水中殘留農藥檢測方法－液相層析／串聯式質譜儀法

中華民國104年1月22日環署檢字第1040006634號公告

自中華民國104年5月15日生效

NIEA W603.50B

一、方法概要

水樣經調整pH值後，以液液萃取結合支持性固相萃取匣萃取法或固相萃取膜萃取法處理後，收集萃取液，經離心式真空減壓濃縮及吹氮濃縮後過濾，以液相層析串聯式質譜儀( LC/MS-MS)分析。本方法可檢測水中的有機磷類 (Organophophates)、胺基甲酸鹽類(Carbamates)、除草劑類 (Herbicides)、殺菌劑類 (Bactericides)、殺蟎劑/殺線蟲劑類 (Acaricides/Nematocides) 及其他類農藥。

二、適用範圍

（一）本方法適用於地面水體、河川水、放流水、地下水、飲用水等水質中農藥之檢測 (詳見表一)。其他未列舉之農藥如符合本方法之品管規範亦適用之。

（二）本方法宜由具液相層析串聯式質譜儀分析經驗之人員或經由訓練通過認定者擔任。

（三）本方法為效能基準 (Performance-based)分析方法，分析人員可依使用的支持性固相萃取管匣/固相萃取膜、前處理程序、液相層析儀、層析管柱及串聯式質譜儀廠牌的不同，適當修改本方法之樣品前處理程序，惟調整後之方法其執行檢測之所有步驟及程序，應符合本方法所述品質管制規範。

三、干擾

（一）本方法的干擾可能來自於溶劑、試劑、玻璃器皿及樣品處理過程中所使用的硬體設備之污染，干擾物質會導致層析圖基線之漂移，須執行空白樣品的測試，以證明無干擾情形。

（二）所有使用之實驗器皿(包含玻璃器皿和塑膠器皿)應先用甲醇潤洗，存放於乾淨之環境自然風乾。

（三）干擾物質可能是樣品中之其他物質，基質干擾的程度隨樣品之來源而不同。由於本方法所使用之偵測系統具選擇性，因此可 降低來自基質中的干擾，如果有干擾發生，可用適當的淨化程序去除。

（四）儀器必須將質譜儀的條件調整至最佳化，以達到要求的解析度及質量的準確度。在LC/MS-MS中如層析管柱材質種類、管柱的長度、內徑、層析的流速、移動相及添加劑的選擇，都可能影響分析效果及儀器感度。而電灑法又和待測物、溶劑及流速的關係密切，所以需考量液體本身的電導係數及介電常數，以減少離子抑制的情況，以達到MS-MS分析效率的最佳化。

（五）有些農藥易受金屬催化性水解，如malathion、parathion、chlorpyrifos、atrazine 和propazine等，應添加350 mg EDTA-2Na以避免之。

（六）含有餘氯的水樣每升應額外加100 mg抗壞血酸去除餘氯，以防止餘氯與農藥產生作用，而降低回收率。

四、設備與材料

（一）採樣瓶：1 L，棕色玻璃瓶，並附螺旋瓶蓋。使用前需先用去離子水沖洗，再以甲醇潤洗並乾燥。

（二）已去活化玻璃管：硼矽玻璃材質，60 mL。

（三）已去活化K-D管或定量瓶：硼矽玻璃材質，容量5~15 mL，可定容0.5-5 mL。

（四）離心試管：聚丙烯(Polypropylene，PP)材質，50 mL。

（五）分析天平：可精秤至0.1 mg。

（六）天平：可精秤至0.01 g。

（七）酸鹼試紙：能測量 pH值1~14。

（八）玻璃滴管：Pasteur glass pippet 9 inch 或同級品。

（九）固相支持性液液萃取管匣(Solid supportive liquid liquid extraction cartridge, SLE)：Agilent Chemelut惰性多孔性矽藻土(固相)，20 mL (容積)；或同級品。

（十）震盪萃取裝置：如(Scientific Industries Votex-2 Genie, G-560)或其他具相同功能者。

（十一）固相萃取膜：J.T. Baker PolarPlus C18 (50 mm) disks；或同級品。

（十二）固相萃取匣：可依所分析之待測物性質適當選取之。

（十三）濃縮裝置：可使用K-D濃縮裝置、減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮定量裝置、震盪減壓濃縮裝置、離心減壓濃縮裝置；或其他相似功能之裝置。

（十四）針頭式過濾膜：0.22 µm孔徑，直徑13 mm，PTFE或PVDF材質；或同級品。

（十五）過濾膜：棉質纖維素成分，1 µm，4 µm孔徑，直徑70 mm；GF/F材質，0.7 µm孔徑，直徑90 mm；PVDF材質，0.45 µm孔徑，直徑90 mm；或同級品。

（十六）塑膠針筒及針頭：參考一般市售規格。

（十七）正壓式分注器：10 µL、25 µL、50 µL、100 µL、250 µL及1000 µL。

（十八）自動固相萃取及淨化系統：Horizon公司之SPE-DEX4790全自動化固相萃取系統；或同功能之裝置。

（十九）高效/超高效液相層析串聯式質譜儀裝置

1. 高效/超高效液相層析儀(HPLC/UHPLC)：Agilent 1200SL/Waters Acquity UPLC；或同級品。
2. 串聯式質譜儀：ABI API 3000 MS-MS/Waters Quattro Premier XE MS-MS；或同級品。
3. 數據處理系統：能顯示分析物的滯留時間及尖峰面積之定性及定量系統。

五、試劑

（一）試劑水：不含待測物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。

（二）含0.1%甲酸的甲醇(Methanol)：HPLC級或LC/MS級；或自行配製。

（三）含0.1%醋酸銨的純水：HPLC級或LC/MS級；或自行配製。。

（四）氰甲烷（Acetonitrile）：HPLC級或LC/MS級。

（五）甲酸（Formic acid）、醋酸：GR級。

（六）醋酸乙酯、異丙醇、丙酮：HPLC級。

（七）抗壞血酸(Ascorbic acid)、乙二胺四乙酸二鈉(EDTA-2Na)、無水硫酸銨：試藥級。

（八）乙醇：95%以上，分析試藥級。

（九）甲醇：HPLC級或LC/MS級

（十）二氯甲烷：殘量級。

（十一）標準品溶液配製：標準溶液可用高純度標準品配製或巿售可追溯濃度證明文件之溶液。

1.儲備標準溶液配製：秤取約10 mg (精確秤至0.1 mg) 各農藥標準品，並分別以適當量的溶劑(如氰甲烷、甲醇、丙酮、試劑水及甲酸等) 溶解並以甲醇定容至10 mL(可依個別化合物對溶劑溶解度而調整)；若該化合物的純度為96% 或更高時，則所秤之重量，可直接計算儲備標準溶液之濃度，而不需考慮因標準品純度不足100% 所造成之誤差。

2.中間標準溶液配製：依據個別化合物的儀器感度，分別取適量上述農藥標準品溶液，以甲醇定容至10 mL。

3.若有適當內標準品，亦可添加使用。

六、採樣與保存

（一）採樣方法可參考本署公告之現行飲用水水質採樣方法NIEA W101、監測井地下水採樣方法NIEA W103、河川、湖泊及水庫水質採樣方法NIEA W104、事業放流水採樣方法NIEA W109等相關水質樣品採樣方法。

（二） 以棕色玻璃瓶採集1公升水樣後，需加入350 mg EDTA-2Na，含餘氯水樣需加入100 mg 抗壞血酸並保存於4±2℃下，於採樣後7天內完成萃取，並於3天內完成儀器分析。

七、步驟

（一）檢量線製備（建議配製方式及濃度如下，使用者可依儀器的靈敏度及線性範圍作適當調整）

1.檢量線製備：添加不同濃度之待測物標準品於試劑水中，經前處理及濃縮定容後檢測，建議濃度範圍為 0.5～4000 µg/L，依個別待測物感度適當調整之。

2.分析至少5個不同濃度，最低一點濃度應與方法定量極限之濃度相當。

3.檢量線的製備係採用線性迴歸法(linear regression)，根據內、外標以線性迴歸法製作檢量線，以對樣品中待測物進行檢量，其線性相關係數(correlation coefficient, r)，經1/x加權後必須大於或等於0.99。若待測物感度高，致檢量線未能呈線性，亦可使用二次迴歸。

4.使用內標亦可以平均感應因子檢量，即針對用以製作檢量線的各點濃度以其待測物及內標之層析峰面積或高度對濃度計算個別之感應因子(見下式)，再求得平均感應因子與相對標準偏差(RSD)；若RSD小於25%，則可以平均感應因子作定量分析。若大於25%，則以線性迴歸法定量。

*As* =待測物特性離子之感應訊號

*Ais* =內標準品特性離子之感應訊號

*Cs* =待測物之濃度（µg/L）

*Cis* =內標準品之濃度（µg/L）

*RFi* =每一點檢量線標準溶液中，待測物的感應因子

*SD* =檢量線標準溶液待測物感應因子的標準偏差

 *RF*=檢量線標準溶液中每一個化合物的平均感應因子

*RSD* =相對標準偏差

（二）水樣前處理

1 L水樣中如果含有微粒或是懸浮物時，可先取適當水樣經過4 µm、 1 µm或孔徑更小過濾膜以真空抽引過濾，以不阻塞固相萃取膜為原則。

（三）萃取及儀器分析條件：

1.液液萃取法（以下是單一實驗室方法驗證時之操作條件，實驗室得依使用之萃取方法及儀器功能分析條件最適化，適當調整之）

(1) 取20 mL樣品放入50 mL PP樣品瓶中，以甲酸調整pH值至5左右。

(2) 所有樣品(包括檢量線各濃度樣品及品管樣品)，加入5 mL的二氯甲烷及1 mL乙醇，瓶蓋旋緊，輕輕地上下倒置數次，每次均需慢慢旋開瓶蓋洩壓，當洩壓完成，旋緊瓶蓋振盪至少30秒，靜置分層後，取下層有機相至K-D管，待後續吹氮濃縮。

(3) 上層水樣加入約2克無水硫酸銨，混合至溶解(其間亦需洩壓)，將此水樣倒入20 mL的支持性固相液液萃取管匣中，靜置15分鐘，使其均勻分布至多孔性矽藻土表面。

(4) 加入20 mL的醋酸乙酯至萃取管匣，待溶劑液位下降至固相層上緣時，隨即關上控制閥，靜置2~3分，使待測物在水相/有機相中進行分配。

(5) 小心打開控制閥，使其萃取流速約3~5 mL/min，收集萃取液至去活化玻璃管。

(6) 連續再以40 mL醋酸乙酯(含8% v/v異丙醇)分二次加入萃取管匣，繼續收集萃取液。

(7) 將含有萃取液之去活化玻璃管放入離心式真空減壓濃縮機進行濃縮。

(8) 以減壓濃縮方式濃縮萃取液，當濃縮至約1~2 mL時，將此萃取液合併至七.(三).1.(2)含萃取液的 K-D管中，並以適量甲醇清洗去活化玻璃管並合併至K-D管中，再以玻璃滴管上下抽吸混合萃取液，以吹氮濃縮至約200 µL時，加入約2 mL的甲醇清洗K-D管管壁並置換溶劑，當再次濃縮至200 µL時，加入1 mL (40:60)甲醇/水(含0.1%甲酸/0.1%醋酸銨的水1:1)，定容至1 mL。

(9) 最後經由 0.22 µm 孔徑，直徑13 mm PTFE針頭式過濾膜過濾後上機分析。

(10) 高效液相層析儀建議條件：

a. 層析管柱：Phenomenex公司之AQUA C18管柱，3 µm，125 Å（150 × 2.1 mm）；或同級品。

b. 移動相A組成：水（含0.1%醋酸銨）。

c. 移動相B組成：甲醇 (含0.1%甲酸)。

d. 流速：0.25 mL/min。

e. 樣品注入量：10 µL。

f. 管柱溫度: 40℃。

g. 分析時間：20分鐘。

 (11) 正電荷模式層析動相梯度及串聯式質譜儀條件(電噴灑法)：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 步驟 | 時間(分) | A（%） | B（%） |
| 1 | 0.1 | 75 | 25 |
| 2 | 0.2 | 75 | 25 |
| 3 | 0.5 | 35 | 65 |
| 4 | 1.0 | 35 | 65 |
| 5 | 1.5 | 5 | 95 |
| 6 | 11 | 5 | 95 |
| 7 | 12 | 75 | 25 |
| 8 | 20 | 75 | 25 |

a. Ion Spray Voltage (IS)：5.0 Kv

b. Curtain Gas (CUR)： 7

c. Nebulizer Gas：11

d. Turbo Gas (GS2)：8 L/min

e. Temperature(TEM)：450℃

f. Collisionally Activated Dissociation (CAD)：6

g.多重反應監測模式( Multiple Reaction Monitoring mode，MRM)母子離子對及其質譜參數如表二所示。

(12) 負電荷模式層析動相梯度及串聯式質譜儀條件(電噴灑法)：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 步驟 | 時間(分) | A（%） | B（%） |
| 1 | 0.1 | 75 | 25 |
| 2 | 0.5 | 75 | 25 |
| 3 | 7.0 | 10 | 90 |
| 4 | 8.0 | 10 | 90 |
| 5 | 9.0 | 75 | 25 |
| 6 | 16 | 75 | 25 |

a. Ion Spray Voltage (IS)：－4.2 Kv

b. Curtain Gas (CUR)： 7

c. Nebulizer Gas：11

d. Turbo Gas (GS2)：8 L/min

e. Temperature(TEM)：450℃

f. Collisionally Activated Dissociation (CAD)：6

g.多重反應監測模式( Multiple Reaction Monitoring mode，MRM)母子離子對及其質譜參數如表二所示。

2.固相萃取法（以下是單一實驗室方法驗證時之操作條件，實驗室得依不同固相萃取方式，例如固相萃取膜或固相萃取管匣的特性，調整最適化操作程序）

(1) 取水樣500 mL裝至1 L褐色玻璃瓶後，連同檢量線樣品、品管樣品倒扣於全自動固相萃取系統。

(2) 啟動全自動固相萃取，系統依序以約10 mL二氯甲烷和甲醇流洗後，再以約10 mL試劑水流洗。

(3) 水樣以約70~80 mL/min的流速流經圓盤型吸附劑，待全部通過後以氮氣吹乾萃取吸附劑15分鐘。

(4) 圓盤吸附劑以5 mL甲醇和5 mL二氯甲烷各沖提一次，合併收集沖提液10 mL於收集瓶內。

(5) 沖提液以玻璃滴管轉移至15 mL，於45°C下，10 torr壓力下進行減壓離心濃縮，濃縮定量至5 mL。

(6) 濃縮後之沖湜液取1 mL經PTFE材質濾頭(0.2 um，43 mm)過濾轉置至1.5 mL經矽烷化處理之vial瓶後，上機分析。

(7) 超高效液相層析儀建議條件(正電荷)：

a. 層析管柱：Phenomenex公司之Kinetex PFP管柱，2.6 µm，（50 × 2.1 mm）；或同級品。

b. 移動相A組成：試劑水（含5 mM醋酸銨）。

c. 移動相B組成：甲醇 (LC/MS級)。

d. 流速：0.8 mL/min。

e. 樣品注入量：4 µL。

f. 樣品盤溫度：4℃。

g. 管柱溫度: 40℃。

h. 分析時間：8分鐘。

層析條件：UHPLC層析動相梯度如下：

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 步驟 | 時間(分) | A（%） | B（%） |
| 0 | 0.0 | 7 | 93 |
| 1 | 4.5 | 90 | 10 |
| 2 | 5.5 | 90 | 10 |
| 3 | 6.0 | 7 | 93 |
| 4 | 8.0 | 7 | 93 |

(8) 超高效液相層析儀建議條件(負電荷)：

a. 層析管柱：SUPELCO公司之Ascentis Express C18管柱，2.7 µm（50 × 2.1 mm）；或同級品。

b. 移動相A組成：試劑水(含0.04%醋酸）。

c. 移動相B組成：乙腈(LC/MS級)。

d. 流速：0.5 mL/min。

e. 樣品注入量：4 µL。

f. 樣品盤溫度：4℃。

g. 管柱溫度: 30℃。

h.層析條件：UHPLC層析動相梯度如下

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 步驟 | 時間(分) | A（%） | B（%） |
| 0 | 0.0 | 10 | 90 |
| 1 | 4.5 | 90 | 10 |
| 2 | 5.5 | 90 | 10 |
| 3 | 6.0 | 10 | 90 |
| 4 | 8.0 | 10 | 90 |

(9) 串聯式質譜儀裝置建議條件：

1. Ionization mode：正離子電灑游離法模式(ESI+)及負離子電灑游離法(ESI－)。
2. 質譜參數及MRM離子對如表三所示。

（四）鑑定與分析：

1. 使用液相層析串聯質譜系統之多重反應監測模式(Multiple Reaction Monitoring mode，MRM)時，對每一種化合物監測其母子離子對兩對，以其中感度較高的母子離子對作為定量，另一母子離子對則作為定性的依據，若感度較高的母子離子對有干擾，亦可以另一母子離子對作為定量。
2. 方法定量極限：本方法定量極限係指添加已知低濃度的待測物於Milli-Q純水中，經前處理後儀分結果定量離子對S/N≧10，定性離子對S/N≧3，方法偵測極限約等於三分之一方法定量極限。

3.定性與定量準則：

（1）待測物之滯留時間須落在當天標準品或添加樣品待測物之滯留時間 ±2.5%範圍之內。

（2）若無特殊干擾，以待測物感度較高的監測母子離子對之面積來定量該待測物的含量。

（3）待測物之兩監測母子離子對須同時出現，定量離子對的訊噪比（S/N）必須≧10，定性離子對的訊噪比（S/N）必須≧3。

（4）當樣品中待測物濃度定量結果未超過法規管制標準二分之一時，即可出具報告；若超過法規管制標準二分之一時，須完整進行第七.(四).3.(5)點之確認動作。

（5）待測物之定性離子/定量離子（積分面積或高度）的相對比值（Ion Ratio）須以標準品或添加樣品分析的母子離子對的比例為基準計算，應符合表四所列之管制範圍內。

（6）當樣品待測物濃度超過檢量線時，需要推估濃度後，以定容溶劑適當稀釋後重新上機分析，應使其濃度落到檢量線範圍內。

八、結果處理

1. 線性迴歸法

C*w* =水樣濃度，ng/L

C**=由檢量線所求得之樣品濃度，µg/L

V*f* =水樣濃縮後定容的體積，mL

V*i* =水樣的體積，mL

D =稀釋因子

1. 內標準品校正法

C*w* =水樣濃度，ng/L

A*x*=樣品溶液中待測物尖峰面積

C*is*=內標準品添加於樣品溶液之濃度(µg/L)

A*is*=內標準品之尖峰面積

RF=待測物平均感應因子

V*f* =水樣濃縮後定容的體積，mL

V*i* =水樣的體積，mL

D =稀釋因子

九、品質管制

（一）依本方法執行農藥檢測之實驗室，必須有完整之品保品管程序，包括空白樣品分析、查核樣品分析、添加樣品分析等實驗室能力建立資料，據以持續評估實驗室之效能，以期執行樣品分析時能確實符合各項品管指標之規範。

（二）每批次分析樣品前，須確認試劑及儀器並無污染情形。

（三）檢量線應每次製作，若延用前次檢量線，須進行檢量線中點濃度查核樣品分析，以確認檢量線適用性，所測得之濃度相對誤差不得超過±30%。

（四）空白樣品分析：每批次或每20個樣品，應執行空白樣品分析，空白樣品分析值應小於2MDL。

（五）查核樣品分析：每批次或每20個樣品，應執行查核樣品分析，其回收率範圍50~150%。

（六）添加樣品分析：每批次或每20個樣品，應執行添加樣品分析，其回收率範圍50~160%。

十、準確度與精密度

表五~表六為液液萃取法及固相萃取膜萃取法之單一實驗室查核樣品與添加樣品分析之準確度、精密度。

十一、參考資料

（一）Klein, J.; Alder L. Applicability of Gradient Liquid chromatography with Tandem Mass Spectrometry to the Simultaneous Screening for About 100 Pestcides in Crops. Journal of AOAC International Vol.86 No.5, pp.1015-1037, 2003.

（二）衛生福利部食品藥物管理署，食品中殘留農藥檢驗方法─多重殘留分析方法(四)，中華民國102年。

（三）行政院環境保護署環境檢驗所，水中超微量有機物檢測技術建立研究(2/2)，EPA-101-E3S4-02-01，中華民國101年。

（四）U.S. EPA. Pesticides in water, soil, sediment, biosoils, and tissue by HRGC/HRMS. Method 1699, 2007.

（五）U.S. EPA. Determination of selected pesticides and flame retardant in drinking water by solid phase extraction and capillary column gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS). Method 527, 2005.

（六）行政院衛生署食品藥物管理局食品化學檢驗方法之確效規範，中華民國101年。

表一 農藥待測物名稱及儲存標準品配製參考表

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | CAS number | 供應商 | 儲存標準品配製溶劑 |
| Aldicarb | 116-06-3 | Supelco | 甲醇 |
| Aldicarb sulfone | 1646-88-4 | Supelco | 甲醇 |
| Aldicarb sulfoxide | 1646-87-3 | Supelco | 甲醇 |
| Carbofuran | 1563-66-2 | Supelco | 甲醇 |
| Fenobucarb(BPMC) | 3766-81-2 | Supelco | 甲醇 |
| Isoprocarb(MIPC) | 2631-40-5 | Supelco | 甲醇 |
| Methiocarb | 2032-65-7 | Supelco | 甲醇 |
| Methomyl | 16752-77-5 | Supelco | 甲醇 |
| Oxamyl | 23135-22-0 | Supelco | 甲醇 |
| Propoxur | 114-26-1 | Supelco | 甲醇 |
| Carbaryl | 63-25-2 | Supelco | 甲醇 |
| 3-Hydroxycarbofuran | 16655-82-6 | Supelco | 甲醇 |
| Pirimicarb | 23103-98-2 | Supelco | 甲醇 |
| Cartap | 15263-53-3 | Supelco | 甲醇 |
| Thiofanox | 39196-18-4 | Supelco | 甲醇 |
| Cyfluthrin | 68359-37-5 | Bayer | 甲醇 |
| Cypermethrin | 52315-07-8 | Fluka | 甲醇 |
| Deltamethrin | 52918-63-5 | Fluka | 甲醇 |
| Fenpropathrin | 39515-41-8 | Fluka | 甲醇 |
| Fenvalerate | 51630-58-1 | Fluka | 甲醇 |
| Permethrin | 52645-53-1 | Fluka | 甲醇 |
| Tau-fluvalinate | 102851-06-9 | Fluka | 甲醇 |
| Acephate | 30560-19-1 | Fluka | 甲醇 |
| Azinphos-methyl | 86-50-0 | Fluka | 甲醇 |
| Chlorpyrifos | 2921-88-2 | Fluka | 甲醇 |
| Demeton | 126-75-0 | Chem-service | 甲醇 |
| Demeton-S-methyl | 919-86-8 | Fluka | 甲醇 |
| Diazinon | 333-41-5 | Fluka | 甲醇 |
| Dichlorvos | 62-73-7 | Fluka | 甲醇 |
| Dimethoate | 60-51-5 | Fluka | 甲醇 |
| Phosalone | 2310-17-0 | Fluka | 甲醇 |
| Pirimiphos-methyl | 29232-93-7 | Chem-service | 甲醇 |
| Parathion-methyl | 298-00-0 | Fluka | 甲醇 |
| 2,4-D | 94-75-7 | Fluka | 甲醇 |
| 2,4-DB | 94-82-6 | Fluka | 甲醇 |

表一 農藥待測物名稱及儲存標準品配製參考表(續)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | CAS number | 供應商 | 儲存標準品配製溶劑 |
| Disulfoton | 298-04-4 | Fluka | 甲醇 |
| Ethoprophos | 13194--38-4 | Fluka | 甲醇 |
| Fenthion | 55-38-9 | Fluka | 甲醇 |
| Fonofos | 944-22-9 | Chem-service | 甲醇 |
| Isoxathion | 18854-01-8 | Dr.EhrenstorferGmbH | 甲醇 |
| Malathion | 121-75-5 | Fluka | 甲醇 |
| Methamidophos | 10625-92-6 | Fluka | 氰甲烷/甲醇 |
| Methidathion | 950-37-8 | Fluka | 甲醇 |
| Mevinphos | 26718-65-0 | Chem-service | 甲醇 |
| Monocrotophos | 6923-22-4 | Fluka | 甲醇 |
| Parathion | 56-38-2 | Fluka | 甲醇 |
| Phenthoate | 2597-03-7 | Fluka | 甲醇 |
| Phorate | 298-02-2 | Fluka | 甲醇 |
| Phosmet | 732-11-6 | Fluka | 甲醇 |
| Profenofos | 41198-08-7 | Fluka | 甲醇 |
| Quinalphos | 13593-03-8 | Fluka | 甲醇 |
| Temephos | 3383-96-8 | Fluka | 甲醇 |
| Terbufos | 13071-79-9 | Fluka | 甲醇 |
| Trichlorfos | 52-68-6 | Fluka | 甲醇 |
| Carbophenothion | 786-19-6 | Fluka | 甲醇 |
| Bromophos-ethyl | 4824-78-6 | Fluka | 甲醇 |
| Dicrotophos | 141-66-2 | Fluka | 甲醇 |
| EPN | 2104-64-5 | Fluka | 甲醇 |
| Fenamiphos sulfone | 31972-44-8 | Fluka | 甲醇 |
| Fenamiphos sulfoxide | 31972-43-7 | Fluka | 甲醇 |
| Fenitrothion | 122-14-5 | Fluka | 甲醇 |
| Oxydemeton-methyl | 301-12-2 | Fluka | 甲醇 |
| Triazophos | 24107-47-8 | Fluka | 甲醇 |
| Thiophanate-methyl | 23564-05-8 | Fluka | 甲醇 |
| Iprodion | 36734-19-7 | Fluka | 甲醇 |
| Quinoline | 91-22-5 | Chemservice | 甲醇 |
| Ethion | 563-12-2 | Fluka | 甲醇 |
| Abamectin | 71751-41-2 | Chemservice | 甲醇 |
| Imidadoprid | 138261-41-3 | Fluka | 甲醇 |

表一 農藥待測物名稱及儲存標準品配製參考表(續)

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | CAS number | 供應商 | 儲存標準品配製溶劑 |
| 2,4,5-TP | 93-72-1 | Fluka | 甲醇 |
| Alachor | 15972-60-8 | Fluka | 甲醇 |
| Atrazine | 1912-24-9 | Fluka | 甲醇 |
| Atrazine-desethyl | 6190-65-4 | Fluka | 甲醇 |
| Atrazine-desisopropyl | 1007-28-9 | Fluka | 甲醇 |
| Atrazine-desethyl-Desisopropyl | 3397-62-4 | Fluka | 氰甲烷/超音波振盪 |
| Butachlor | 23184-66-9 | Fluka | 甲醇 |
| Cyanazine | 21725-46-2 | Fluka | 甲醇 |
| Dicamba | 1918-00-9 | Fluka | 甲醇 |
| Dichloroprop | 120-36-5 | Fluka | 甲醇 |
| Dinoseb | 88-85-7 | Fluka | 甲醇 |
| Diuron | 330-54-1 | Fluka | 甲醇 |
| Isoproturon | 34123-59-6 | Fluka | 甲醇 |
| Linuron | 330-55-2 | Fluka | 甲醇 |
| MCPA | 94-74-6 | Fluka | 甲醇 |
| MCPP | 7085-19-0 | Fluka | 甲醇 |
| Mefenacet | 73250-68-7 | Fluka | 甲醇 |
| Metolachor | 51218-45-2 | Fluka | 甲醇 |
| Molinate | 2212-67-1 | Fluka | 甲醇 |
| Pendimethalin | 40487-42-1 | Fluka | 甲醇 |
| Propazine | 139-40-2 | Fluka | 甲醇 |
| Simazine | 122-34-9 | Fluka | 甲醇 |
| Pyrazosulfuron-ethyl | 93697-74-6 | Fluka | 丙酮/甲醇 |
| Carbendazim | 10605-21-7 | Fluka | 丙酮/甲醇/甲酸 |
| Edifenphos | 17109-49-81 | Fluka | 甲醇 |
| Hexaconazole | 79983-71-4 | Fluka | 甲醇 |
| Iprobenfos | 26087-47-8 | Fluka | 丙酮/甲醇 |
| Metalaxyl | 57837-19-1 | Fluka | 甲醇 |
| Pencycuron | 66063-05-6 | Fluka | 甲醇 |
| Prochloraz | 67747-09-5 | Fluka | 甲醇 |
| 2,4,5-T | 93-76-5 | Fluka | 甲醇 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
| Acephate | 184.1 | 143 | 19 | 136 | 10 | 14 | 11 |
| 184.1 | 125.1 | 19 | 136 | 10 | 27 | 10 |
| Azinophos-methyl | 318.1 | 132.1 | 13 | 120 | 10 | 7 | 10 |
| 318.1 | 104.9 | 13 | 120 | 10 | 36 | 7 |
| Demeton | 259.2 | 88.9 | 12 | 112 | 10 | 16 | 6 |
| 259.2 | 61.1 | 12 | 112 | 10 | 47 | 8 |
| Diazinon | 305.1 | 169.1 | 26 | 157 | 10 | 31 | 14 |
| 305.1 | 153 | 26 | 157 | 10 | 31 | 13 |
| Dichlorvos | 221 | 127 | 32 | 210 | 10 | 26 | 10 |
| 221 | 109 | 32 | 210 | 10 | 27 | 8 |
| Dimethoate | 230 | 198.9 | 20 | 143 | 10 | 15 | 16 |
| 230 | 125 | 20 | 143 | 10 | 31 | 9 |
| Disulfoton | 275.1 | 89.1 | 11 | 119 | 10 | 14 | 6 |
| 275.1 | 61.1 | 11 | 119 | 10 | 47 | 7 |
| Ethoprophos | 243 | 96.8 | 23 | 156 | 10 | 45 | 7 |
| 243 | 131 | 23 | 156 | 10 | 30 | 10 |
| Fenthion | 279.1 | 168.9 | 30 | 200 | 10 | 26 | 14 |
| 279.1 | 247 | 30 | 200 | 10 | 20 | 20 |
| Fonofos | 247.2 | 136.8 | 22 | 157 | 10 | 17 | 10 |
| 247.2 | 108.9 | 22 | 157 | 10 | 28 | 8 |
| Isoxathion | 314.1 | 105.1 | 25 | 171 | 10 | 24 | 7 |
| 314.1 | 170 | 25 | 171 | 10 | 22 | 14 |
| Malathion | 331.1 | 127.1 | 22 | 146 | 10 | 20 | 12 |
| 331.1 | 99 | 22 | 146 | 10 | 35 | 7 |
| Methamidophos | 142.1 | 112.1 | 25 | 171 | 10 | 20 | 8 |
| 142.1 | 125.1 | 25 | 171 | 10 | 19 | 20 |
| Methidathion | 320 | 145 | 7 | 139 | 10 | 20 | 12 |
| 320 | 303 | 7 | 139 | 10 | 11 | 25 |
| Mevinphos | 225.1 | 127.1 | 14 | 112 | 10 | 23 | 10 |
| 225.1 | 192.9 | 14 | 112 | 10 | 11 | 17 |
| Monocrotophos | 241 | 192.9 | 7 | 112 | 10 | 19 | 15 |
| 241 | 127 | 7 | 112 | 10 | 29 | 10 |
| Parathion | 292 | 236 | 22 | 148 | 10 | 24 | 20 |
| 292 | 264 | 22 | 148 | 10 | 17 | 23 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）(續)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
| Phenthoate | 321.1 | 79 | 15 | 128 | 10 | 59 | 6 |
| 321.1 | 246.8 | 15 | 128 | 10 | 16 | 20 |
| Phorate | 261.1 | 75 | 15 | 140 | 10 | 19 | 5 |
| 261.1 | 198.9 | 15 | 140 | 10 | 12 | 15 |
| Phosmet | 318.2 | 133 | 19 | 137 | 10 | 52 | 10 |
| 318.2 | 104.9 | 19 | 137 | 10 | 80 | 8 |
| Profenofos | 375.1 | 304.5 | 29 | 190 | 10 | 28 | 25 |
| 375.1 | 346.9 | 29 | 190 | 10 | 20 | 29 |
| Quinalphos | 299 | 271 | 22 | 146 | 10 | 22 | 23.5 |
| 299 | 242.9 | 22 | 146 | 10 | 26 | 20 |
| Temephos | 466.9 | 124.9 | 51 | 326 | 10 | 49 | 9 |
| 466.9 | 419.2 | 51 | 326 | 10 | 30 | 6 |
| Terbufos | 289.1 | 103 | 12 | 114 | 10 | 14 | 7 |
| 289.1 | 57.1 | 12 | 114 | 10 | 34 | 8 |
| Trichlorfon | 259 | 109 | 24 | 168 | 10 | 28 | 8 |
| 259 | 127 | 24 | 168 | 10 | 26 | 10 |
| Demeton-s-methyl | 231.1 | 89.1 | 12 | 120 | 10 | 14 | 6 |
| 231.1 | 61.1 | 12 | 120 | 10 | 43 | 7 |
| Aldicarb | 208.1 | 116 | 10 | 105 | 10 | 12 | 9.5 |
| 208.1 | 88.9 | 10 | 105 | 10 | 25 | 7.5 |
| Aldicarb-sulfoxide | 207.3 | 132 | 18 | 122 | 10 | 11 | 11 |
| 207.3 | 89.1 | 18 | 122 | 10 | 23 | 6 |
| Aldicarb-sulfone | 223.1 | 86.1 | 23 | 141 | 10 | 23 | 6 |
| 223.1 | 148 | 23 | 141 | 10 | 15 | 12 |
| Carbaryl | 202.2 | 145.1 | 19 | 137 | 10 | 16 | 12 |
| 202.2 | 127.1 | 19 | 137 | 10 | 42 | 10 |
| Carbofuran | 222.2 | 123 | 24 | 158 | 10 | 31 | 9 |
| 222.2 | 165.2 | 24 | 158 | 10 | 19 | 14 |
| 3-OH-Carbofuran | 238.2 | 163 | 23 | 158 | 10 | 22 | 14 |
| 238.2 | 181 | 23 | 158 | 10 | 17 | 14 |
| Ethiofencarb | 226.2 | 107 | 18 | 138 | 10 | 25 | 8 |
| 226.2 | 163.9 | 18 | 138 | 10 | 13 | 14 |
| Fenobucarb | 208.3 | 95.1 | 21 | 141 | 10 | 20 | 6 |
| 208.3 | 152.1 | 21 | 141 | 10 | 14 | 13 |
| Isoprocarb | 194.3 | 95.1 | 23 | 161 | 10 | 23 | 6 |
| 194.3 | 137 | 23 | 161 | 10 | 15 | 11 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）(續)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
| Methiocarb | 226.3 | 169 | 21 | 152 | 10 | 15 | 14 |
| 226.3 | 121.1 | 21 | 152 | 10 | 27 | 9 |
| Methomyl | 163.2 | 88.1 | 18 | 143 | 10 | 14 | 6 |
| 163.2 | 105.9 | 18 | 143 | 10 | 15 | 8 |
| Oxamyl | 237.3 | 72.1 | 8 | 110 | 10 | 27 | 6 |
| 237.3 | 90.1 | 8 | 110 | 10 | 14 | 6 |
| Pirimicarb | 239.3 | 72.1 | 20 | 140 | 10 | 37 | 6 |
| 239.3 | 182 | 20 | 140 | 10 | 24 | 14 |
| Propoxur | 210.3 | 111 | 18 | 140 | 10 | 22 | 8 |
| 210.3 | 168.1 | 18 | 140 | 10 | 13 | 14 |
| Carbophenothion | 342.7 | 156.8 | 30 | 360 | 10 | 19 | 14 |
| 342.7 | 198.9 | 30 | 360 | 10 | 13 | 4 |
| Bromophos-methyl | 394.5 | 339 | 30 | 360 | 10 | 25 | 4 |
| 394.5 | 367 | 30 | 360 | 10 | 19 | 10 |
| Dicrotophos | 238.1 | 127 | 30 | 360 | 10 | 24 | 10 |
| 238.1 | 112.1 | 30 | 360 | 10 | 19 | 8 |
| Fenamiphos sulfoxide | 320 | 292.1 | 30 | 360 | 10 | 23 | 3 |
| 320 | 233 | 30 | 360 | 10 | 35 | 20 |
| Fenamiphos sulfone | 336 | 308 | 30 | 360 | 10 | 23 | 8 |
| 336 | 266 | 30 | 360 | 10 | 29 | 6 |
| Oxydemeton-methyl | 246.9 | 168.9 | 30 | 100 | 10 | 20 | 15 |
| 246.9 | 125 | 30 | 100 | 10 | 33 | 8 |
| Triazophos | 314 | 161.7 | 30 | 360 | 10 | 26 | 14 |
| 314 | 119 | 30 | 360 | 10 | 49 | 10 |
| Fenitrothion | 278 | 125 | 61 | 360 | 10 | 29 | 10 |
| 278 | 109 | 61 | 360 | 10 | 26 | 10 |
| Phosalone | 368 | 181.9 | 30 | 360 | 10 | 19 | 15 |
| 368 | 111 | 30 | 360 | 10 | 59 | 9 |
| Pirimiphos-methyl | 306 | 163.8 | 30 | 360 | 10 | 32 | 14 |
| 306 | 108.1 | 30 | 360 | 10 | 44 | 8 |
| Carbendazim | 192 | 105 | 41 | 180 | 10 | 53 | 4 |
| 192 | 159.9 | 41 | 180 | 10 | 25 | 14 |
| Edifenphos | 310.9 | 282.9 | 30 | 360 | 10 | 20 | 23 |
| 310.9 | 110.7 | 30 | 360 | 10 | 31 | 9 |
| Pendimethalin | 282.2 | 212.1 | 30 | 360 | 10 | 15 | 20 |
| 282.2 | 194 | 30 | 360 | 10 | 26 | 17 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）(續)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
|
| Iprobenfos | 289.2 | 91.1 | 30 | 360 | 10 | 30 | 7 |
| 289.2 | 205 | 30 | 360 | 10 | 16 | 18 |
| Metalaxyl | 280.2 | 220.1 | 30 | 360 | 10 | 20 | 19 |
| 280.2 | 192 | 30 | 360 | 10 | 26 | 17 |
| Pencycuron | 329.1 | 125.1 | 30 | 360 | 10 | 32 | 10 |
| 329.1 | 218 | 30 | 360 | 10 | 24 | 18 |
| Prochloraz | 376 | 308.1 | 30 | 360 | 10 | 17 | 8 |
| 376 | 266 | 30 | 360 | 10 | 25 | 6 |
| Alachor | 270.1 | 162 | 30 | 360 | 10 | 29 | 14 |
| 270.1 | 238 | 30 | 360 | 10 | 14 | 21 |
| Atrazine | 216.1 | 174 | 30 | 270 | 10 | 26 | 14 |
| 216.1 | 96 | 30 | 270 | 10 | 36 | 8 |
| Atrazine-desethyl | 188.1 | 146 | 30 | 250 | 10 | 25 | 15 |
| 188.1 | 79 | 30 | 250 | 10 | 37 | 6 |
| Atrazine-desisopropyl | 174 | 68.1 | 30 | 245 | 10 | 40 | 5 |
| 174 | 104 | 30 | 245 | 10 | 33 | 9 |
| Butachlor | 312.3 | 237.9 | 30 | 360 | 10 | 13 | 21 |
| 312.3 | 162 | 30 | 360 | 10 | 32 | 14 |
| Cyanazine | 241 | 213.9 | 30 | 360 | 10 | 25 | 19 |
| 241 | 132 | 30 | 360 | 10 | 36 | 11 |
| Diuron | 232.9 | 160 | 30 | 360 | 10 | 41 | 14 |
| 234.9 | 72 | 30 | 100 | 10 | 35 | 12 |
| Isoproturon | 207.1 | 72.1 | 30 | 360 | 10 | 31 | 5 |
| 207.1 | 164.9 | 30 | 360 | 10 | 21 | 14 |
| Linuron | 249 | 159.8 | 30 | 360 | 10 | 29 | 14 |
| 249 | 182 | 30 | 360 | 10 | 24 | 16 |
| Thiophanate-methyl | 343 | 151.1 | 30 | 210 | 10 | 29 | 8 |
| 343 | 311 | 30 | 250 | 10 | 17 | 8 |
| Metolachor | 284 | 252 | 30 | 360 | 10 | 22 | 21 |
| 284 | 176.1 | 30 | 360 | 10 | 36 | 15 |
| Molinate | 188 | 126.1 | 30 | 360 | 10 | 20 | 10 |
| 188 | 98 | 30 | 360 | 10 | 26 | 8 |
| Iprodion | 330 | 245 | 30 | 250 | 10 | 21 | 20 |
| 332 | 247 | 30 | 250 | 10 | 23 | 22 |
| Atrazine-desethyldesisopropyl | 146 | 104 | 30 | 288 | 10 | 26 | 8 |
| 146 | 68.3 | 30 | 288 | 10 | 31 | 5 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）(續)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
|
| Propazine | 230 | 146 | 30 | 360 | 10 | 33 | 12 |
| 230 | 188 | 30 | 360 | 10 | 25 | 16 |
| Simazine | 202 | 132 | 30 | 360 | 10 | 28 | 11 |
| 202 | 124 | 30 | 360 | 10 | 27 | 10 |
| Ethion | 384.9 | 199.1 | 30 | 360 | 10 | 15 | 17 |
| 384.9 | 171 | 30 | 360 | 10 | 24 | 15 |
| Abamectin | 890.5 | 567.5 | 30 | 360 | 10 | 21 | 8 |
| 890.5 | 305.4 | 30 | 360 | 10 | 36 | 8 |
| Imidadoprid | 258 | 211 | 30 | 70 | 10 | 23 | 12 |
| 256 | 208.9 | 30 | 70 | 10 | 20 | 19 |
| Thiofanox | 219 | 76 | 6 | 100 | 10 | 13 | 6 |
| 219 | 57.2 | 6 | 100 | 10 | 17 | 8 |
| Quinoline | 130 | 103 | 54 | 360 | 10 | 37 | 8 |
| 130 | 77.1 | 54 | 360 | 10 | 46 | 6 |
| Parathion-methyl | 264 | 125 | 32 | 200 | 10 | 25 | 10 |
| 264 | 232 | 32 | 200 | 10 | 24 | 20 |
| Mefenacet | 299 | 148.1 | 17 | 360 | 10 | 20 | 13 |
| 299 | 120.1 | 17 | 360 | 10 | 37 | 11 |
| Pyrazosulfuron-ethyl | 415 | 182 | 30 | 250 | 10 | 23 | 14 |
| 415 | 369.3 | 30 | 250 | 10 | 19 | 9 |
| Hexaconazole | 314.2 | 70.2 | 30 | 360 | 10 | 40 | 5 |
| 314.2 | 159 | 30 | 360 | 10 | 40 | 14 |
| 2,4-DB | 246.9 | 160.8 | -16 | -100 | -10 | -14 | -9 |
| 248.9 | 162.8 | -21 | -100 | -10 | -14 | -7 |
| Dicamba | 218.8 | 174.8 | -16 | -100 | -10 | -10 | -11 |
| 220.8 | 176.8 | -16 | -100 | -10 | -10 | -9 |
| Dichloroprop | 232.9 | 160.8 | -30 | -150 | -10 | -17 | -7 |
| 232.9 | 125 | -30 | -150 | -10 | -39 | -9 |
| Dinoseb | 239 | 192.8 | -30 | -150 | -10 | -34 | -9 |
| 239 | 194 | -30 | -150 | -10 | -31 | -8 |
| 248.9 | 162.8 | -21 | -100 | -10 | -14 | -7 |
| MCPA | 199 | 140.9 | -31 | -140 | -10 | -20 | -9 |
| 201 | 142.9 | -31 | -150 | -10 | -20 | -9 |
| MCPP | 213 | 141 | -31 | -150 | -10 | -16 | -9 |
| 215 | 143 | -31 | -150 | -10 | -18 | -9 |
| 2,4-D | 220.8 | 162.8 | -21 | -110 | -10 | -20 | -7 |
| 218.9 | 160.8 | -21 | -110 | -10 | -18 | -1 |

表二 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數（API 3000）(續)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Precursor ion | Product ion | DP | FP | EP | CE | CXP |
|
| 2,4,5-T | 255 | 197 | -26 | -140 | -10 | -18 | -1 |
| 253 | 194.8 | -26 | -130 | -10 | -20 | -9 |
| 2,4,5-TP | 266.9 | 194.8 | -21 | -100 | -10 | -18 | -3 |
| 268.8 | 196.8 | -26 | -120 | -10 | -16 | -9 |

註1：DP：Decluster Potential, FP：Focus Potential, EP：Entrance Potential, CE：Collision Energy, CXP：Cell Exit Potential，標示\*者為定量離子對。本方法使用儀器：高效液相層析儀(Agilent 1200 SL)；串聯式質譜儀：ABI ,API3000

註2：2對MRM離子對，前者為定量離子對，後者為定性離子對。

表三 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數(Waters Quattro Premier XE))



表三 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數(Waters Quattro Premier XE)(續)



表三 農藥待測物其MRM離子對及質譜參數(Waters Quattro Premier XE)(續)

註1：CV: Cone Voltage。

註2：2對MRM離子對，前者為定量離子對，後者為定性離子對。

表四 LC/MS-MS兩母子離子對比率（Ion Ratio）規範

|  |  |
| --- | --- |
| 相對強度(%of Base Peak) | 兩離子對比率的最大允許誤差 (%) |
| >50% | ±20% |
| >20%to 50% | ±25% |
| >10% to 20% | ±30% |
| ≦10% | ±50% |

表五 單一實驗室液液萃取分析所得之準確度與精密度

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 正離子模式 | r | 查核樣品回收率 (n=4) | 添加樣品回收率(清水) (n=3) | 添加樣品回收率(原水) (n=4) | 定量極限(μg/L) |
| 待測物名稱 | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) |
| Acephate | 0.9994 | 115 | 13 | 105 | 3 | 98 | 9 | 0.50 |
| Azinophos-methyl | 0.9970 | 91 | 24 | 110 | 15 | 95 | 11 | 0.50 |
| Demeton | 0.9966 | 109 | 9 | 95 | 12 | 113 | 12 | 0.03 |
| Diazinon | 0.9962 | 122 | 11 | 110 | 2 | 108 | 11 | 0.03 |
| Dichlorvos | 0.9975 | 123 | 16 | 122 | 17 | 102 | 30 | 0.50 |
| Dimethoate | 0.9982 | 104 | 8 | 114 | 14 | 119 | 20 | 0.03 |
| Disulfoton | 0.9943 | 96 | 18 | 72 | 13 | 83 | 15 | 0.25 |
| Ethoprophos | 0.9997 | 117 | 10 | 125 | 11 | 120 | 7 | 0.15 |
| Fenthion | 0.9983 | 100 | 11 | 106 | 14 | 90 | 17 | 0.13 |
| Fonofos | 0.9990 | 109 | 6 | 117 | 6 | 115 | 10 | 0.25 |
| Isoxathion | 0.9924 | 110 | 12 | 90 | 2 | 99 | 12 | 0.03 |
| Malathion | 0.9981 | 108 | 11 | 116 | 14 | 119 | 11 | 0.05 |
| Methamidophos | 0.9996 | 110 | 16 | 109 | 8 | 112 | 8 | 0.50 |
| Methidathion | 0.9957 | 131 | 13 | 104 | 15 | 131 | 17 | 0.50 |
| Mevinphos | 0.9964 | 123 | 8 | 122 | 6 | 113 | 24 | 0.13 |
| Monocrotophos | 0.9975 | 120 | 10 | 116 | 8 | 107 | 12 | 0.25 |
| Parathion | 0.9981 | 96 | 34 | 113 | 11 | 113 | 15 | 1.50 |
| Phenthoate | 0.9978 | 110 | 24 | 104 | 20 | 96 | 8 | 0.03 |
| Phorate | 0.9990 | 96 | 14 | 98 | 14 | 79 | 6 | 0.05 |
| Phosmet | 0.9974 | 110 | 22 | 118 | 4 | 112 | 15 | 1.00 |
| Profenofos | 0.9987 | 109 | 9 | 107 | 15 | 101 | 9 | 0.03 |
| Quinalphos | 0.9956 | 132 | 11 | 122 | 2 | 114 | 7 | 0.10 |
| Temephos | 0.9989 | 71 | 13 | 44 | 36 | 53 | 30 | 0.25 |
| Terbufos | 0.9929 | 76 | 14 | 60 | 11 | 67 | 29 | 0.25 |
| trichlorfon | 0.9965 | 95 | 27 | 86 | 35 | 93 | 17 | 0.25 |
| Demeton-s-methyl | 0.9991 | 99 | 11 | 81 | 10 | 87 | 23 | 0.03 |
| Aldicarb | 0.9963 | 118 | 12 | 114 | 27 | 106 | 24 | 0.25 |
| Aldicarb-sulfoxide | 0.9935 | 116 | 12 | 105 | 5 | 95 | 10 | 0.50 |
| Aldicarb-sulfone | 0.9949 | 129 | 10 | 113 | 3 | 108 | 13 | 0.50 |
| Carbaryl | 0.9976 | 95 | 9 | 117 | 16 | 106 | 17 | 0.03 |
| Carbofuran | 0.9936 | 102 | 11 | 125 | 8 | 117 | 19 | 0.03 |
| 3-OH-Carbofuran | 0.9946 | 133 | 18 | 127 | 23 | 109 | 15 | 0.25 |
| Ethiofencarb | 0.9938 | 110 | 10 | 97 | 6 | 95 | 17 | 0.13 |
| Fenobucarb | 0.9932 | 121 | 16 | 128 | 13 | 115 | 11 | 0.03 |

表五 單一實驗室液液萃取分析所得之準確度與精密度(續)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 正離子模式 | r | 查核樣品回收率 (n=4) | 添加樣品回收率(清水) (n=3) | 添加樣品回收率(原水) (n=4) | 定量極限(μg/L) |
| 待測物名稱 | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) |
| Isoprocarb | 0.9973 | 116 | 21 | 121 | 7 | 118 | 16 | 0.05 |
| Methiocarb | 0.9927 | 113 | 11 | 114 | 16 | 119 | 6 | 0.03 |
| Methomyl | 0.9976 | 111 | 9 | 100 | 8 | 107 | 6 | 0.13 |
| Oxamyl | 0.9933 | 118 | 9 | 112 | 5 | 107 | 19 | 0.05 |
| Pirimicarb | 0.9999 | 110 | 10 | 114 | 9 | 107 | 11 | 0.01 |
| Propoxur | 0.9962 | 115 | 4 | 105 | 9 | 100 | 21 | 0.03 |
| Carbophenothion | 0.9923 | 104 | 20 | 84 | 38 | 82 | 29 | 1.00 |
| Dicrotophos | 0.9926 | 107 | 12 | 109 | 12 | 112 | 20 | 0.25 |
| Fenamiphos sulfoxide | 0.9959 | 134 | 6 | 120 | 12 | 116 | 15 | 0.025 |
| Fenamiphos sulfone | 0.9902 | 100 | 4 | 127 | 18 | 112 | 20 | 0.025 |
| Oxydemeton-methyl | 0.9976 | 107 | 11 | 106 | 13 | 109 | 12 | 0.25 |
| Triazophos | 0.9989 | 124 | 16 | 121 | 16 | 105 | 10 | 0.025 |
| Fenitrothion | 0.9978 | 108 | 12 | 119 | 9 | 120 | 10 | 2.5 |
| Phosalone | 0.9986 | 119 | 17 | 134 | 13 | 125 | 14 | 0.05 |
| Pirimiphos-methyl | 0.9962 | 97 | 12 | 130 | 11 | 97 | 3 | 0.025 |
| Carbendazim | 0.9978 | 114 | 10 | 112 | 13 | 113 | 9 | 1.25 |
| Edifenphos | 0.9948 | 110 | 6 | 123 | 14 | 125 | 13 | 0.025 |
| Hexaconazole | 0.9985 | 106 | 10 | 133 | 8 | 126 | 8 | 0.25 |
| Iprobenfos | 0.9964 | 112 | 18 | 107 | 13 | 105 | 17 | 0.025 |
| Metalaxyl | 0.9978 | 112 | 14 | 104 | 4 | 107 | 24 | 0.025 |
| Pencycuron | 0.9950 | 102 | 11 | 90 | 18 | 81 | 11 | 0.05 |
| Prochloraz | 0.9942 | 113 | 13 | 126 | 1 | 120 | 8 | 0.025 |
| Alachor | 0.9968 | 93 | 8 | 101 | 14 | 93 | 8 | 0.25 |
| Atrazine | 0.9964 | 115 | 12 | 127 | 4 | 111 | 12 | 0.125 |
| Atrazine-desethyl | 0.9974 | 117 | 10 | 111 | 9 | 107 | 13 | 0.25 |
| Atrazine-desisopropyl | 0.9988 | 128 | 7 | 138 | 9 | 122 | 7 | 0.25 |
| Butachlor | 0.9922 | 99 | 7 | 91 | 6 | 86 | 5 | 0.25 |
| Cyanazine | 0.9946 | 98 | 6 | 112 | 18 | 110 | 13 | 0.125 |
| Diuron | 0.9951 | 99 | 22 | 117 | 7 | 100 | 14 | 0.5 |
| Isoproturon | 0.9920 | 132 | 12 | 131 | 16 | 124 | 13 | 0.125 |
| Linuron | 0.9987 | 125 | 13 | 123 | 13 | 118 | 5 | 0.05 |
| Metolachor | 0.9965 | 103 | 5 | 111 | 9 | 110 | 7 | 0.025 |

表五 單一實驗室液液萃取分析所得之準確度與精密度(續)

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 正離子模式 | r | 查核樣品回收率 (n=4) | 添加樣品回收率(清水) (n=3) | 添加樣品回收率(原水) (n=4) | 定量極限(μg/L) |
| 待測物名稱 | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) |
| Molinate | 0.9936 | 104 | 13 | 107 | 9 | 92 | 16 | 0.125 |
| Pendimethalin | 0.9930 | 93 | 21 | 78 | 22 | 84 | 26 | 0.25 |
| Propazine | 0.9946 | 119 | 8 | 118 | 19 | 120 | 10 | 0.025 |
| Simazine | 0.9971 | 122 | 9 | 109 | 14 | 114 | 4 | 0.25 |
| Ethion | 0.9951 | 93 | 14 | 74 | 18 | 89 | 25 | 0.05 |
| Abamectin | 0.9908 | 113 | 8 | 63 | 17 | 80 | 10 | 0.125 |
| Imidadoprid | 0.9975 | 125 | 9 | 127 | 20 | 109 | 8 | 0.25 |
| Thiofanox | 0.9913 | 117 | 17 | 142 | 4 | 132 | 10 | 0.5 |
| Quinoline | 0.9989 | 113 | 12 | 132 | 4 | 104 | 28 | 0.25 |
| Parathion-methyl | 0.996 | 100 | 13 | 118 | 22 | 109 | 16 | 6.25 |
| Mefenacet | 0.9964 | 119 | 6 | 106 | 10 | 117 | 14 | 0.025 |
| Pyrazosulfuron-ethyl | 0.9937 | 123 | 12 | 127 | 12 | 128 | 6 | 0.5 |
| Iprodion | 0.9940 | 130 | 7 | 122 | 27 | 140 | 14 | 1.5 |
| Atrazine-desethyldesisopropyl | 0.9986 | 100 | 4 | 108 | 2 | 100 | 15 | 0.5 |
| 負離子模式 | r | 查核樣品回收率 (n=4) | 添加樣品回收率(清水) (n=3) | 添加樣品回收率(原水) (n=4) | 定量極限(μg/L) |
| 待測物名稱 | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) | mean (%) | RSD (%) |
| Dicamba | 0.9966 | 103 | 10 | 76 | 9 | 71 | 22 | 0.50 |
| Dichloroprop | 0.9939 | 122 | 7 | 122 | 11 | 115 | 6 | 0.05 |
| Dinoseb | 0.9971 | 126 | 16 | 87 | 12 | 94 | 7 | 0.01 |
| 2,4-D | 0.9998 | 105 | 4 | 109 | 10 | 103 | 5 | 0.03 |
| 2,4-DB | 0.9991 | 108 | 5 | 119 | 18 | 110 | 3 | 0.05 |
| 2,4,5-T | 0.9995 | 113 | 8 | 108 | 7 | 105 | 2 | 0.05 |
| 2,4,5-TP | 0.9989 | 113 | 6 | 119 | 16 | 115 | 4 | 0.03 |
| MCPA | 0.9998 | 104 | 4 | 109 | 9 | 106 | 5 | 0.05 |
| MCPP | 0.9960 | 120 | 10 | 113 | 11 | 109 | 6 | 0.03 |

表六 單一實驗室使用固相萃取膜分析所得之準確度與精密度

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Corelation coefficient (r2) | 查核樣品回收率 (n=3) | 表面水回收率 (n=3) | 定量極限 |
| Mean (%) | RSD (%) | Mean (%) | RSD (%) | (μg/L) |
| Acephate | 0.991 | 79 | 9 | 71 | 22 | 0.5 |
| Azinphos-methyl | 0.993 | 74 | 11 | 76 | 19 | 0.5 |
| Bromophos-ethyl  | 0.991 | 75 | 12 | 57 | 13 | 2.5 |
| Carbophenothion  | 0.990 | 77 | 14 | 65 | 11 | 2.5 |
| Chlorpyrifos | 0.990 | 74 | 7 | 79 | 18 | 0.5 |
| Demeton | 0.991 | 64 | 10 | 74 | 17 | 0.5 |
| Demeton-S-methyl | 0.994 | 80 | 17 | 65 | 9 | 0.5 |
| Diazinon | 0.991 | 83 | 14 | 81 | 16 | 0.5 |
| Dichlorvos | 0.995 | 82 | 3 | 73 | 34 | 0.5 |
| Dicrotophos | 0.995 | 79 | 17 | 87 | 13 | 0.5 |
| Dimethoate | 0.998 | 92 | 8 | 81 | 14 | 0.5 |
| Disulfoton | 0.992 | 78 | 14 | 83 | 14 | 0.5 |
| EPN | 0.990 | 75 | 15 | 62 | 10 | 2.5 |
| Ethoprophos | 0.996 | 82 | 16 | 74 | 12 | 0.5 |
| Fenamiphos sulfone | 0.991 | 80 | 8 | 82 | 15 | 0.5 |
| Fenamiphos sulfoxide | 0.991 | 75 | 13 | 74 | 14 | 0.5 |
| Fenthion | 0.992 | 68 | 17 | 79 | 13 | 0.5 |
| Fonofos | 0.992 | 89 | 9 | 95 | 4 | 0.5 |
| Triazophos | 0.991 | 39 | 9 | 91 | 8 | 0.5 |
| Isoxathion | 0.990 | 82 | 6 | 78 | 18 | 0.5 |
| Malathion | 0.995 | 80 | 16 | 75 | 19 | 0.5 |
| Methamidophos | 0.992 | 92 | 11 | 96 | 2 | 1 |
| Methidathion | 0.993 | 90 | 15 | 95 | 22 | 1 |
| Mevinphos | 0.996 | 95 | 13 | 93 | 13 | 0.5 |
| Monocrotophos | 0.990 | 72 | 21 | 71 | 23 | 1 |
| Oxydemeton-methyl | 0.995 | 90 | 21 | 73 | 13 | 0.5 |
| Parathion | 0.992 | 93 | 7 | 90 | 21 | 0.5 |
| Phenthoate | 0.991 | 87 | 8 | 74 | 19 | 0.5 |
| Pencycuron | 0.995 | 63 | 20 | 93 | 7 | 0.5 |
| Prochloraz | 0.993 | 70 | 14 | 83 | 9 | 0.5 |
| Phorate | 0.991 | 78 | 10 | 72 | 21 | 0.5 |
| Phosalone | 0.994 | 77 | 11 | 87 | 8 | 0.5 |
| Phosmet | 0.990 | 76 | 14 | 74 | 24 | 0.5 |
| Pirimiphos-methyl | 0.993 | 78 | 17 | 91 | 6 | 0.5 |

表六 單一實驗室使用固相萃取膜分析所得之準確度與精密度(續)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Corelation coefficient (r2) | 查核樣品回收率 (n=3) | 表面水回收率 (n=3) | 定量極限 |
| Mean (%) | RSD (%) | Mean (%) | RSD (%) | (μg/L) |
| Profenofos | 0.992 | 75 | 6 | 76 | 16 | 0.5 |
| Quinalphos | 0.990 | 68 | 15 | 67 | 17 | 0.5 |
| Temephos | 0.990 | 78 | 11 | 57 | 27 | 0.5 |
| Terbufos | 0.991 | 68 | 15 | 73 | 18 | 0.5 |
| Trichlorfon | 0.993 | 49 | 14 | 49 | 43 | 1 |
| Aldicarb | 0.995 | 91 | 6 | 97 | 9 | 0.5 |
| Aldicarb sulfoxide | 0.990 | 82 | 10 | 44 | 12 | 1 |
| Aldicarb sulfone | 0.992 | 69 | 9 | 70 | 14 | 1 |
| Benfuracarb | 0.996 | 59 | 9 | 37 | 17 | 0.5 |
| Carbaryl | 0.996 | 114 | 7 | 113 | 16 | 0.5 |
| Carbofuran | 0.991 | 108 | 4 | 134 | 14 | 0.5 |
| 3-hydroxycarbfuran | 0.992 | 77 | 12 | 85 | 12 | 0.5 |
| Carbosulfan | 0.990 | 66 | 20 | 26 | 27 | 1 |
| Cartap | 0.993 | 74 | 15 | 68 | 15 | 2.5 |
| Ethiofencarb | 0.995 | 72 | 10 | 77 | 16 | 0.5 |
| Fenobucarb | 0.996 | 111 | 11 | 118 | 12 | 0.5 |
| Isoprocarb | 0.994 | 89 | 9 | 119 | 13 | 0.5 |
| Methiocarb | 0.995 | 80 | 9 | 100 | 13 | 0.5 |
| Methomyl | 0.992 | 40 | 14 | 28 | 19 | 0.5 |
| Oxamyl | 0.990 | 73 | 13 | 64 | 32 | 0.5 |
| Pirimicarb | 0.994 | 110 | 6 | 107 | 11 | 0.5 |
| Propoxur | 0.996 | 105 | 9 | 117 | 13 | 0.5 |
| Thiofanox | 0.997 | 92 | 8 | 59 | 31 | 0.5 |
| Cypermethrin | 0.991 | 83 | 9 | 68 | 19 | 1 |
| Deltamethrin | 0.992 | 74 | 15 | 80 | 14 | 0.5 |
| Fenpropathrin | 0.991 | 76 | 18 | 76 | 13 | 0.5 |
| Fenvalerate | 0.992 | 89 | 8 | 64 | 23 | 0.5 |
| Permethrin | 0.991 | 81 | 10 | 80 | 14 | 0.5 |
| Tau-fluvalinate | 0.992 | 85 | 14 | 75 | 14 | 0.5 |
| Carbendazim | 0.995 | 84 | 12 | 65 | 17 | 0.5 |
| Edifenphos | 0.994 | 64 | 10 | 86 | 8 | 0.5 |
| Metalaxyl | 0.996 | 93 | 7 | 90 | 9 | 0.5 |
| Fenitrothion | 0.990 | 74 | 14 | 74 | 14 | 1 |
| Hexaconazole | 0.995 | 81 | 7 | 84 | 11 | 0.5 |
| Thiophanate-methyl | 0.992 | 78 | 10 | 75 | 12 | 0.5 |

表六 單一實驗室使用固相萃取膜分析所得之準確度與精密度(續)

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 待測物名稱 | Corelation coefficient (r2) | 查核樣品回收率 (n=3) | 表面水回收率 (n=3) | 定量極限 |
| Mean (%) | RSD (%) | Mean (%) | RSD (%) | (μg/L) |
| Iprobenfos | 0.994 | 81 | 12 | 79 | 10 | 0.5 |
| Alachlor | 0.996 | 72 | 13 | 90 | 7 | 0.5 |
| Atrazine | 0.994 | 76 | 6 | 82 | 10 | 0.5 |
| Atrazine-desethyl | 0.990 | 43 | 14 | 76 | 19 | 1 |
| Atrazine-desisopropyl | 0.992 | 60 | 10 | 51 | 32 | 1 |
| Atrazine-desethyl | 0.994 | 81 | 6 | 68 | 19 | 2.5 |
| desisopropyl |
| Butachlor | 0.997 | 77 | 16 | 83 | 11 | 0.5 |
| Cyanazine | 0.996 | 71 | 15 | 84 | 10 | 0.5 |
| Diquat | 0.995 | 86 | 11 | 88 | 5 | 0.5 |
| Diuron | 0.994 | 87 | 7 | 79 | 12 | 0.5 |
| Isoproturon | 0.995 | 82 | 12 | 87 | 11 | 0.5 |
| Linuron | 0.996 | 78 | 14 | 90 | 9 | 0.5 |
| Mefenacet | 0.997 | 92 | 8 | 87 | 8 | 0.5 |
| Metolachor | 0.992 | 95 | 11 | 100 | 11 | 0.5 |
| Molinate | 0.990 | 68 | 32 | 86 | 9 | 2.5 |
| Pendimethalin | 0.992 | 80 | 14 | 63 | 20 | 0.5 |
| Propazine | 0.991 | 77 | 14 | 71 | 10 | 2.5 |
| Simazine | 0.996 | 77 | 11 | 79 | 9 | 0.5 |
| Ethion | 0.990 | 75 | 9 | 68 | 11 | 2.5 |
| Ethoprop | 0.996 | 74 | 11 | 75 | 10 | 0.5 |
| Quinoline | 0.990 | 74 | 16 | 67 | 18 | 2.5 |
| 2,4-D | 0.992 | 77 | 15 | 81 | 8 | 0.5 |
| 2,4-DB | 0.990 | 80 | 16 | 84 | 11 | 0.5 |
| 2,4,5-T | 0.993 | 82 | 13 | 86 | 8 | 1 |
| 2,4,5-TP (Silvex) | 0.992 | 71 | 9 | 69 | 11 | 1 |
| Dalapon | 0.992 | 72 | 12 | 69 | 12 | 0.5 |
| Dicamba | 0.993 | 89 | 8 | 89 | 7 | 1 |
| Dichloroprop | 0.996 | 99 | 7 | 100 | 5 | 0.5 |
| Dinoseb | 0.990 | 97 | 8 | 98 | 6 | 0.5 |
| Glufosinate | 0.990 | 63 | 11 | 62 | 12 | 2.5 |
| MCPA | 0.994 | 93 | 9 | 97 | 5 | 0.5 |
| MCPP | 0.993 | 95 | 13 | 100 | 6 | 0.5 |