劑或有

機氯系溶劑添加於甲苯或苯之混合溶劑。在使用混合溶劑之情形，甲苯或苯的比率設定為 50 重量%以上。混合溶劑中所使用之脂肪族烴溶劑例如可列舉出正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、異辛烷或環己烷等。此外，有機氯系溶劑例如可列舉出二氯甲烷、三氯甲烷或四氯甲烷等。此等萃取溶劑中，從以少量使用即可萃取戴奧辛類，尤其是非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 者來看，特佳為甲苯。另一方面，儲存於第 2 溶劑容器 543 之溶劑除了與儲存於第 3 溶劑容器 746 之溶劑為相同者之外，亦可使用有機氯系溶劑、有機氯系溶劑與脂肪族烴溶劑之混合溶劑、或是將少量的甲苯添加於脂肪族烴溶劑之混合溶劑，惟從以少量使用即可萃取戴奧辛類以及 PCBs，尤其是單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 者來看，特佳為甲苯。

【0103】在採用生物檢定法作為分析方法之情形，儲存於第 2 溶劑容器 543 及第 3 溶劑容器 746 之溶劑可使用二甲基亞砷(DMSO)或甲醇等親水性溶劑。

【0104】於採用變更了第 2 萃取路徑 700 之調製裝置 100 之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法中，於初期狀態係以使溶劑路徑 740 與第 3 溶劑供給路徑 743 連絡之方式來設定第 4 閥 741。然後如已說明般地執行戴奧辛類的區分步驟後，執行戴奧辛類的萃取步驟。

【0105】於戴奧辛類的萃取步驟中，如已說明般在對精製層 220 及區分層 230 的各層進行乾燥處理後，停止壓縮機 633 並且於第 2 萃取路徑 700 中以使溶劑路徑 740 與溶劑回收路徑 742 連絡之方式來切換第 4 閥 741。此外，於溶劑流出路徑 500 中以使流路 510 與第 2 溶劑供給路徑 541 連絡之方式來切換第 2 閥 520，並使第 2 泵 542 動作。藉此，通過第 2 溶劑供給路徑 541 及流路 510 將儲存於第 2 溶劑容器 543 之適量的溶劑從開口 212 供給至管體 210 內。

【0106】從流路 510 供給至管體 210 內之溶劑係通過氧化鋁層 250 往第 2 分岐路徑 216 流動，並通過第 2 萃取路徑 700 的溶劑路徑 740 而被回收於第 2 回收容器 744。此時，溶劑係溶解吸附於氧化鋁層 250 之單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs，並作為萃取有此等 PCBs 之溶液亦即第 1 分析用試樣而被回收於第 2 回收容器 744。

【0107】於用以調製分析用試樣之下一步驟中，一旦停止第 2 泵 542 後，於第 1 萃取路徑 600 中以使第 1 透氣路徑 630 與開放路徑 632 連絡之方式來切換第 3 閥 631，此外，於第 2 萃取路徑 700 中以使溶劑路徑 740 與第 3 溶劑供給路徑 743 連絡之方式來切換第 4 閥 741。然後使第 3 泵 747 動作，並通過第 3 溶劑供給路徑 743 及溶劑路徑 740 將儲存於第 3 溶劑容器 746 之適量的溶劑，從第 2 分岐路徑 216 供給至管體 210 內。

【0108】通過第 2 分岐路徑 216 往管體 210 內供給之溶劑係通過處理層 240 往第 1 分岐路徑 215 流動，並通過第 1 萃取路徑 600 的第 1 回收路徑 610 而回收於第 1 回收容器 620。此時，溶劑係溶解吸附於處理層 240 之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，並作為此等戴奧辛群的溶液亦即第 2 分析用試樣而被回收於第 1 回收容器 620。由於此第 2 分析用試樣是在溶劑未通過氧化鋁層 250 下所調製，所以能夠更高精準度地從單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 中區分。

【0109】所得到之第 1 分析用試樣及第 2 分析用試樣，如已說明般可適用在戴奧辛類的分析。

【0110】在將第 2 萃取路徑 700 變更如第 2 圖所示般之調製裝置 100 中，於戴奧辛類的萃取步驟中，亦可互換含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴

奧辛群從處理層 240 中之萃取，以及單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 從氧化鋁層 250 中之萃取的順序。亦即，亦可於最初從處理層 240 中萃取含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群後，再從氧化鋁層 250 中萃取單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs。

【0111】 第 2 形態

參考第 3 圖來說明可實施本發明之分析用試樣的調製方法之裝置的第 2 例。於第 3 圖中，調製裝置 100 係可調製適合於氣相層析法的分析之分析用試樣者，主要具備：區分器具 200、加熱裝置 300、溶劑供給裝置 400、溶劑流出路徑 550 以及萃取路徑 650。

【0112】 區分器具 200 在管體 210 之小徑部 214 及區分層 230 的構造上與第 1 形態中所說明之區分器具 200 相異。具體而言，小徑部 214 僅具有作為分岐路徑之第 1 分岐路徑 215。此外，區分層 230 與處理層 240 及氧化鋁層 250 密接。因此，與第 1 形態中所說明之區分器具 200 者相比，小徑部 214 的長度係被縮短。

【0113】 加熱裝置 300 及溶劑供給裝置 400 如第 1 形態中所述。

【0114】 溶劑流出路徑 550 係具有氣密地連接於管體 210 的開口 212 之流路 551。流路 551 具有第 2 閥 552。第 2 閥 552 為四向閥，並連絡有：用以排棄來自管體 210 的溶劑之排棄路徑 553，用以回收來自管體 210 的溶劑之回收路徑 554 以及用以將溶劑供給至管體 210 之供給路徑 555；並且以使流路 551 連絡於排棄路徑 553、回收路徑 554 及供給路徑 555 中任一者之方式來進行切換。

【0115】回收路徑 554 具有溶劑的回收容器 556，此回收容器 556 具有通過其內部與外部之透氣管 557。供給路徑 555 係具有第 2 泵 558，並且連絡於用以儲存區分器具 200 所捕集之戴奧辛類的萃取溶劑之第 2 溶劑容器 559。

【0116】儲存於第 2 溶劑容器 559 之萃取溶劑可使用能夠溶解戴奧辛類之甲苯或苯。此外，亦可使用將脂肪族烴溶劑或有機氯系溶劑添加於甲苯或苯之混合溶劑。在使用混合溶劑之情形，甲苯或苯的比率設定為 50 重量%以上。此等混合溶劑中所使用之脂肪族烴溶劑例如可列舉出正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、異辛烷或環己烷等。此外，有機氯系溶劑例如可列舉出二氯甲烷、三氯甲烷或四氯甲烷等。此等萃取溶劑中，從以少量使用即可從區分器具 200 中萃取戴奧辛類者來看，特佳為甲苯。

【0117】萃取路徑 650 係具有從第 1 分岐路徑 215 延伸之溶劑路徑 651。溶劑路徑 651 的一端氣密地連絡於第 1 分岐路徑 215，另一端具備第 3 閥 652。第 3 閥 652 為四向閥，並連絡有：具備用以送出壓縮空氣之壓縮機 654 之空氣供給路徑 653，用以回收來自第 1 分岐路徑 215 的溶劑之回收路徑 655 以及以將溶劑供給至管體 210 之供給路徑 656；並且以使溶劑路徑 651 連絡於空氣供給路徑 653、回收路徑 655 及供給路徑 656 中任一者之方式來進行切換。

【0118】回收路徑 655 具有用以回收溶劑之回收容器 657，此回收容器 657 具有通過其內部與外部之透氣管 658。供給路徑 656 係具有第 3 泵 659，並且連絡於用以儲存區分器具 200 所捕集之戴奧辛類的萃取溶劑之第 3 溶劑容器 660。

【0119】儲存於第 3 溶劑容器 660 之萃取溶劑為實質上不溶解含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群並且單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 的溶解性優異者，例如為有機氯系溶劑、將脂肪族烴溶劑添加於有機氯系溶劑之混合溶劑

或是將甲苯添加於脂肪族烴溶劑之混合溶劑(甲苯的含有比率通常約為 10 至 15 重量%)等。在此所使用之有機氯系溶劑例如為二氯甲烷、三氯甲烷或四氯甲烷等。此外，脂肪族烴溶劑例如為正戊烷、正己烷、正庚烷、正辛烷、異辛烷或環己烷等。

【0120】 接著說明使用上述調製裝置 100 之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法。首先於調製裝置 100 中將第 1 閥 422、空氣導入閥 423、第 2 閥 552 及第 3 閥 652 設定為既定的初期狀態。亦即，第 1 閥 422 設定為開放狀態，空氣導入閥 423 設定為連絡於第 1 溶劑容器 410 側。此外，第 2 閥 552 設定為使流路 551 與排棄路徑 553 連絡。再者，第 3 閥 652 設定為使溶劑路徑 651 與空氣供給路徑 653 連絡。

【0121】 接著與第 1 形態相同來執行戴奧辛類的區分步驟後，對精製層 220 及區分層 230 的各層進行乾燥處理，並執行戴奧辛類的萃取步驟。精製層 220 的乾燥處理係與第 1 形態相同來執行。接著在區分層 230 的乾燥處理中，將溶劑供給裝置 400 的第 1 閥 422 切換至封閉狀態。然後於萃取路徑 650 中使壓縮機 654 動作。

【0122】 藉由壓縮機 654 的動作，通過空氣供給路徑 653 及溶劑路徑 651 將壓縮空氣供給至第 1 分歧路徑 215。此壓縮空氣通過區分層 230 從開口 212 往流路 551 流動，並通過排棄路徑 553 而被排出。此時殘留於區分層 230 的各層之溶劑係因為壓縮空氣而被壓出，並連同壓縮空氣從排棄路徑 553 排出。其結果可對區分層 230 進行乾燥處理。

【0123】 於戴奧辛類的萃取步驟中，首先於溶劑流出路徑 550 中，以使流路 551 與回收路徑 554 連絡之方式來切換第 2 閥 552。此外，於萃取路徑 650 中

以使溶劑路徑 651 與供給路徑 656 連絡之方式來切換第 3 閥 652 並使第 3 泵 659 動作。藉此，通過供給路徑 656 及溶劑路徑 651 而將儲存於第 3 溶劑容器 660 之適量的溶劑從第 1 分歧路徑 215 供給至管體 210 內。

【0124】 通過第 1 分歧路徑 215 並供給至管體 210 內之溶劑係通過區分層 230，並從開口 212 流過流路 551 及回收路徑 554 而被回收於回收容器 556。此時，溶劑係溶解並萃取出吸附於氧化鋁層 250 之單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs，並作為此等 PCBs 的溶液亦即第 1 分析用試樣而被回收於回收容器 556。

【0125】 於用以萃取戴奧辛類之下一步驟中，係停止第 3 泵 659 並於萃取路徑 650 中以使溶劑路徑 651 與回收路徑 655 連絡之方式來切換第 3 閥 652。然後於溶劑流出路徑 550 中以使流路 551 與供給路徑 555 連絡之方式來切換第 2 閥 552 並使第 2 泵 558 動作。藉此，通過供給路徑 555 及流路 551 將儲存於第 2 溶劑容器 559 之適量的溶劑從開口 212 供給至管體 210 內。

【0126】 從流路 551 供給至管體 210 內之溶劑係依序通過氧化鋁層 250 及處理層 240 往第 1 分歧路徑 215 流動，並通過萃取路徑 650 的溶劑路徑 651 及回收路徑 655 而被回收於回收容器 657。此時，溶劑係溶解並萃取出吸附於處理層 240 之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群，並作為此等戴奧辛群的溶液亦即第 2 分析用試樣而被回收於回收容器 657。

【0127】 藉由以上的步驟，可分別得到單鄰位 PCBs 的分析用試樣與非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 的分析用試樣，各分析用試樣係適用在氣相層析法的分析。

【0128】 第 3 形態

參考第 4 圖來說明可實施本發明之分析用試樣的調製方法之其他區分器具的例子。圖中，區分器具 200 係具備與第 2 例的調製裝置 100 中所使用之區分器具 200 為相同之具有大徑部 213 與小徑部 214 之管體 210，但其被分割為大徑部 213 與小徑部 214 並藉由連結具 800 可分離地結合大徑部 213 與小徑部 214 而形成一連串的管體 210。

【0129】大徑部 213 係形成為兩端呈開口之圓筒狀，並於硫酸二氧化矽凝膠層 222 側的端部具有外徑及內徑設定為與小徑部 214 相同之頸部 217。小徑部 214 形成為兩端呈開口之圓筒狀，並且處理層 240 與氧化鋁層 250 於區分層 230 密接。連結具 800 例如使用對各種有機溶劑，尤其是烴溶劑具有耐性之樹脂材料或其他材料所形成，並形成為圓筒狀，並且藉由插入大徑部 213 的頸部 217 與小徑部 214 之處理層 240 側的端部而液密地連結大徑部 213 與小徑部 214。

【0130】使用此例的調製裝置 100 來調製戴奧辛類的分析用試樣時，於區分器具 200 中在連結大徑部 213 與小徑部 214 之狀態執行與第 1 形態為相同之戴奧辛類的區分步驟。此區分步驟亦可藉由手工作業來執行。然後接續於區分步驟對精製層 220 及區分層 230 進行乾燥處理後，從連結具 800 中小徑部 214 分離。

【0131】於來自區分層 230 之戴奧辛類的萃取中，與第 2 形態之情形時相同，從小徑部 214 之處理層 240 側的端部中，供給實質上不溶解含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群並且單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 的溶解性優異之溶劑，藉此萃取出吸附於氧化鋁層 250 之單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 而得到第 1 分析用試樣。然後從小徑部 214 之氧化鋁層 250 側的端部(開口 212)中供給可

溶解戴奧辛類之溶劑，藉此萃取出吸附於處理層 240 之含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群而得到第 2 分析用試樣。

【0132】此萃取操作可藉由手工作業來執行或是機械地執行。

【0133】第 5 圖顯示此例之區分器具 200 之變形例的一部分。此變形例之區分器具 200 的小徑部 214 係被分割為填充有處理層 240 之第 1 部位 260 與填充有氧化鋁層 250 之第 2 部位 270，第 1 部位 260 與第 2 部位 270 係藉由連結具 810 可分離地結合而呈一體化。連結具 810 與連結大徑部 213 與小徑部 214 之連結具 800 為相同者。

【0134】此變形例之區分器具 200 可將小徑部 214 從大徑部 213 中分離，並且可將小徑部 214 進一步從第 1 部位 260 與第 2 部位 270 中分離。因此在從區分層 230 中萃取戴奧辛類時，可對第 1 部位 260 的處理層 240 與第 2 部位 270 的氧化鋁層 250 個別地進行戴奧辛類等的萃取操作，而能夠更高精準度地區分為單鄰位 PCBs 及非 DL-PCBs 的分析用試樣與含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群的分析用試樣。

【0135】其他形態例

(1)上述各實施形態中所說明之區分器具 200 係以在精製層 220 中使硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 位於開口 211 側之方式來配置，但硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 與硫酸二氧化矽凝膠層 222 之順序亦可互換。

【0136】惟在將硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 與硫酸二氧化矽凝膠層 222 互換之情形，氯數較少之非 DL-PCBs 可能與硫酸二氧化矽凝膠層 222 反應，而在分析用試樣中使氯數較少之非 DL-PCBs 的回收率降低。因此，在需連同戴奧辛類來分析非 DL-PCBs，尤其氯數較少之非 DL-PCBs 之情形(例如藉由 EU 的食品

規範基準來分析食品的戴奧辛類之情形)，於精製層 220 中較佳係以使硝酸銀二
氧化矽凝膠層 221 位於開口 211 側之方式來配置。

【0137】 (2)上述各實施形態中所說明之區分器具 200 於精製層 220 中可省
略第 1 活性二氧化矽凝膠層 223 及第 2 活性二氧化矽凝膠層 224。

【0138】 (3)區分器具 200 的大徑部 213 亦可預先分割為硝酸銀二氧化矽凝
膠層 221 的填充部分與硫酸二氧化矽凝膠層 222 的填充部分，於使用時再將兩
者連結。藉此可抑制硝酸銀二氧化矽凝膠層 221 及硫酸二氧化矽凝膠層 222 分
別因另一方的影響而產生變性之情形，其結果不易損及由精製層 220 所帶來之
戴奧辛類溶液的精製力，所以有能夠提高戴奧辛類的回收率之可能性。

【0139】 (4)於上述各實施形態之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法中，係
藉由加熱裝置 300 來加熱精製層 220，但即使不加熱精製層 220，亦可同樣地實
施各實施形態之調製方法。

【0140】 (5)於上述各實施形態之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法中，精
製層 220 及區分層 230 的乾燥處理可藉由空氣的吸引以及由壓縮機所進行之壓
縮空氣的供給中任一方法來任意地變更。此外，亦可藉由氮氣的供給對精製層
220 及區分層 230 進行乾燥處理。再者，亦可省略精製層 220 及區分層 230 的乾
燥處理。

[實施例]

【0141】 以下係列舉實施例等來具體說明本發明，惟本發明並不限定於此
等實施例等。

【0142】 ◎戴奧辛類溶液

以下實施例等中所使用之戴奧辛類溶液係如下所述。

標準溶液：

將濃度已知的戴奧辛類標準物質(Wellington Laboratories 公司的商品名稱「DF-LCS-A」)1mL 及濃度已知的 PCBs 標準物質(Wellington Laboratories 公司的商品名稱「PCB-LCS-H」)1mL 添加於正己烷 100mL 並溶解，將所得到者用作為戴奧辛類的標準溶液。戴奧辛類標準物質係含有藉由 $^{13}\text{C}_{12}$ 所標識之 PCDDs、PCDFs 及 DL-PCBs。PCBs 標準物質係含有藉由 $^{13}\text{C}_{12}$ 所標識之 IUPAC 號碼為 #28、#52、#101、#138、#153、#170、#180 的 7 種非 DL-PCBs。當中，#28、#52、#101、#138、#153 及 #180 的 6 種 PCBs 異構物(氯數為 3 至 7 的 PCBs 異構物)為 EU 的食品規範對象。

【0143】 環境試樣溶液 A：

將以甲苯作為萃取溶劑之索氏萃取法(S Soxhlet extraction)適用在從一般廢棄物焚化設施所採集之飛灰 0.3g 而得到甲苯萃取液。從該甲苯萃取液中去除甲苯並將該殘渣溶解於正己烷而調製出己烷溶液 2mL。將標準溶液 0.02mL 添加於此己烷溶液的全量並設成為環境試樣溶液 A。

環境試樣溶液 B：

使用從工廠工地所採集之土壤 5g 來取代飛灰 0.3g，除此之外，其他進行與環境試樣溶液 A 的調製為相同之操作，並將所得到之溶液設成為環境試樣溶液 B。

環境試樣溶液 C：

使用從河川所採集之底質 5g 來取代飛灰 0.3g，除此之外，其他進行與環境試樣溶液 A 的調製為相同之操作，並將所得到之溶液設成為環境試樣溶液 C。

環境試樣溶液 D：

使用從下水道處理設施所採集之污泥 5g 來取代飛灰 0.3g，除此之外，其他進行與環境試樣溶液 A 的調製為相同之操作，並將所得之溶液設成為環境試樣溶液 D。

【0144】 模擬環境試樣溶液：

將甲苯 100 μ L 添加於標準溶液 0.02mL 並設成為模擬環境試樣溶液。

【0145】 食品試樣溶液 A：

將標準溶液 0.02mL 添加於葵花油(Merck 公司製的商品名稱「S5007」)3g 並設成為食品試樣溶液 A。

食品試樣溶液 B：

使用以有機溶劑從豬肉經冷凍乾燥所乾燥者萃取之油份 3g，來取代飛灰 0.3g，除此之外，其他進行與環境試樣溶液 A 的調製為相同之操作，並將所得之溶液設成為食品試樣溶液 B。

【0146】 ◎填充劑

以下實施例等之區分器具中所使用之填充劑係如下所述。

硝酸銀二氧化矽凝膠：

使用：將使硝酸銀(和光純藥工業股份有限公司製)11.2g 溶解於 30mL 的蒸餾水之水溶液的全量，添加於活性二氧化矽凝膠(關東化學股份有限公司製)100g 並均一地混合後，使用旋轉式蒸發器，在減壓下將此活性二氧化矽凝膠加熱至 70℃以進行乾燥所調製之硝酸銀二氧化矽凝膠。

【0147】 硫酸二氧化矽凝膠：

使用：將濃硫酸(和光純藥工業股份有限公司製)78.7g 均一地添加於活性二氧化矽凝膠(關東化學股份有限公司製)100g 後進行乾燥所調製之硫酸二氧化矽凝膠。

【0148】 含活性碳二氧化矽凝膠：

使用：將活性碳(Kuraray Chemical 股份有限公司的商品名稱「Kuraraycoal PK-DN」)添加於活性二氧化矽凝膠(關東化學股份有限公司製)並均一地混合所得之含活性碳二氧化矽凝膠。活性碳的含量設定為 0.018 重量%或 3.0 重量%。

【0149】 含石墨二氧化矽凝膠：

使用：將石墨(Sigma Aldrich 公司的商品名稱「ENVI-Carb」)添加於活性二氧化矽凝膠(關東化學股份有限公司製)並均一地混合所得之含石墨二氧化矽凝膠。石墨的含量設定為 12.5 重量%。

【0150】 石墨：

使用 Sigma Aldrich 公司的商品名稱「ENVI-Carb」。

【0151】 矽酸鎂：

使用 Fujifilm 和光純藥工業股份有限公司的商品名稱「Florisil、75 至 150 μ m」。

【0152】 活性矽酸鎂：

使用：於管狀爐中在設定為 0.5 至 1.0L/分的流速之氮氣氣流下進行 2 小時的加熱處理而活化之矽酸鎂(Fujifilm 和光純藥工業股份有限公司的商品名稱「Florisil、75 至 150 μ m」)。加熱處理溫度如後述表 1 所記載。

【0153】 經石墨混合之活性矽酸鎂 A：

使用：將石墨(Sigma Aldrich 公司的商品名稱「ENVI-Carb」)添加於矽酸鎂(Fujifilm 和光純藥工業股份有限公司的商品名稱「Florisil、75 至 150 μ m」)並均一地混合而調製混合物，然後於管狀爐中在設定為 0.5 至 1.0L/分的流速之氮氣氣流下對此混合物進行 2 小時的加熱處理而成者。混合物中之石墨的含有比率及加熱處理溫度如後述表 1 所記載。

【0154】 經石墨混合之活性矽酸鎂 B：

使用：將另外於設定為 450°C 之管狀爐中並在設定為 0.5 至 1.0L/分的流速之氮氣氣流下進行 2 小時的加熱處理之石墨(Sigma Aldrich 公司的商品名稱「ENVI-Carb」)，添加於在管狀爐中在設定為 0.5 至 1.0L/分的流速之氮氣氣流下進行 2 小時的加熱處理而活化之矽酸鎂(Fujifilm 和光純藥工業股份有限公司的商品名稱「Florisil、75 至 150 μ m」)，並均一地混合而得到之混合物。矽酸鎂的加熱處理溫度及石墨的含有比率如後述表 1 所記載。

【0155】 氧化鋁：

使用：Merck 公司製的商品名稱「Aluminium Oxide 90 active base-(activity stage I) for column chromatography」(粒徑 0.063 至 0.200mm)。

【0156】 實施例 1 至 16、比較例 1 至 6

使用第 1 圖所示之戴奧辛類之分析用試樣的調製裝置，從戴奧辛類溶液中調製分析用試樣。調製裝置所使用之區分器具的規格如下所述。

【0157】 精製層：

如第 1 圖所示，於設定為外徑 18.5mm、內徑 12.5mm、長度 200mm 之管體的大徑部內，將硝酸銀二氧化矽凝膠 4.4g(填充高度 60mm)積層於硫酸二氧化矽

凝膠 8.5g(填充高度 80mm)的上方而形成(省略第 1 活性二氧化矽凝膠層及第 2 活性二氧化矽凝膠層之積層)。

【0158】 區分層：

如第 1 圖所示，於設定為外徑 8mm、內徑 6mm、長度 100mm 之管體的小徑部內形成處理層及氧化鋁層。處理層及氧化鋁層係分別填充表 1 所示之材料而形成。於表 1 中，係排列顯示對應於實施例之比較例。

【0159】 表 1

表 1

	處理層				氧化鋁層				戴奧辛類溶液		
	填充劑		石墨含有比率 (重量%)	加熱處理溫度 (°C)	石墨混合時期	填充量 (g)	填充高度 (mm)	填充劑		填充量 (g)	填充高度 (mm)
	種類										
實施例 1	活性矽酸鎂		0	450	-	0.45	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
比較例 1	活性矽酸鎂		0	700	-	0.45	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
比較例 2	活性矽酸鎂		0	800	-	0.52	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
比較例 3	活性矽酸鎂		0	900	-	0.52	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
比較例 4	矽酸鎂		0	-	-	0.45	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 2	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	300	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 3	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	500	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 4	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	650	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
比較例 5	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	700	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 5	經石墨混合之活性矽酸鎂A		6	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 6	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 7	經石墨混合之活性矽酸鎂A		25	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 8	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 B
實施例 9	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 C
實施例 10	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 A
實施例 11	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 D
實施例 12	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	模擬環境試樣溶液
實施例 13	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	食品試樣溶液 A
實施例 14	經石墨混合之活性矽酸鎂A		12.5	450	加熱前	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	食品試樣溶液 B
實施例 15	經石墨混合之活性矽酸鎂B		12.5	450(*)	加熱後	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液
實施例 16	經石墨混合之活性矽酸鎂B		12.5	500(*)	加熱後	0.415	30	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 A
比較例 6	石墨		100	-	-	0.61	30	氧化鋁	0.755	32.5	標準溶液

(*) 與石墨混合前之矽酸鎂的加熱處理溫度

【0160】 於戴奧辛類之分析用試樣的調製操作中，將戴奧辛類溶液約 4mL 添加於精製層的硝酸銀二氧化矽凝膠層，並將精製層加熱至 60°C。然後將正己烷 90mL 緩慢地供給至精製層，使此正己烷通過精製層與區分層。在正己烷通過區分層後，使壓縮空氣通過以對區分層進行乾燥處理。然後於區分層中將氧化鋁層加熱至 90°C，並從管體之下端的開口側將甲苯 1.0mL 往氧化鋁層供給，通過第 2 分歧路徑來回收通過氧化鋁層後之甲苯而得到第 1 分析用試樣。接著於區分層中將處理層加熱至 90°C，並從管體之下端的開口側通過氧化鋁層將甲苯 1.5mL 往處理層供給，通過第 1 分歧路徑來回收通過處理層後之甲苯而得到第 2 分析用試樣。從戴奧辛類溶液的添加開始至得到第 2 分析用試樣為止之所需時間，於任一實施例及比較例中皆約為 2 小時。

【0161】 分別藉由 HRGC/HRMS 法個別地對第 1 分析用試樣及第 2 分析用試樣進行定量分析，並算出戴奧辛類及非 DL-PCBs 的回收率。所謂戴奧辛類的回收率，意指分析用試樣中所含有之戴奧辛類量相對於被添加於精製層之戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類量之比率(%)。此定義對於非 DL-PCBs 的回收率亦同。結果如表 2 至表 7 所示。於表 2 至表 7 中，「—」表示未算出回收率。

【0162】 表 2

表 2

			實施例 1		比較例 1		比較例 2		比較例 3		比較例 4	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	80	-	102	0	46	68	8	105	80	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	84	-	87	0	95	7	32	61	84	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	73	-	81	0	103	3	47	52	76	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	76	-	82	0	99	2	51	44	79	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	73	-	79	0	94	0	74	18	77	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	77	-	75	0	93	0	72	18	81	-
		¹³ C ₁₂ -OCDD	68	-	73	0	90	0	80	6	72	-
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	87	-	100	0	38	71	8	99	91	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	84	-	84	0	68	29	14	88	88	-
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	84	-	81	0	91	13	32	69	86	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	78	-	81	0	90	10	32	69	79	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	78	-	79	0	92	6	35	60	79	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	72	-	80	0	101	0	53	45	74	-
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	80	-	73	0	89	0	66	23	82	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	80	-	69	0	92	0	60	27	82	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	76	-	64	0	86	0	48	33	78	-
		¹³ C ₁₂ -OCDF	71	-	73	0	89	0	73	16	74	-
	非鄰位 PCBs	#81	77	24	19	83	0	101	0	107	1	-
		#77	105	2	3	98	0	96	0	100	1	-
		#126	92	0	31	90	0	99	0	105	2	-
		#169	90	0	47	57	0	100	0	105	11	-
	單鄰位 PCBs	#123	0	95	-	134	-	111	-	115	0	93
		#118	1	92	-	133	-	106	-	117	0	89
		#105	2	91	-	142	-	110	-	117	0	89
		#114	1	87	-	138	-	114	-	119	0	86
		#167	0	107	-	143	-	101	-	110	0	105
		#156	1	95	-	133	-	110	-	126	0	89
		#157	1	98	-	150	-	114	-	124	0	89
		#189	0	119	-	137	-	100	-	113	0	114
	非DL-PCBs EU 食品規範對象	#28	-	99	0	94	0	95	0	72	-	105
		#52	-	105	0	103	0	96	0	85	-	111
		#101	-	80	0	112	0	106	0	105	-	83
		#138	-	79	0	131	0	104	0	110	-	80
		#153	-	89	0	123	0	95	0	113	-	91
		#180	-	96	0	136	0	95	0	111	-	97
		#170	-	93	0	-	0	-	0	-	-	102

【0163】表 3

表 3

			實施例 2		實施例 3		實施例 4		比較例 5	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	84	-	82	-	85	-	85	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	93	-	93	-	92	-	100	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	94	-	89	-	95	-	99	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	93	-	90	-	98	-	96	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	90	-	84	-	84	-	96	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,5,7,8-HpCDD	96	-	89	-	95	-	101	-
		¹³ C ₁₂ -OCDD	91	-	89	-	89	-	92	-
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	85	-	87	-	90	-	95	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	91	-	96	-	87	-	100	-
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	92	-	91	-	88	-	97	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	93	-	92	-	100	-	98	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	95	-	91	-	94	-	96	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	85	-	88	-	90	-	74	-
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	90	-	91	-	90	-	91	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	96	-	92	-	92	-	98	-
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	94	-	93	-	95	-	86	-
		¹³ C ₁₂ -OCDF	92	-	89	-	90	-	86	-
	非鄰位 PCBs	#81	90	0	94	0	97	0	90	0
		#77	88	0	90	0	91	0	93	0
		#126	92	1	92	2	93	0	94	0
		#169	97	0	104	0	100	0	101	0
	單鄰位 PCBs	#123	2	96	4	90	9	89	90	0
		#118	3	102	7	91	16	87	92	0
		#105	4	94	8	86	23	78	91	0
		#114	1	98	2	92	4	96	88	0
		#167	2	95	5	97	11	96	91	0
		#156	2	96	4	94	11	94	95	0
		#157	3	95	6	90	15	87	98	0
		#189	2	98	3	94	8	89	97	0
	非DL-PCBs EU 食品規範對象	#28	-	114	-	110	-	110		1
		#52	-	104	-	93	-	98		106
		#101	-	89	-	83	-	88		85
		#138	-	90	-	89	-	92		92
		#153	-	79	-	78	-	83		78
		#180	-	101	-	95	-	96		98
		#170	-	99	-	92	-	91		98

【0164】 表 4

表 4

			實施例 5		實施例 6		實施例 7	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	110	—	80	—	80	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	123	—	87	—	92	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	118	—	87	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,5,7,8-HxCDD	111	—	89	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	107	—	82	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	114	—	89	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -OCDD	109	—	84	—	85	—
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	113	—	89	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	117	—	88	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	97	—	87	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	116	—	91	—	95	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	115	—	89	—	95	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	105	—	87	—	84	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	104	—	82	—	96	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	108	—	86	—	94	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	92	—	79	—	91	—
		¹³ C ₁₂ -OCDF	114	—	85	—	91	—
	非鄰位 PCBs	#81	86	—	94	0	92	0
		#77	114	—	90	0	95	0
		#126	115	—	88	3	89	0
		#169	121	—	92	0	95	0
	單鄰位 PCBs	#123	—	—	6	89	10	84
		#118	—	—	7	95	13	75
		#105	—	—	8	90	13	77
		#114	—	—	2	94	4	82
		#167	—	—	6	96	11	96
		#156	—	—	4	98	8	83
		#157	—	—	5	101	11	82
		#189	—	—	4	111	7	111
	非DL-PCBs EU 食品規範對象	#28	—	—	—	111	—	93
		#52	—	—	—	118	—	104
		#101	—	—	—	95	—	84
		#138	—	—	—	111	—	84
		#153	—	—	—	87	—	97
		#180	—	—	—	69	—	101
		#170	—	—	—	96	—	99

【0165】 表 5

表 5

			實施例 8		實施例 9		實施例 10		實施例 11		實施例 12	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	80	—	94	—	78	—	83	—	111	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	87	—	99	—	88	—	89	—	92	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	96	—	111	—	88	—	81	—	110	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	94	—	96	—	79	—	83	—	103	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	88	—	107	—	78	—	78	—	107	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	90	—	106	—	88	—	77	—	99	0
		¹³ C ₁₂ -OCDD	87	—	105	—	72	—	83	—	95	0
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	86	—	91	—	85	—	87	—	110	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	89	—	109	—	87	—	88	—	95	0
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	85	—	95	—	83	—	94	—	92	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	94	—	102	—	84	—	83	—	99	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	94	—	98	—	80	—	78	—	104	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	88	—	114	—	79	—	85	—	102	0
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	93	—	102	—	88	—	80	—	96	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	92	—	97	—	87	—	79	—	97	0
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	91	—	113	—	92	—	77	—	101	0
		¹³ C ₁₂ -OCDF	86	—	110	—	78	—	75	—	96	0
	非鄰位 PCBs	#81	84	—	93	—	82	—	89	0	116	0
		#77	88	—	93	—	92	—	87	0	113	0
		#126	90	—	108	—	77	—	97	0	113	0
		#169	89	—	98	—	83	—	99	0	99	0
	單鄰位 PCBs	#123	1	—	1	—	0	—	—	79	—	—
		#118	2	—	1	—	1	—	—	90	—	—
		#105	2	—	2	—	1	—	—	78	—	—
		#114	1	—	0	—	0	—	—	86	—	—
		#167	1	—	1	—	1	—	—	93	—	—
		#156	1	—	1	—	0	—	—	83	—	—
		#157	2	—	1	—	0	—	—	85	—	—
		#189	1	—	1	—	0	—	—	88	—	—
	非DL-PCBs EU 食品規範對象	#28	—	—	—	—	—	—	—	51	—	—
		#52	—	—	—	—	—	—	—	52	—	—
		#101	—	—	—	—	—	—	—	81	—	—
		#138	—	—	—	—	—	—	—	98	—	—
		#153	—	—	—	—	—	—	—	76	—	—
		#180	—	—	—	—	—	—	—	80	—	—
		#170	—	—	—	—	—	—	—	0	—	—

【0166】 表 6

表 6

			實施例 13		實施例 14	
			分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	89	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	100	—	87	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	105	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	81	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	92	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -OCDD	83	—	75	—
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	96	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	89	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	95	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	90	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	90	—	87	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	101	—	87	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	93	—	89	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	77	—	84	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	88	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -OCDF	106	—	84	—
	非鄰位 PCBs	#81	84	0	85	0
		#77	90	0	81	0
		#126	82	0	90	0
		#169	98	0	97	0
	單鄰位 PCBs	#123	7	97	3	110
		#118	8	99	4	119
		#105	8	87	5	106
		#114	3	93	1	102
		#167	6	107	3	94
		#156	5	91	3	106
		#157	6	91	3	93
		#189	4	93	2	110
	非DL-PCBs EU食品規範對象	#28	—	107	—	113
		#52	—	96	—	93
		#101	—	97	—	107
		#138	—	88	—	88
		#153	—	96	—	104
		#180	—	106	—	93
		#170	—	100	—	117

【0167】 表 7

表 7

			實施例 15		實施例 16		比較例 6	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	81	—	80	—	76	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	85	—	92	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	96	—	85	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	92	—	77	—	83	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	84	—	78	—	81	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	93	—	89	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -OCDD	79	—	76	—	83	—
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	91	—	91	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	88	—	92	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	94	—	86	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	89	—	84	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	89	—	81	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	83	—	74	—	81	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	94	—	85	—	92	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	91	—	88	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	90	—	91	—	83	—
		¹³ C ₁₂ -OCDF	85	—	78	—	84	—
	非鄰位 PCBs	#81	88	0	12	—	84	0
		#77	87	0	31	—	91	0
		#126	90	0	24	—	84	0
		#169	90	0	46	—	89	0
	單鄰位 PCBs	#123	3	99	0	—	90	0
		#118	4	101	0	—	87	0
		#105	6	88	0	—	83	0
		#114	1	90	0	—	86	0
		#167	2	96	0	—	88	0
		#156	2	86	0	—	86	0
		#157	3	90	0	—	87	1
		#189	2	94	0	—	86	0
	非DL-PCBs EU食品規範對象	#28	—	119	—	—	—	5
		#52	—	101	—	—	—	90
		#101	—	89	—	—	—	73
		#138	—	94	—	—	—	71
		#153	—	90	—	—	—	84
		#180	—	87	—	—	—	89
		#170	—	89	—	—	—	86

【0168】 實施例 1 至 15 中所使用之戴奧辛類溶液中，其所含有之各戴奧辛類是以歐盟(EU)的食品規範基準(COMMISSION REGULATION (EU) No 330640

第 45 頁，共 53 頁(發明說明書)

709/2014)之 60 至 120%的範圍來回收，可得知已被高精準度地區分為含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs。此外，戴奧辛類溶液為來自食品者(食品試樣溶液 A、B)之實施例 13、14 中，其成為 EU 的食品規範對象之非 DL-PCBs 的回收率亦高。

【0169】於實施例 16 中，第 2 分析用試樣之非 DL-PCBs 的回收率存在有缺失，此可考量為戴奧辛類溶液為含有環境試樣(飛灰)中的夾雜成分之溶液(環境試樣溶液 A)，該夾雜成分尤其受到芳香族烴化合物的影響之故。相對於此，實施例 8 至 12 雖然與實施例 16 同樣地從含有環境試樣中的夾雜成分之戴奧辛類溶液(環境試樣溶液 A 至 D 及模擬環境試樣溶液)來調製第 1 分析用試樣及第 2 分析用試樣，但由於處理層中所使用之經石墨混合之活性矽酸鎂是在混合矽酸鎂與石墨後進行加熱處理，所以第 2 分析用試樣中之非 DL-PCBs 的回收率高，且含有非鄰位 PCBs、PCDDs 及 PCDFs 之戴奧辛群與單鄰位 PCBs 之區分精準度高。

【0170】比較例 7 至 11

於實施例 1 至 16 及比較例 1 至 6 中所使用之第 1 圖所示之戴奧辛類之分析用試樣的調製裝置中，如表 8 所示般將區分層的處理層部分變更為由上層與下層所構成之雙層的積層體。此外，對於比較例 11 係不設置氧化鋁層。

【0171】 表 8

表 8

	處理層							氧化鋁層		載與辛類溶液
	上層		下層			上層(A)與下層(B)之體積比(A : B)	填充劑	填充量(g)	填充高度(mm)	
填充劑	填充量(g)	下層	填充量(g)	上層(A)與下層(B)之體積比(A : B)	填充劑	填充量(g)	填充高度(mm)	載與辛類溶液		
比較例 7	含活性炭二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 0.018 重量%	含石墨二氧 化矽凝膠	石墨含量： 12.5 重量%	1 : 5	氧化鋁	0.755	32.5	食品試樣溶液 A	
比較例 8	含活性炭二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 0.018 重量%	含石墨二氧 化矽凝膠	石墨含量： 12.5 重量%	1 : 5	氧化鋁	0.755	32.5	食品試樣溶液 B	
比較例 9	含活性炭二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 0.018 重量%	含石墨二氧 化矽凝膠	石墨含量： 12.5 重量%	1 : 5	氧化鋁	0.755	32.5	環境試樣溶液 D	
比較例 10	含活性炭二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 0.018 重量%	含石墨二氧 化矽凝膠	石墨含量： 12.5 重量%	1 : 5	氧化鋁	0.755	32.5	模擬環境試樣溶液	
比較例 11	含活性炭二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 0.13 重量%	含活性碳二 氧化矽凝膠	活性碳含量： 3 重量%	1 : 5	-	-	-	標準溶液	

【0172】 使用如上述般地變更之調製裝置並與實施例 1 至 16 及比較例 1 至 6 同樣地執行戴奧辛類之分析用試樣的調製操作。然後分別藉由 HRGC/HRMS 法個別地對所得到之第 1 分析用試樣及第 2 分析用試樣進行定量分析，並算出戴奧辛類及非 DL-PCBs 的回收率。結果如表 9 所示。於表 9 中，「—」表示未算出回收率。

【0173】 表 9

表 9

			比較例 7		比較例 8		比較例 9		比較例 10		比較例 11	
			分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣		分析用試樣	
			第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1	第 2	第 1
回收率 (%)	PCDDs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDD	93	—	94	—	43	—	94	—	85	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD	97	—	96	—	53	—	99	—	94	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD	100	—	92	—	43	—	101	—	84	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD	101	—	103	—	42	—	100	—	86	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD	101	—	102	—	56	—	101	—	80	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	100	—	101	—	50	—	111	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -OCDD	110	—	96	—	71	—	93	—	93	—
	PCDFs	¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TeCDF	87	—	87	—	65	—	94	—	96	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	90	—	83	—	59	—	99	—	96	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF	88	—	87	—	63	—	96	—	97	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF	89	—	91	—	42	—	97	—	87	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF	92	—	90	—	36	—	90	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	88	—	87	—	55	—	104	—	80	—
		¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF	91	—	84	—	57	—	105	—	88	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	95	—	92	—	39	—	96	—	93	—
		¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	93	—	89	—	48	—	107	—	92	—
		¹³ C ₁₂ -OCDF	91	—	95	—	54	—	103	—	90	—
	非鄰位 PCBs	#81	81	—	73	—	11	0	14	—	87	—
		#77	80	—	75	—	23	0	37	—	94	—
		#126	91	—	102	—	14	0	33	—	89	—
		#169	94	—	81	—	9	0	30	—	94	—
	單鄰位 PCBs	#123	10	—	4	—	—	75	—	—	86	—
		#118	11	—	5	—	—	79	—	—	88	—
		#105	11	—	7	—	—	82	—	—	87	—
		#114	5	—	2	—	—	81	—	—	87	—
		#167	12	—	6	—	—	86	—	—	94	—
		#156	9	—	5	—	—	54	—	—	89	—
		#157	11	—	7	—	—	81	—	—	90	—
		#189	10	—	5	—	—	91	—	—	89	—
	非DL-PCBs EU 食品規範對象	#28	—	—	—	—	—	66	—	—	—	—
		#52	—	—	—	—	—	67	—	—	—	—
		#101	—	—	—	—	—	55	—	—	—	—
		#138	—	—	—	—	—	80	—	—	—	—
		#153	—	—	—	—	—	38	—	—	—	—
		#180	—	—	—	—	—	50	—	—	—	—
		#170	—	—	—	—	—	0	—	—	—	—

【0174】 根據表 9，可得知處理層為相同之比較例 7 至 10 的區分器具在戴奧辛類溶液為食品試樣溶液之情形可高精準度地區分戴奧辛類，相對於此，在戴

奧辛類溶液為含有芳香族烴化合物作為夾雜成分之環境試樣溶液之情形，處理層中之非鄰位 PCBs 的捕集率降低，其結果使戴奧辛類的區分精準度降低。

【符號說明】

【0175】

100：調製裝置

200：區分器具

210：管體

211、212：開口

213：大徑部

214：小徑部

215：第 1 分岐路徑

216：第 2 分岐路徑

217：頸部

220：精製層

221：硝酸銀二氧化矽凝膠層

222：硫酸二氧化矽凝膠層

223：第 1 活性二氧化矽凝膠層

224：第 2 活性二氧化矽凝膠層

230：區分層

240：處理層

250：氧化鋁層

260：第 1 部位

270：第 2 部位

300：加熱裝置

400：溶劑供給裝置

410：第 1 溶劑容器

420：第 1 溶劑供給路徑

421：第 1 泵

422：第 1 閥

423：空氣導入閥

424：空氣導入路徑

500：溶劑流出路徑

510：流路

520：第 2 閥

531：排棄路徑

541：第 2 溶劑供給路徑

542：第 2 泵

543：第 2 溶劑容器

551：流路

552：第 2 閥

553：排棄路徑

554：回收路徑

555：供給路徑

556：回收容器

557：透氣管

558：第 2 泵

559：第 2 溶劑容器

600：第 1 萃取路徑

610：第 1 回收路徑

620：第 1 回收容器

630：第 1 透氣路徑

631：第 3 閥

632：開放路徑

633：壓縮機

634：空氣供給路徑

651：溶劑路徑

652：第 3 閥

653：空氣供給路徑

654：壓縮機

655：回收路徑

656：供給路徑

657：回收容器

658：透氣管

659：第 3 泵

660：第 3 溶劑容器

700：第 2 萃取路徑

710：第 2 回收路徑

720：第 2 回收容器

730：第 2 透氣路徑

731：第 4 閥

740：溶劑路徑

741：第 4 閥

742：溶劑回收路徑

743：第 3 溶劑供給路徑

744：第 2 回收容器

745：透氣管

746：第 3 溶劑容器

747：第 3 泵

800、810：連結具

【發明申請專利範圍】

【第1項】 一種戴奧辛類的區分方法，係包含：使戴奧辛類的脂肪族烴溶劑溶液通過處理層之步驟，該處理層係使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑。

【第2項】 如申請專利範圍第 1 項所述之戴奧辛類的區分方法，其中前述吸附劑更含有與前述活性矽酸鎂混合之石墨。

【第3項】 如申請專利範圍第 2 項所述之戴奧辛類的區分方法，其中前述吸附劑中之前述石墨的含量為 25 重量%以下。

【第4項】 如申請專利範圍第 2 或 3 項所述之戴奧辛類的區分方法，其中前述活性矽酸鎂為藉由在 650℃ 以下對矽酸鎂與石墨之混合物進行加熱處理而調製者。

【第5項】 如申請專利範圍第 1 至 4 項中任一項所述之戴奧辛類的區分方法，其係使通過前述處理層後之前述脂肪族烴溶劑溶液進一步通過氧化鋁層。

【第6項】 如申請專利範圍第 5 項所述之戴奧辛類的區分方法，更包含：
將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由前述脂肪族烴溶劑溶液所通過之前述處理層，並確認取得通過前述處理層後之該溶劑之步驟，以及

將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由前述脂肪族烴溶劑溶液所通過之前述氧化鋁層，並確認取得通過前述氧化鋁層後之該溶劑之步驟。

【第7項】 一種戴奧辛類的區分器具，其係用以區分戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類，該區分器具係具備：

兩端呈開放之管體，以及

填充於前述管體內之使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑的處理層。

【第8項】如申請專利範圍第 7 項所述之戴奧辛類的區分器具，其中前述吸附劑更含有與前述活性矽酸鎂混合之石墨。

【第9項】如申請專利範圍第 8 項所述之戴奧辛類的區分器具，其中前述吸附劑中之前述石墨的含量為 25 重量%以下。

【第10項】如申請專利範圍第 7 至 9 項中任一項所述之戴奧辛類的區分器具，其更含有填充於前述管體內之氧化鋁層。

【第11項】一種戴奧辛類之分析用試樣的調製方法，該分析用試樣為用以分析戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類之試樣，該調製方法係包含：

將前述戴奧辛類溶液添加於含有硝酸銀二氧化矽凝膠層與硫酸二氧化矽凝膠層之精製層之步驟，

將脂肪族烴溶劑供給至添加有前述戴奧辛類溶液之前述精製層之步驟，

使通過前述精製層後之前述脂肪族烴溶劑通過處理層之步驟，該處理層係使用了含有活性矽酸鎂之吸附劑，

使通過前述處理層後之前述脂肪族烴溶劑通過氧化鋁層之步驟，

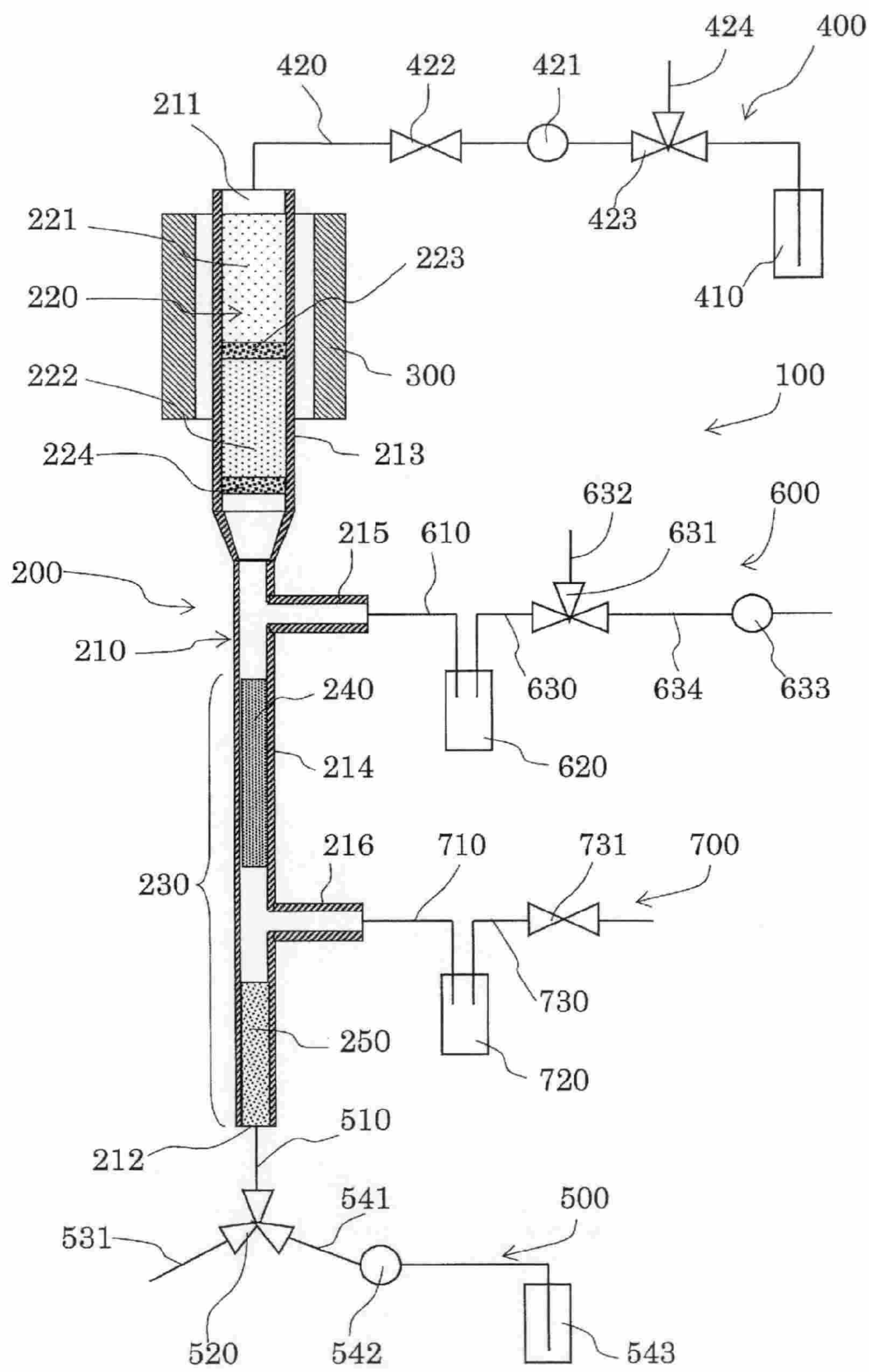
將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由前述脂肪族烴溶劑所通過之前述氧化鋁層，並確認取得通過前述氧化鋁層後之該溶劑作為第 1 分析用試樣之步驟，以及

將可溶解戴奧辛類之溶劑供給至已由前述脂肪族烴溶劑所通過之前述處理層，並確認取得通過前述處理層後之該溶劑作為第 2 分析用試樣之步驟。

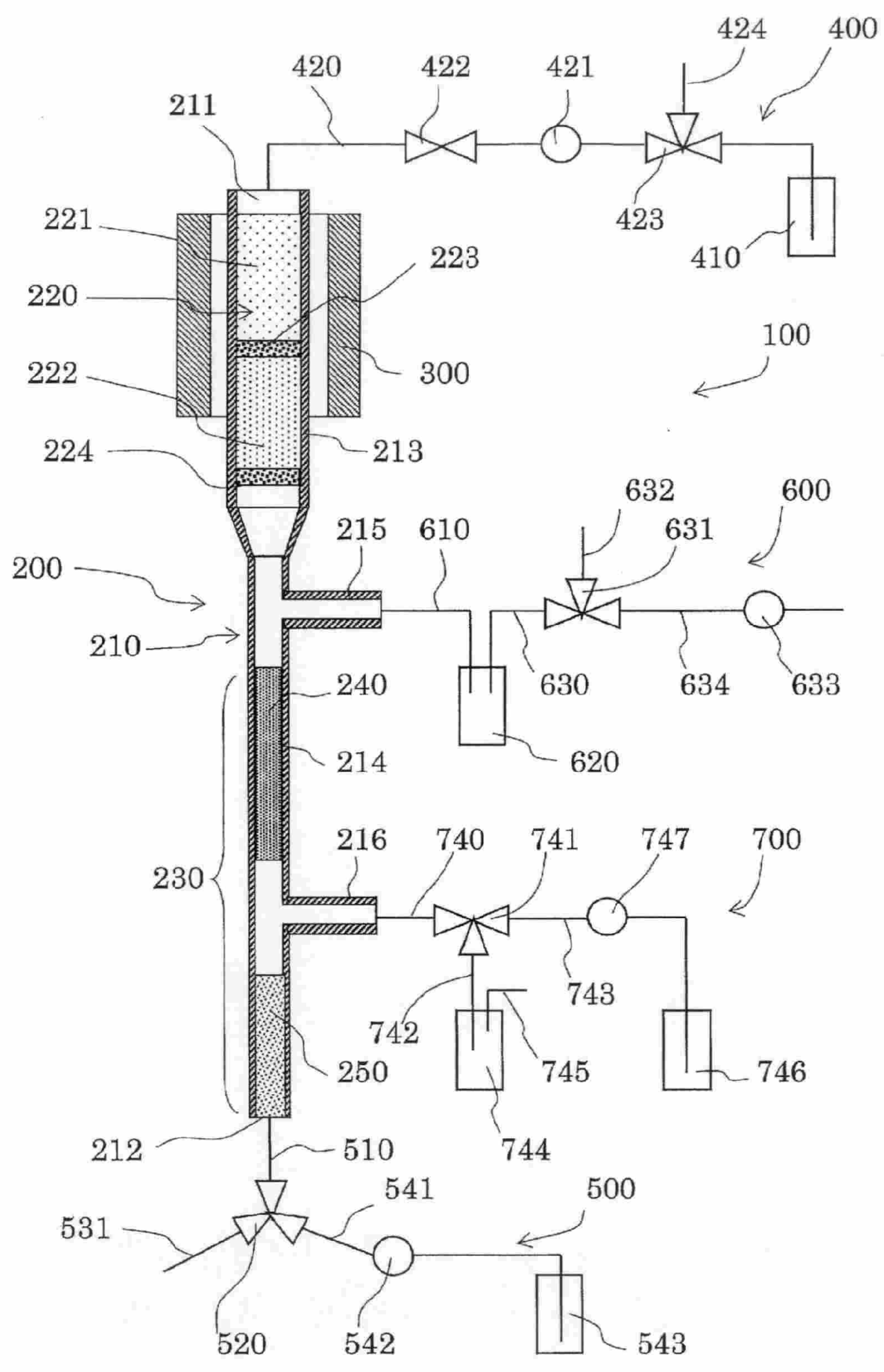
【第12項】一種戴奧辛類的分析方法，其為戴奧辛類溶液所含有之戴奧辛類的分析方法，該分析方法係包含：

藉由氣相層析法或生物檢定法，個別地分析藉由如申請專利範圍第 11 項所述之戴奧辛類之分析用試樣的調製方法所調製之第 1 分析用試樣與第 2 分析用試樣之步驟。

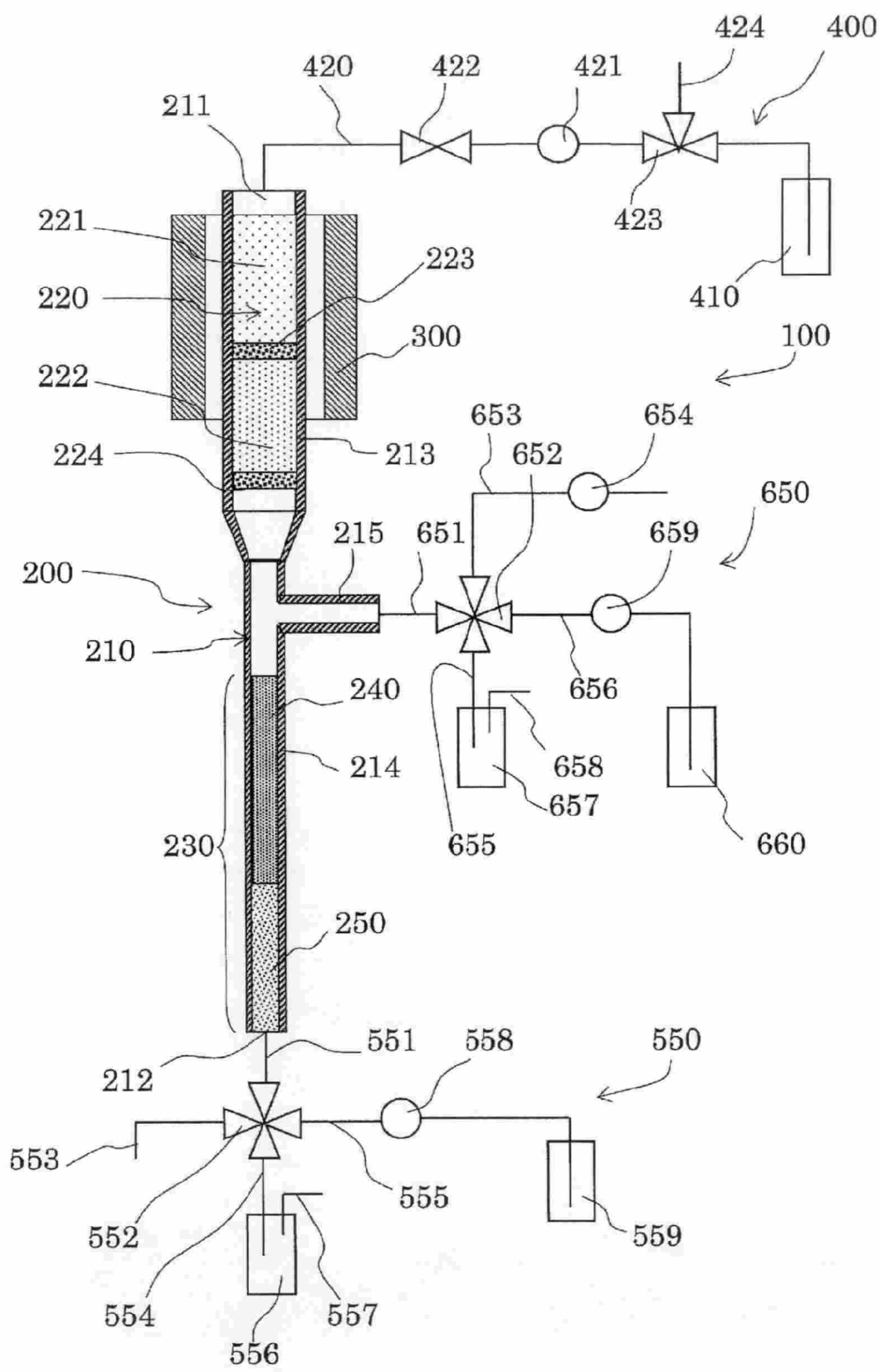
【發明圖式】



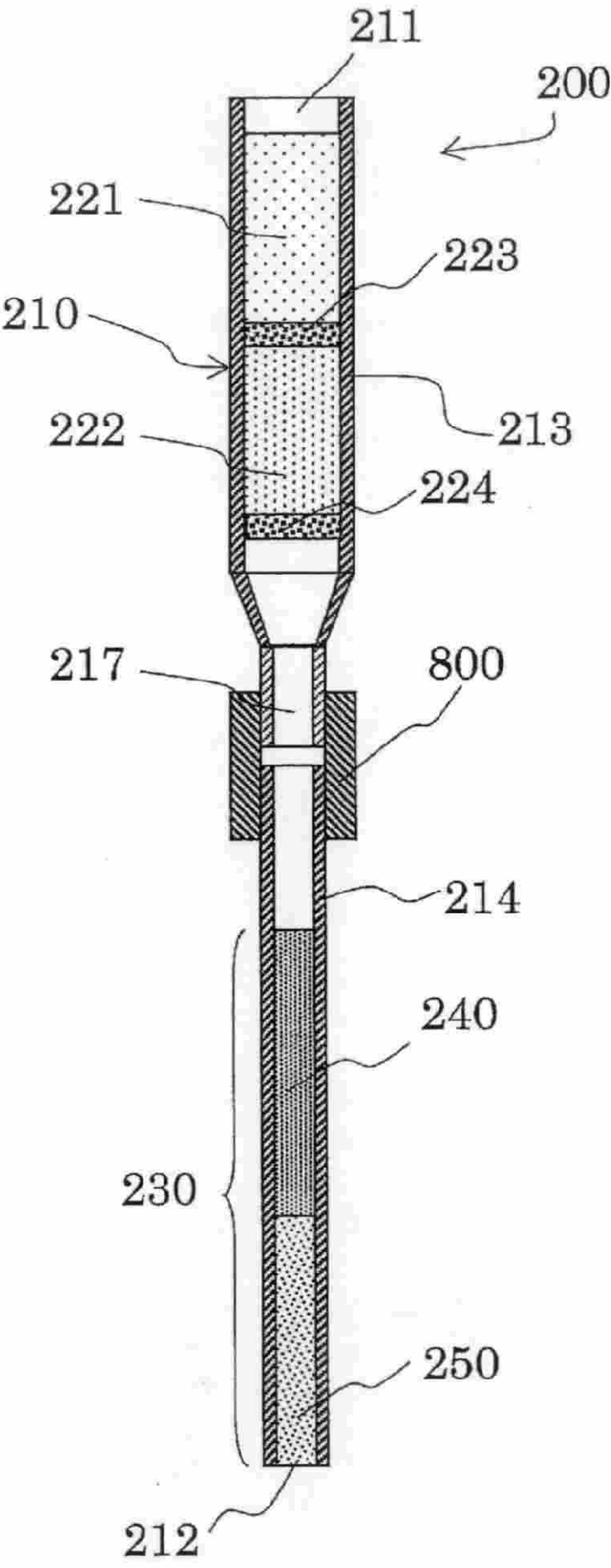
【第1圖】



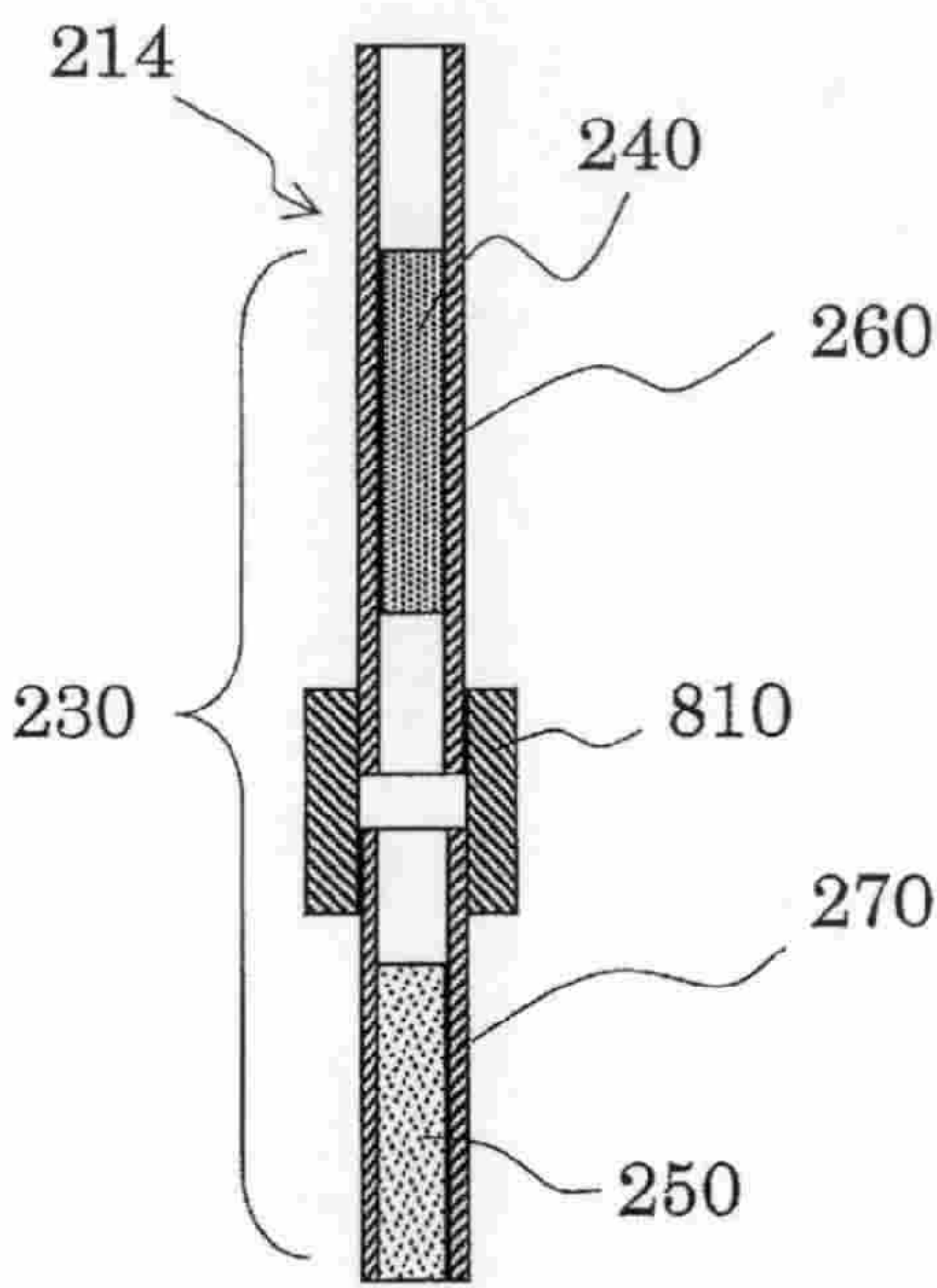
【第2圖】



【第3圖】



【第4圖】



【第5圖】