

毒性化學物質中有機化合物檢測方法－氣相層析質譜儀法

中華民國 102 年 11 月 28 日環署檢字第 1020102725 號公告

自中華民國 103 年 3 月 15 日生效

NIEA T706.23B

一、方法概要

本方法經「毒性化學物質中有機化合物檢測方法－樣品製備法（NIEA T704）」製備後的樣品溶液（註 1），以氣相層析儀/質譜偵測器（GC/MS）檢測有機化合物成分。

二、適用範圍

本方法適用於毒性化學物質及毒性有害事業廢棄物樣品中所含有機化合物之檢測。適用之有機化合物參見表一。其他未在表列中的毒性化學物質經驗證，亦可適用本方法。

三、干擾

- （一）玻璃器皿所含之雜質，可能污染並干擾分析結果（註 2）。
- （二）處理分析數據時，必須對空白樣品、真實樣品及重複樣品分析所得之原始數據仔細評估，確認樣品在前處理過程中，並未遭到污染，若發現可能有污染的情況，必須採取修正措施以解決污染的問題。
- （三）為確保試藥或溶劑之適用性，使用殘量分析級或高純度的試劑及溶劑可將干擾程度減至最小，必要時應使用蒸餾及再結晶等方法純化之。
- （四）樣品中之干擾物隨來源之不同而異。若被溶解或稀釋後的樣品，因干擾而無法分析時，樣品溶液需先進行淨化。可參考「矽酸鎂淨化法 NIEA M182」或其他公告方法淨化之。
- （五）當低濃度樣品緊接在高濃度樣品之後分析時，可能會有殘留污染的現象發生，因此在高濃度樣品分析完成時，注射針筒必須以溶劑清洗乾淨，並以此注射針筒注入分析一溶劑空白，確認無殘留污染的情況。

四、設備及材料

- (一) 氦氣 (He)：高純度氦氣體 (He)，純度為 99.999 % 以上，並需使用去水及去氧裝置淨化。
- (二) 氣相層析儀/質譜偵測器 (GC/MS) 系統
 - 1. 氣相層析儀：具升溫程式系統及進樣分流裝置
 - 2. 層析管柱 (建議參考管柱)：
 - DB-5 MS，30 m (長) × 0.25 mm (內徑)，膜厚度 1 μm 的毛細管柱或同級品。
 - DB-17 HT 30 m (長) × 0.25 mm (內徑)，膜厚 0.15 μm 的毛細管柱或同級品。
 - 3. 質譜儀：具每秒掃描 35 至 450 amu 及使用 70 電子伏特能量撞擊的質譜偵測器，且注射 5 至 50 ng DFTPP，可產生符合表二規範的質譜圖。
 - 4. 數據處理：應有檢測數據處理及定量的軟體，並附有 NIST 的圖譜資料庫或類似資料庫以為比對。
- (三) 微量注射針：5 μL，10 μL。
- (四) 量瓶：A 級，適當大小並具磨砂口瓶塞。
- (五) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。

五、試劑

- (一) 儲備標準溶液：分別秤取約 50 mg (精確秤至 0.1 mg) 高純度標準品 (需具有濃度確認報告書)，置於 10 mL 之量瓶，分別以適當溶劑溶解後，稀釋至刻度，其濃度約為 5000 mg/L，或使用經濃度確認之標準溶液。
- (二) 內標準溶液：購買或配製內標準溶液 (選用表三或其他內標準)，其濃度約在 2,000 至 4,000 mg/L 之間。在標準品、真實樣品、空白樣品及品管樣品的製備溶液中，添加適量的內標準品，使內標準品的注入量約為 40 ng，當使用不分流注射模式時，可降低及調整適當注入量。
- (三) 質譜儀校正標準溶液：配製 5 至 50 mg/L 的 decafluorotriphenyl phosphine (DFTPP) 溶液，使用較靈敏儀器則可降低濃度。

- (四) 上述所有以有機溶劑配製之標準溶液，均應保存於附鐵氟龍墊片螺旋蓋棕色瓶中，儲存於約 -10°C 以下保存。
- (五) 檢量線標準溶液：以儲備標準溶液，混合置於量瓶中，以適當溶劑配製至少 5 種不同濃度之標準溶液，並添加適量內標準品（各待測化合物對應之內標準品可參考如表三）；本方法建議檢量線濃度範圍為注入量 10 至 250 ng 之間。

六、採樣及保存

參照「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法（NIEA T704）」。

七、步驟

- (一) 建議層析質譜儀條件如下：

烘箱升溫程式：35°C 維持 4 分鐘，再以每分鐘 15°C 升溫至 310°C 維持 10 分鐘。

注入口溫度：280°C

傳輸管溫度：300°C

氣體及流速：高純度氮氣，每分鐘 1 mL

分流比率：1 比 10

分流時間：以注射 0.6 分鐘後開始分流

進樣量：以自動進樣器抽取 1 µL 樣品分析。

離子化方式：70 eV 電子撞擊法。

掃描速率：> 1 次/秒

- (二) 績效測試及建立檢量線

1. DFTPP 績效測試：以氣相層析質譜儀進行分析前，應先分析 50 ng 或更小量之 DFTPP，確定其質譜能符合表二之要求。
2. 配製至少 5 種不同濃度之檢量線標準溶液，注入氣相層析質譜儀，分析完成後，依照表四所列之化合物之定量離子，對應其對應內標準品，以下列公式計算各化合物在五種不同濃度中的感應因子（Response factor, RF）。

$$RF = \frac{A_x \times C_{is}}{A_{is} \times C_x}$$

其中 A_x ：化合物定量離子尖峰面積

A_{is} ：對應之內標準品定量離子尖峰面積

C_x ：化合物在測定樣品溶液中的濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

C_{is} ：內標準品在測定樣品溶液中的濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

由上述求得之 RF 再算出每一化合物的平均感應因子 ($\overline{RF}$)、RF 值標準偏差 (SD) 及相對標準偏差 (RSD%)，其計算如下：

$$\overline{RF} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RF_i - \overline{RF})^2}{n-1}}$$

$$RSD\% = \frac{SD}{\overline{RF}} \times 100\%$$

RSD% 必須 $\leq 20\%$ ，才能視為一有效檢量線。或採用線性迴歸校正法，其線性相關係數 (r) 應大於或等於 0.995。如果無法達到上述需求，則應檢查氣相層析質譜儀，找出問題來源，作適當修正後，重新建立檢量線，直到符合要求為止。

3. 檢量線製備完成，須以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準溶液或另行配製之標準溶液進行確認，其分析結果相對誤差值應在 $\pm 20\%$ 以內。

(三) 檢量線查核

將檢量線中間濃度標準品注入氣相層析質譜儀，以上述方法計算待測化合物的感應因子 (RF)，再以下列公式計算其相對誤差值 (D%)。

$$D\% = \frac{RF - \overline{RF}}{\overline{RF}} \times 100\%$$

其中 $\overline{RF}$ 為化合物在檢量線建立時的平均感應因子

RF 為化合物在查核分析時的感應因子

將待測物視為檢量線查核化合物，其相對誤差均小於 20%，則認為分析系統良好且檢量線仍然適用。在分析過程中，至少每隔 12 小時須重複此查核步驟。

(四) 樣品分析 (註 3)

1. 量取依「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法 (NIEA T704)」製備後的樣品溶液，加入適量內標準溶液，使樣品和檢量線標準品中內標準品濃度相同。
2. 使用與檢量線建立時，相同的儀器條件來分析樣品。建議由大稀釋倍數樣品先分析。
3. 以上述的方法來定性及計算待測物的濃度，如果樣品製備溶液中待測物濃度超出檢量線範圍，則必須將樣品稀釋，通常樣品中待測物之濃度應於檢量線最高濃度之 20% 至 80% 間之濃度為適當。
4. 若樣品中含干擾物，致使化合物無法以原設定之定量離子定量時，應以其他較強且不受干擾之次要離子重新計算其感應因子，再加以定量；若樣品所含物質嚴重干擾分析，造成待測物無法定性與定量時，則樣品需經適當淨化步驟以去除干擾物，再重新分析。

八、結果處理

(一) 定性分析

樣品中待測物的認定可經由比較其相對滯留時間和質譜後確認。標準質譜應該以使用者的質譜儀掃描而得，或是從檢量線標準品的分析取得，以作為樣品定性的依據。樣品中待測物確認方式參考如下：

1. 待測物與標準品的相對滯留時間 (Relative retention time, RRT) 的差異必須在 ± 0.06 RRT 以內，滯留時間則應以 12 小時內和樣品分析同一批次的檢量線查核分析為基準來比較。若樣品中有干擾物質存在，以致無法由總離子層析圖中得到待測物正確的滯留時間時，必須以待測物質中較為特殊的質量數，作一離子層析圖譜，並由其中得出該待測物的滯留時間。相對滯留

時間的計算方式如下：

$$RRT = \frac{RT_x}{RT_{is}}$$

其中 RT_x :待測物滯留時間

RT_{is} :相對應內標準品滯留時間

- 2.待測物在標準質譜中相對強度大於 10% 的離子存在於樣品的質譜。
- 3.表四中各特性離子的相對強度，其與參考質譜之相對強度建議應符合表五規範。參考質譜可取自此氣相層析質譜所分析之標準品或參考資料庫。
4. 樣品中待測物以添加標準品方式進行定性確認。

(二) 定量分析

- 1.當待測物定性確認後，該化合物必須根據其定量離子層析圖，以內標準品校正法進行定量（註4）。
- 2.計算樣品中每一個待測物濃度如下：

$$C\%(w/w) = \frac{A_s \times C_{is} \times V \times D_f}{A_{is} \times \overline{RF} \times W \times 10^6} \times 100\%$$

其中 A_s = 待測物之定量離子尖峰面積

C_{is} = 注入內標準品濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

V = 樣品定容體積 (mL)

D_f = 稀釋倍數

A_{is} = 內標準品的定量離子尖峰面積

$\overline{RF}$ = 待測物的平均感應因子

W = 樣品取樣量 (g)

九、品質管制

- (一) 每批樣品分析時，須同時進行一空白樣品分析，以確認待測物未遭受其他污染物干擾，其值應小於檢量線最低濃度 1/10。
- (二) 使用氣相層析質譜儀分析時，應先注入 50 ng 或更小量之 DFTPP，確定其質譜能符合表二之要求，若不符合要求，則須

重新調整儀器狀態，至符合為止。此一分析應每 12 小時執行乙次。

- (三) 檢量線至少包含 5 個不同濃度標準液，感應因子之相對標準偏差 (RSD%) 應小於或等於 20%。或線性相關係數 (r) 應大於或等於 0.995。
- (四) 每 12 小時，必須以中間濃度標準溶液查核檢量線，若其相對誤差值在 $\pm 20\%$ 以內，則可使用原檢量線分析，若超過 $\pm 20\%$ ，則應重新製備檢量線。
- (五) 每批樣品（至多 20 個樣品）分析時，必須執行一個空白樣品分析，一個重複樣品分析。

十、精密度與準確度

表六為單一實驗室，以 27 種不同濃度毒性化學物質樣品，測試所得的準確性及精密度。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，研訂毒性化學物質中有機物質前處理方法及有機物質檢測方法，EPA-95-1401-02-02，中華民國 95 年。
- (二) 行政院環境保護署，研訂毒性化學物質中有機物質前處理方法及有機物質檢測方法（第二年），EPA-96-1401-02-01，中華民國 96 年。
- (三) 行政院環境保護署，特殊性毒性化學物質中及環境用藥禁止含有之成分檢測技術建立，EPA-100-1604-02-02，中華民國 101 年。
- (四) 行政院環境保護署，事業廢棄物檢測方法總則 NIEA R101.02C，中華民國 92 年。
- (五) U.S. EPA, Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS): Capillary Column Technique, Method 8270D, 2007.

註1：本方法所稱之『毒性化學物質』或『毒性有害事業廢棄物』，係環保法規所定義之專有名詞。

註2：玻璃器皿清洗程序參考如下：玻璃器皿使用完畢後，先以溶劑淋洗，再以清潔劑清洗，接續以水沖洗後，再以試劑水或有機溶劑淋洗。玻璃器皿晾乾或烘乾（僅限於非定容器皿）後，適當貯放，避免污染。

註3：本方法所產生之廢液均為有機溶劑，請依各實驗室之規定處理。

註4：本方法必要時可選擇外標準法定量待測物濃度，其各項品質管制規範均以內標準法一致。

表一、方法適用之有機化合物

毒性化學物質 列管編號	CAS No	中文名稱	英文名稱	適用管柱 (參考)
001-01	1336-36-3	多氯聯苯	Polychlorinated biphenyls	DB5-MS
002-01	57-74-9	可氯丹	Chlordane	DB5-MS
004-01	60-57-1	地特靈	Dieldrin	DB5-MS
005-01	50-29-3	滴滴涕	4,4-Dichlorodiphenyltrichloro- -ethane (DDT)	DB5-MS
006-01	8001-35-2	毒殺芬	Toxaphene	DB5-MS
007-01	87-86-5	五氯酚	Pentachlorophenol	DB5-MS
010-01	72-20-8	安特靈	Endrin	DB5-MS
011-01	76-44-8	飛佈達	Heptachlor	DB5-MS
012-01	319-84-6	蟲必死	Hexachlorocyclohexane	DB5-MS
013-01	309-00-2	阿特靈	Aldrin	DB5-MS
014-01	96-12-8	二溴氯丙烷	1,2-Dibromo-3-Chloropropane (DBCP)	DB5-MS
015-01	21609-90-5	福賜松	Leptophos	DB5-MS
016-01	510-15-6	克氯苯	Chlorobenzilate	DB5-MS
017-01	1836-75-5	護谷	Nitrophen	DB5-MS
019-01	58-89-9	靈丹	Lindane (γ -BHC, or γ -HCH)	DB5-MS
023-01	82-68-8	五氯硝苯	Pentachloronitrobenzene	DB5-MS
025-01	21725-46-2	氰乃淨	Cyanazine	DB5-MS
026-01	299-84-3	樂乃松	Fenchlorphos	DB5-MS
028-01	133-06-2	蓋普丹	Captan	DB5-MS
029-01	133-07-3	福爾培	Folpet	DB5-MS
033-01	92-93-3	對-硝基聯苯	P-Nitrobiphenyl	DB5-MS
034-01	92-67-1	對-胺基聯苯	P-Aminobiphenyl	DB5-MS
035-01	91-59-8	2-萘胺	2-Naphthylamine	DB5-MS
036-01	92-87-5	聯苯胺	Benzidine	DB5-MS
038-01	62-53-3	苯胺	Aniline	DB5-MS
039-01	95-53-4	鄰-甲苯胺	o-Aminotoluene	DB5-MS
039-02	108-44-1	間-甲苯胺	m-Aminotoluene	DB5-MS

毒性化學物質 列管編號	CAS No	中文名稱	英文名稱	適用管柱 (參考)
039-03	106-49-0	對-甲苯胺	p-Aminotoluene	DB5-MS
040-01	134-32-7	1-萘胺	1-Naphthylamine	DB5-MS
041-01	119-90-4	二甲氧基聯苯胺	3,3'-Dimethoxybenzidine	DB5-MS
042-01	91-94-1	二氯聯苯胺	3,3'-Dichlorobenzidine	DB5-MS
043-01	119-93-7	鄰-二甲基聯苯胺	3,3'-Dimethyl-[1,1'-biphenyl]-4,4'-di amine	DB5-MS
044-01	98-07-7	三氯甲苯	Trichloromethyl benzene	DB5-MS
050-01	79-06-1	丙烯醯胺	Acrylamide	DB5-MS
056-01	88-06-2	2,4,6-三氯酚	2,4,6-Trichlorophenol	DB5-MS
056-02	95-95-4	2,4,5-三氯酚	2,4,5-Trichlorophenol	DB5-MS
058-01	118-74-1	六氯苯	Hexachlorobenzene	DB5-MS
060-01	106-93-4	二溴乙烷(二溴乙烯)	Ethylene dibromide	DB5-MS
067-01	101-14-4	4,4'-亞甲雙(2-氯苯胺)	4,4'-Methylenebis (2-chloroaniline)	DB5-MS
068-01	117-81-7	鄰苯二甲酸二(2-乙基 己基)酯	Di (2-ethylhexyl) phthalate	DB5-MS
068-02	117-84-0	鄰苯二甲酸二辛酯	Di-n-octyl phthalate	DB5-MS
069-01	541-73-1	1,3-二氯苯	1,3-Dichlorobenzene	DB5-MS
069-02	95-50-1	鄰-二氯苯	o-Dichlorobenzene (1,2-Dichloro benzene)	DB5-MS
070-01	120-82-1	1,2,4-三氯苯	1,2,4-Trichlorobenzene	DB5-MS
071-01	110-80-5	乙二醇乙醚	2-Ethoxyethanol (Ethylene glycol monoethyl ether)	DB5-MS
073-01	85-44-9	鄰苯二甲酐	Phthalic anhydride	DB5-MS
074-01	584-84-9	2,4-二異氰酸甲苯	Toluene-2,4-diisocyanate	DB5-MS
075-01	107-06-2	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane (Ethylene dichloride)	DB5-MS

毒性化學物質 列管編號	CAS No	中文名稱	英文名稱	適用管柱 (參考)
076-01	79-34-5	1,1,2,2-四氯乙烷	1,1,2,2-Tetrachloroethane	DB5-MS
080-01	131-11-3	鄰苯二甲酸二甲酯	Dimethyl phthalate	DB5-MS
080-02	84-74-2	鄰苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	DB5-MS
081-01	98-82-8	異丙苯	Cumene	DB5-MS
082-01	110-82-7	環己烷	Cyclohexane	DB5-MS
083-01	79-11-8	氯乙酸 ^{註1}	Chloroacetic acid	DB17-HT
084-01	541-41-3	氯甲酸乙酯	Ethyl chloroformate	DB5-MS
085-01	51-28-5	2,4-二硝基酚	2,4-Dinitrophenol	DB5-MS
086-01	77-78-1	硫酸二甲酯	Dimethyl sulfate	DB5-MS
088-01	108-60-1	二氯異丙醚	Bis (2-chloro-1-methylethyl) ether	DB5-MS
090-01	108-90-7	氯苯	Chlorobenzene	DB5-MS
092-01	132-64-9	二苯駢呋喃	Dibenzofuran	DB5-MS
096-01	57-57-8	β-丙內酯	β-Propiolactone	DB17-HT
097-01	110-86-1	吡啶 ^{註1}	Pyridine	DB5-MS
098-01	68-12-2	二甲基甲醯胺	N,N-Dimethyl formamide	DB5-MS
102-01	122-66-7	1,2-二苯基聯胺	1,2-Diphenylhydrazine	DB5-MS
106-01	100-44-7	苯甲氯	Benzyl chloride	DB5-MS
107-01	141-32-2	丙烯酸丁酯	Butyl acrylate	DB5-MS
110-01	115-28-6	六氯內-甲烯基-四氫苯 二甲酸	Chlorendic acid	DB5-MS
112-01	108-39-4	間-甲酚	m-Cresol	DB5-MS
113-01	542-75-6	1,3-二氯丙烯	1,3-Dichloropropene	DB5-MS
114-01	111-42-2	二乙醇胺	Diethanolamine	DB17-HT
115-01	122-39-4	二苯胺	Diphenylamine	DB5-MS
116-01	100-41-4	乙苯	Ethylbenzene	DB5-MS

毒性化學物質 列管編號	CAS No	中文名稱	英文名稱	適用管柱 (參考)
118-01	101-77-9	4,4'-二胺基二苯甲烷	4,4'-Methylenedianiline	DB5-MS
120-01	1120-71-4	1,3-丙烷磺內酯	Propane sultone	DB5-MS
121-01	121-44-8	三乙胺 ^{註 1,2}	Triethylamine	DB17-HT
122-01	532-27-4	α-苯氯乙酮 (ω-苯氯乙酮)	α-Chloroacetophenone (ω-Chloroacetophenone)	DB17-HT
123-01	120-12-7	蒽	Anthracene	DB5-MS
125-01	75-25-2	三溴甲烷(溴仿)	Bromoform (Tribromomethane)	DB5-MS
128-01	70-30-4	六氯芬(2,2'-二羥-3,3', 5,5',6,6'-六氯二苯甲 烷)	Hexachlorophene (2,2'-dihydroxy-3,3', 5,5',6,6'-hexachlorodiphenylmetha ne)	DB5-MS
129-01	98-95-3	硝苯	Nitrobenzene	DB5-MS
130-01	2234-13-1	八氯萘	Octachloronaphthalene	DB17-HT
131-01	64-67-5	硫酸乙酯(硫酸二乙 酯)	Ethyl sulfate (Diethyl sulfate)	DB5-MS
132-01	680-31-9	六甲基磷酸三胺	Hexamethylphosphoramide (HMPA)	DB5-MS
134-01	62-75-9	N-亞硝二甲胺 (二甲亞硝胺)	Nitrosodimethylamine (DMNA)	DB17-HT
134-02	55-18-5	N-亞硝二乙胺 (二乙亞硝胺)	Diethylamine; (N-nitroso- (Nitrosamine diethyl))	DB17-HT
137-01	534-52-1	4,6-二硝基-鄰-甲酚	4,6-Dinitro-o-cresol	DB5-MS
139-01	640-19-7	氟乙醯胺	Monofluoroacetamide	DB5-MS
144-01	62-56-6	硫脲	Thiourea (thiocarbamide)	DB17-HT
145-01	95-80-7	2,4-甲苯二胺	<i>m</i> -Toluylenediamine; (<i>m</i> -Tolylene-diamine; Toluene- 2,4-diamine)	DB5-MS
145-02	25376-45-8	甲苯二胺(同分異構物 混合物)	Toluylenediamines(mixed isomers); (Toluene,diamino-)(mixed isomers)	DB5-MS
149-01	67-72-1	六氯乙烷	Hexachloroethane	DB5-MS

毒性化學物質 列管編號	CAS No	中文名稱	英文名稱	適用管柱 (參考)
150-01	87-68-3	六氯-1,3-丁二烯	Hexachloro-1,3-butadiene	DB5-MS
152-01	95-69-2	對-氯-鄰-甲苯胺	<i>p</i> -Chloro-o-toluidine	DB5-MS
153-01	79-44-7	二甲基胺甲鹽氯	Dimethylcarbamyl chloride	DB17-HT
154-01	96-09-3	氧化苯乙烯	Styrene oxide	DB5-MS
155-01	96-18-4	1,2,3-三氯丙烷	1,2,3-Trichloropropane	DB5-MS
161-01	120-83-2	2,4-二氯酚	2,4-Dichlorophenol	DB5-MS
162-01	75-27-4	二氯溴甲烷	Dichlorobromomethane	DB5-MS
166-01	80-05-7	雙酚 A	4,4-isopropylidene diphenol (Bisphenol A)	DB5-MS
167-01	2358-85-5	滅蟻樂	Mirex	DB5-MS
168-01	143-50-0	十氯酮	Chlordecone	DB5-MS
170-01	608-93-5	五氯苯	Pentachlorobenzene	DB5-MS
172-02	959-98-8	α -安殺番	alpha endosulfan	DB5-MS
172-03	33213-65-9	β -安殺番	beta endosulfan	DB5-MS
172-04	1031-07-8	安殺番硫酸鹽	Endosulfan sulfate	DB5-MS

註 1：吡啶與三乙胺於溶劑中易解離為鹼性溶液，氯乙酸於溶劑中易解離為酸性溶液，分析時應特別注意避免儀器之損害。

註 2：三乙胺之滯留時間較溶劑為短，於分析時應特別注意 detector off 及 on 之時間以避免溶劑對儀器 filament 之損害。

註 3：本方法之層析分離管柱可適用於毒性化學物質化合物項目，如有同等分離效果之層析管柱亦可選用。

表二、DFTPP 質量強度要求標準

質量	強度標準
51	質量 198 的 30~60%
68	小於質量 69 的 2%
70	小於質量 69 的 2%
127	質量 198 的 40~60%
197	小於質量 198 的 1%
198	最大尖峰，100%相對強度
199	質量 198 的 5~9%
275	質量 198 的 10~30%
365	大於質量 198 的 1%
441	存在但小於質量 443
442	大於質量 198 的 40%
443	質量 442 的 17~23%

表三、內標準品對應之檢測化合物（參考用）

1,4-dichlorobenzene-d ₄
乙二醇乙醚、二氯溴甲烷、環己烷、吡啶、二甲基甲醯胺、二溴乙烷（二溴乙烯）、氯苯、乙苯、硫酸二甲酯、丙烯醯胺、三溴甲烷（溴仿）、丙烯酸丁酯、二溴氯丙烷、1,1,2,2-四氯乙烷、硫酸乙酯（硫酸二乙酯）、1,2,3-三氯丙烷、異丙苯、苯胺、間-甲酚、1,3-二氯苯、苯甲氯、二氯異丙醚、對-甲苯胺、間-甲苯胺、六氯乙烷、鄰-甲苯胺、氯乙酸、β-丙內酯、三乙胺、N-亞硝二甲胺（二甲亞硝胺）、N-亞硝二乙胺（二乙亞硝胺）、二甲基胺甲醯氯、氧化苯乙烯、氟乙醯胺
naphthalene-d ₈
硝苯、1,3-二氯丙烯、六氯-1,3-丁二烯、三氯甲苯、1,3-丙烷磺內酯、二乙醇胺、2,4-甲苯二胺、甲苯二胺（同分異構物混合物）、α-苯氯乙酮（ω-苯氯乙酮）、對-氯-鄰-甲苯胺
acenaphthene-d ₁₀
2,4-二異氰酸甲苯、2,4,6-三氯酚、2,4,5-三氯酚、鄰苯二甲酸二甲酯、六氯苯、2,4-二硝基酚、二苯駢呋喃、1-萘胺、4,6-二硝基-鄰-甲酚、硫脲、五氯苯、六氯內-甲烯基-四氫苯二甲酸
phenanthrene-d ₁₀
1,2-二苯基聯胺、2-萘胺、五氯酚、五氯硝苯、對-硝基聯苯、蒽、鄰苯二甲酸二辛酯、對-胺基聯苯、多氯聯苯(AC1242)、飛佈達、蟲必死、阿特靈、福賜松、靈丹、氟乃淨、樂乃松、蓋普丹、福爾培、滅蟻樂
chrysene-d ₁₂
對-胺基聯苯、聯苯胺、4,4'-二胺基二苯甲烷、鄰-二甲基聯苯胺、二甲氧基聯苯胺、4,4'-亞甲雙（2-氯苯胺）、二氯聯苯胺、鄰苯二甲酸二（2-乙基己基）酯、鄰苯二甲酸二辛酯、多氯聯苯(AC1254、AC1260)、地特靈、可氯丹、地特靈、滴滴涕、安特靈、克氯苯、護谷、雙酚 A、β-安殺番、十氯酮、α-安殺番、安殺番硫酸鹽
perylene-d ₁₂
六氯芬、八氯萘

註：如有其他適當之內標準品亦可選用。

表四、待測化合物之主要定量離子與次要離子表

毒性化學物質 列管編號	化合物名稱	主要定 量離子	次要 離子 1	次要 離子 2	次要 離子 3
001-01	多氯聯苯 ^{註 1}				
	AC1242	75	74	50	186
	AC1254	394	396	324	326
	AC1260	44	396	394	324
002-01	可氯丹 ^{註 2}	375	373	377	237
004-01	地特靈	79	81	82	77
005-01	滴滴涕	235	237	165	236
006-01	毒殺芬 ^{註 3}	159	231	233	83
007-01	五氯酚	266	268	264	165
010-01	安特靈	81	79	263	67
011-01	飛佈達	100	272	274	270
012-01	蟲必死				
	α -BHC(319-84-6)	183	181	219	217
	β -BHC(319-85-7)	219	181	109	183
	δ -BHC(319-86-8)	109	219	183	181
013-01	阿特靈	66	263	79	91
014-01	二溴氯丙烷	157	75	155	39
015-01	福賜松	171	77	377	375
016-01	克氯苯	251	139	253	111
017-01	護谷	283	50	285	63
019-01	靈丹	181	183	219	217
023-01	五氯硝苯	237	295	249	239
025-01	氟乃淨	68	225	44	43
026-01	樂乃松	285	287	125	109
028-01	蓋普丹	79	149	80	117
029-01	福爾培	260	262	104	76
033-01	對-硝基聯苯	199	152	169	151
034-01	對-胺基聯苯	169	168	170	167
035-01	2-萘胺	143	115	116	144
036-01	聯苯胺	184	185	92	183
038-01	苯胺	93	66	65	39
039-01	鄰-甲苯胺	107	106	77	79

毒性化學物質 列管編號	化合物名稱	主要定 量離子	次要 離子 1	次要 離子 2	次要 離子 3
039-02	間-甲苯胺	106	107	77	79
039-03	對-甲苯胺	106	107	77	79
040-01	1-萘胺	143	115	116	144
041-01	二甲氧基聯苯胺	244	201	229	245
042-01	二氯聯苯胺	252	254	253	126
043-01	鄰-二甲基聯苯胺	212	211	213	196
044-01	三氯甲苯	159	161	89	163
050-01	丙烯醯胺	44	71	55	43
056-01	2,4,6-三氯酚	196	198	200	97
056-02	2,4,5-三氯酚	196	198	97	200
058-01	六氯苯	284	286	282	142
060-01	二溴乙烷（二溴乙 烯）	107	109	81	79
067-01	4,4'-亞甲雙（2-氯苯 胺）	231	266	140	268
068-01	鄰苯二甲酸二（2- 乙基己基）酯	149	167	57	279
068-02	鄰苯二甲酸二辛酯	149	279	43	57
069-01	1,3-二氯苯	146	148	111	75
069-02	鄰-二氯苯	146	148	111	75
070-01	1,2,4-三氯苯	180	182	145	184
071-01	乙二醇乙醚	59	45	72	43
073-01	鄰苯二甲酐	104	76	50	148
074-01	2,4-二異氰酸甲苯	174	145	146	173
076-01	1,1,2,2-四氯乙烷	83	85	95	87
080-01	鄰苯二甲酸二甲酯	163	77	164	76
080-02	鄰苯二甲酸二丁酯	149	150	41	57
081-01	異丙苯	105	120	77	79
082-01	環己烷	56	84	41	55
083-01	氯乙酸	50	52	49	45
084-01	氯甲酸乙酯	63	65	45	44
085-01	2,4-二硝基酚	184	63	53	107
086-01	硫酸二甲酯	95	96	45	66
088-01	二氯異丙醚	45	121	41	77

毒性化學物質 列管編號	化合物名稱	主要定 量離子	次要 離子 1	次要 離子 2	次要 離子 3
090-01	氯苯	112	77	114	51
092-01	二苯駢呋喃	168	139	169	84
096-01	β -丙內酯	42	28	43	15
097-01	吡啶	79	52	51	50
098-01	二甲基甲醯胺	73	44	42	43
102-01	1,2-二苯基聯胺	184	92	77	65
106-01	苯甲氯	91	126	65	128
107-01	丙烯酸丁酯	55	56	73	41
110-01	六氯內-甲烯基-四 氯苯二甲酸	141	106	140	143
112-01	間-甲酚	108	107	79	77
113-01	1,3-二氯丙烯	75	39	77	110
114-01	二乙醇胺	30	74	56	42
115-01	二苯胺	169	168	167	51
116-01	乙苯	91	106	51	65
118-01	4,4'-二胺基二苯甲 烷	198	197	106	182
120-01	1,3-丙烷磺內酯	28	58	29	57
121-01	三乙胺	86	58	30	101
122-01	α -苯氯乙酮 (ω -苯氯乙酮)	105	77	51	106
123-01	蒽	178	179	176	177
125-01	三溴甲烷(溴仿)	173	171	175	91
128-01	六氯芬(2,2'-二羥 -3,3', 5,5',6,6'-六氯 二苯甲烷)	196	198	209	211
129-01	硝苯	77	123	51	50
130-01	八氯萘	404	402	406	332
131-01	硫酸乙酯(硫酸二乙 酯)	45	59	125	139
132-01	六甲基磷酸三胺	44	135	45	42
133-01	N-亞硝-正-甲脲	60	28	44	30
134-01	N-亞硝二甲胺(二甲 亞硝胺)	74	42	43	15

毒性化學物質 列管編號	化合物名稱	主要定 量離子	次要 離子 1	次要 離子 2	次要 離子 3
134-02	N-亞硝二乙胺(二乙 亞硝胺)	102	44	42	29
137-01	4,6-二硝基-鄰-甲酚	198	105	51	121
139-01	氟乙醯胺	44	77	60	
141-01	丙烯亞胺	28	56	57	30
144-01	硫脲	76	42	60	44
145-01	2,4-甲苯二胺	122	121	94	105
145-02	甲苯二胺(同分異構物混合物)				
	2,3-甲苯二胺 (CAS No.2687-25-4)	122	121	104	94
	2,5-甲苯二胺 (CAS No.95-70-5)	122	121	94	106
	2,6-甲苯二胺 (CAS No.823-40-5)	122	121	104	94
	3,4-甲苯二胺 (CAS No.496-72-0)	122	121	94	106
149-01	六氯乙烷	117	119	201	203
150-01	六氯-1,3-丁二烯	225	227	223	190
152-01	對-氯-鄰-甲苯胺	141	106	140	143
153-01	二甲基胺甲醯氯	72	107	15	42
154-01	氧化苯乙烯	91	120	90	92
155-01	1,2,3-三氯丙烷	75	110	77	61
161-01	2,4-二氯酚	162	164	63	98
162-01	二氯溴甲烷	83	85	47	48
166-01	雙酚 A	213	228	214	119
167-01	滅蟻樂	272	274	270	237
168-01	十氯酮	272	274	237	270
170-01	五氯苯	250	248	252	215
172-02	α -安殺番	195	197	241	237
172-03	β -安殺番	195	241	237	239
172-04	安殺番硫酸鹽	387	272	274	389

註 1：多氯聯苯為混合物，AC1242 之主成分 2,4',5-trichloro-1,1'-biphenyl (CAS No. 16606-02-3)，AC1254 之主成分 2,2',4,5',6-pentachloro-1,1'-biphenyl (CAS No. 60145-21-3)，AC1260 之主成分 2,2',3,3',6,6'-hexachloro-1,1'-biphenyl, (CAS No. 38411-22-2)。

註 2：可氯丹為混合物，RT=17.76 者為主成分 *cis*-chlordan (CAS No. 5103-71-9)。

註 3：毒殺芬為混合物，RT=19.60 者為主成分 2,2,5-Endo,6-exo,8,9,9,10-octachlorobornane (CAS No. 58002-19-0)。

註 4：本表列之混合物其主要離子與次要離子，為主成分之定量離子與定性離子。

表五、相對離子強度之最大容許誤差

相對強度 (%of Base Peak)	兩離子相對強度之 允許誤差
>50%	±10%
>20%to 50%	±15%
>10%to 20%	±20%
≤10%	±50%

註：例如在參考質譜資料中某一離子相對強度為 20%，則樣品分析中同一離子之相對強度須在 16%～24%之間。

表六、單一實驗室測試之準確度與精密度

化合物	添加濃度	添加濃度	添加濃度
1,3-二氯苯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.89	99.70	249.45
標準差 (µg/mL)	0.24	1.97	2.01
1,2,4-三氯苯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	10.08	100.24	251.07
標準差 (µg/mL)	0.64	2.77	2.62
鄰苯二甲酰	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.69	100.42	249.63
標準差 (µg/mL)	0.35	2.24	1.49
鄰苯二甲酸二丁酯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.96	99.93	250.24
標準差 (µg/mL)	0.30	2.79	1.75
異丙苯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.71	100.64	249.96
標準差 (µg/mL)	0.25	2.50	3.01
丙烯酸丁酯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.81	103.07	252.81
標準差 (µg/mL)	0.57	2.91	3.85
苯胺	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	10.02	98.84	248.39
標準差 (µg/mL)	0.26	1.63	0.80
二苯胺	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	10.37	99.84	250.67
標準差 (µg/mL)	0.35	3.19	3.70
間-甲酚	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.41	99.12	249.89
標準差 (µg/mL)	0.22	2.76	4.12
2,4-二氯酚	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.92	99.81	250.76
標準差 (µg/mL)	0.08	0.71	1.66

化合物	添加濃度	添加濃度	添加濃度
地特靈	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.35	99.24	251.20
標準差 (µg/mL)	0.92	2.85	4.36
氯乙酸	300 µg/mL	500 µg/mL	700 µg/mL
平均值 (µg/mL)	300.44	499.60	698.46
標準差 (µg/mL)	6.73	3.87	4.80
二乙醇胺	300 µg/mL	500 µg/mL	700 µg/mL
平均值 (µg/mL)	293.77	492.45	695.61
標準差 (µg/mL)	3.49	5.18	5.81
1,3-丙烷磺內酯	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	10.04	99.93	250.53
標準差 (µg/mL)	0.40	2.51	2.25
三乙胺	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.15	95.67	245.89
標準差 (µg/mL)	0.53	3.82	1.81
硫脲	300 µg/mL	500 µg/mL	700 µg/mL
平均值 (µg/mL)	300.07	500.65	698.18
標準差 (µg/mL)	4.76	4.47	9.35
甲苯二胺(同分異構物 混合物) (註2)	10 µg/mL	100 µg/mL	250 µg/mL
平均值 (µg/mL)	9.20	92.99	241.03
標準差 (µg/mL)	0.47	4.13	2.61
雙酚 A	10 µg/mL	40 µg/mL	100 µg/mL
平均值 (µg/mL)	8.26	42.73	112.33
標準差 (µg/mL)	0.57	1.68	3.52
氟乙醯胺	4 µg/mL	32 µg/mL	60 µg/mL
平均值 (µg/mL)	4.20	31.2	73.9
標準差 (µg/mL)	0.28	3.02	3.16

化合物	添加濃度	添加濃度	添加濃度
對-氯-鄰-甲苯胺	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.88	16.36	37.56
標準差 (µg/mL)	0.14	1.51	1.58
五氯苯	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.84	16.34	38.79
標準差 (µg/mL)	0.04	0.19	0.19
六氯內-甲烯基-四氫 苯二甲酸	8 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	8.73	13.8	38.2
標準差 (µg/mL)	0.05	0.93	2.63
α-安殺番	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.84	16.7	39.6
標準差 (µg/mL)	0.20	0.20	0.41
β-安殺番	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.69	17.4	39.7
標準差 (µg/mL)	0.18	0.15	0.56
十氯酮	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	2.18	17.3	42.1
標準差 (µg/mL)	0.13	1.33	2.57
安殺番硫酸鹽	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.83	16.4	39.3
標準差 (µg/mL)	0.05	0.25	0.47
滅蟻樂	2 µg/mL	16 µg/mL	40 µg/mL
平均值 (µg/mL)	1.58	17.0	38.6
標準差 (µg/mL)	0.04	0.20	0.25

註 1：平均值、標準差為 7 次重複試驗之結果。

註 2：2,4-甲苯二胺（列管編號 145-01）以甲苯二胺（同分異構物混合物）驗證。