

環境用藥禁止含有成分檢測方法—氣相層析質譜法

中華民國104年8月25日環署檢字第1040068979號公告

自中華民國104年12月15日生效

NIEA D910.02B

一、方法概要

本方法為參照「環境用藥檢測方法—樣品製備法，NIEA D901」，依不同劑型，加以適當前處理進行萃取濃縮、直接稀釋、衍生化或靜態頂空方式後，注入毛細管柱氣相層析質譜儀，檢測每個化合物相對於內標準品的滯留時間及質譜以確認並定量樣品中環境用藥公告禁止含有成分。

二、適用範圍

本方法適用於確認及定量環境用藥公告禁止含有成分中 62 種，如表一及表二。其他未表列之項目經驗證數據符合品保規定，亦可使用本方法檢測。

其中甲醛成分分析在本方法之四、設備及材料、五、試劑及七、步驟，需參照「毒性化學物質中醛類檢測方法-氣相層析質譜儀法，NIEA T707」之相關規定。氯苯、苯胺成分分析條件，可參考「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-氣相層析質譜儀法，NIEA T706」。

三、干擾

- (一) 試藥、溶劑或玻璃器皿所含之雜質，可能污染並干擾分析結果，玻璃器皿使用完畢，應立即以方才使用之溶劑淋洗，然後以清潔劑清洗，以水沖洗，繼之以試劑水淋洗、晾乾，再以二氯甲烷淋洗，晾乾後以鋁箔紙封口，放置於乾淨地點，避免污染。
- (二) 處理分析數據時，必須對方法空白及樣品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) 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溶劑空白，確認無殘留污染的情況。

四、設備與材料

(一) 樣品製備所需設備參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法，NIEA D901」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-樣品製備法，NIEA T704」及「原物料及產品中揮發性有機物檢測方法—平衡狀態頂空進樣氣相層析質譜儀法，NIEA M735」規定。

(二) 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。

(三) 氣相層析儀/質譜偵測器 (GC/MS) 系統

氣相層析儀：具升溫程式系統及進樣分流裝置

偵測器：具每秒掃瞄 35 至 500 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 可產生符合表三要求的質譜規範。

層析管柱：

1. 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。

2. DB-17 HT，30 m (長) × 0.25 mm (內徑)，膜厚度 0.15 μm 的毛細管柱或同級品。

(四) 頂空/氣相層析儀/質譜偵測器 (HS/GC/MS) 系統

氣相層析儀：具升溫程式系統及進樣分流裝置

偵測器：具每秒掃瞄 29 至 300 amu 及使用 70 電子伏特能量撞擊的質譜偵測器，且對氟溴化苯 (4-Bromofluorobenzene，BFB) 分析時可產生符合表四要求的質譜規範。

層析管柱：DB-624，長 20~60 m、內徑 0.18~0.32 mm，膜厚度 1.0~1.8 μm 的毛細管柱或同級品。

頂空自動進樣器：能以恆溫搖晃震動加熱樣品瓶，並以恆溫加熱氣密式注射針筒及清洗氣密式注射針筒之自動進樣器或相當功能者。

(五) 數據處理及圖譜資料庫系統：

氣相層析質譜儀應有具數據處理及定量的軟體，並附有美國科學技術研究所 (NIST) 的圖譜資料庫或類似資料庫以供比對。

五、試劑

- (一) 試劑水：本方法需使用不含有待測物之試劑水，其製法請參照「事業廢棄物檢測方法總則(NIEA R101)」相關規定。
- (二) 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 -10°C 至 -20°C 下並防止光線照射。
- (三) 樣品製備使用試劑參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法，NIEA D901」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-樣品製備法，NIEA T704」及「原物料及產品中揮發性有機物檢測方法—平衡狀態頂空進樣氣相層析質譜儀法，NIEA M735」規定。
- (四) 儲備標準溶液（表一待測物）：分別稱取約 50 mg（精確稱至 0.1 mg）分析試藥級之待測物，置於 10 mL 之量瓶，以適當溶劑溶解後，稀釋至刻度，計算其濃度。或使用市售經確認之標準溶液。
- (五) 儲備標準溶液（表二待測物）：儲備標準溶液可由純標準品自行配製或使用市售經確認之標準溶液。以已確認成分及純度的標準品，製備儲備標準溶液方式如下：
 1. 將 10 mL 量瓶放在天平上先歸零，加入大約 9.8 mL 甲醇，使其靜置約 10 分鐘，不要加蓋，直到所有沾到甲醇液體的容器表面乾燥為止，精確稱量量瓶重至 0.1 mg。
 2. 加入已確認純度的標準品：使用 100 μL 的注射針，立即加入適量之標準品於量瓶中，加入的標準品液體必需直接落入甲醇液體中，不得與量瓶的瓶頸部分接觸。
 3. 稱重後，以甲醇稀釋至刻度使充分混合。以標準品的淨重，計算其於溶液中的濃度 (mg/L)。若該化合物的純度為 96% 或更高時，則所稱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。
 4. 儲備標準溶液應儲存於有鐵氟龍內襯附螺旋蓋或夾壓式密封蓋

的玻璃瓶。瓶端空間愈少愈好，儲存於避光及-10°C或更低溫或依標準品製造商建議之溫度。使用後應儘速返還冰櫃中以免揮發性有機物揮發，儲存期限為一年或依製造商標示。

(六) 內標準品溶液 (表一待測物參考用)：購買或配製含 1,4-二氯苯-d₄ (1,4-Dichlorobenzene-d₄)、萘-d₈ (Naphthalene-d₈)、芴-d₁₀ (Acenaphthene-d₁₀)、菲-d₁₀ (Phenanthrene-d₁₀)、蒽-d₁₂ (Chrysene-d₁₂)及芘-d₁₂ (Perylene-d₁₂) (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 2000 至 4000 µg/mL 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，使每個內標準品的注入量建議 40 ng，使用較靈敏儀器則可降低注入量。

(七) 內標準品溶液 (表二待測物參考用)：購買或配製含五氟苯 (Pentafluorobenzene)、1,4-二氟苯 (1,4-Difluorobenzene) 及氯苯-d₅ (Chlorobenzene-d₅) (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 2000 至 4000 µg/mL 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，使每個內標準品的注入量建議 20 ng，使用較靈敏儀器則可降低注入量。

(八) 質譜儀校正標準品溶液：

1. 十氟三苯基磷 (Decafluorotriphenyl-phosphine, DFTPP) 標準品：用於表一待測物，濃度建議為 25 至 50 µg/mL，使用較精密之質譜儀則可降低濃度。
2. 4-溴氟苯 (4-Bromofluorobenzene, BFB) 標準品：用於表二待測物，濃度建議為 25 µg/mL，以甲醇為溶劑。使用較精密之質譜儀則可降低濃度。

六、採樣及保存

參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法，NIEA D901」及「環境用藥檢測方法—層析法，NIEA D902」規定。

七、步驟

(一) 樣品萃取

樣品依劑型的不同，參考公告之「環境用藥檢測方法-樣品製備

法，NIEA D901」，「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-樣品製備法，NIEA T704」及「原物料及產品中揮發性有機物檢測方法-平衡狀態頂空進樣氣相層析質譜儀法，NIEA M735」相關內容，加以適當前處理。

(二) 定性分析

先以氣相層析質譜儀全距掃描，以 NIST 圖譜資料庫、類似資料庫或標準品比對，確認是否含有禁止含有成分。若是，再針對待測物定量分析；若否，無須定量分析。

(三) 建立檢量線

1. 適當調整層析質譜儀各項參數，注射 DFTPP 或 BFB，所得質譜必需符合表三及表四的要求才能進行檢量線的建立及樣品分析工作，在分析樣品過程中，至少每隔 12 小時須重複此步驟一次。
2. 製備至少五種不同濃度之檢量線標準溶液；檢量線標準溶液其濃度範圍須涵蓋真實樣品之預估濃度或氣相層析質譜儀的偵測線性範圍內之濃度。
3. 確認質譜儀調整校正合乎要求後，將製作檢量線的不同濃度標準品溶液，注入氣相層析質譜儀分析。所有標準品溶液均應在質譜儀校正標準品注射後 12 個小時內分析完成。

表一待測物建議分析條件(可適當調整)如下：

起始溫度：35°C 維持 2 分鐘

溫控程式：每分鐘以 35°C 至 130°C，然後再以每分鐘 12°C 至 300°C 後，維持 12 分鐘

注入方式：注入口溫度：280°C

傳輸管溫度：280°C

載流氣體流速：1 mL/min

進樣量：以自動進樣器抽取 1 至 2 μ L 樣品分析。

離子化方式：70 eV 電子撞擊法。

質譜掃描範圍：35 至 500 amu。

掃描速率：至少 1 次/秒

表二待測物建議分析條件(可適當調整)如下：

起始溫度：30°C 維持 5 分鐘

溫控程式：每分鐘以 15°C 至 220°C，維持 3 分鐘

載流氣體流速：1 mL/min

注射體積：250 μL

離子化方式：70 eV 電子撞擊法。

質譜掃瞄範圍：29 至 250 amu。

掃瞄速率：至少 1 次/秒

4. 分析完成後，依照表五及表六所列化合物定量離子及其對應內標準品，以下列公式計算各化合物在各濃度中的感應因子 (Response factor, RF)。

$$RF = \frac{A_s \times C_{is}}{A_{is} \times C_s}$$

其中

A_s ：檢量線溶液中待測物 S 之波峰面積。

A_{is} ：檢量線溶液中內標準品之波峰面積。

C_s ：檢量線溶液中待測物 S 之含量 (μg)。

C_{is} ：檢量線溶液中內標準品之含量 (μg)。

由上述求得之 RF 再算出每一待測物的感應因子標準偏差 (SD) 及相對標準偏差 (RSD%)，其計算如下：

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

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

其中 \overline{RF} ：化合物在檢量線建立時的平均感應因子

RSD% 必須 $\leq 30\%$ 。若某一化合物之 RSD% 大於 30%，則可利用檢量線面積與內標準品面積之比值對濃度之一次或高次迴歸方式，繪製至少 5 點的校正濃度圖，其相關係數需大於或等於 0.99，使其定量時誤差最小。

(四) 檢量線查核分析

確認 DFTPP 或 BFB 質譜符合要求後，即可查核分析系統及

檢量線的適用性，其方法是將檢量線中點之待測物注入氣相層析質譜儀，以上述方法計算每一化合物的感應因子（RF），再以下列公式計算其相對誤差（D）。

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

其中 RFc：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一次。

（五）樣品分析

- 1.量取部分經參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法，NIEA D901」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-樣品製備法，NIEA T704」及「原物料及產品中揮發性有機物檢測方法—平衡狀態頂空進樣氣相層析質譜儀法，NIEA M735」製備後的樣品溶液，加入適量內標準品溶液，使樣品和檢量線標準品中內標準品濃度相同。
- 2.使用與檢量線查核分析時相同的儀器條件，分析配製好的樣品。
- 3.以第八節所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未落檢量線範圍，則必須將樣品稀釋或濃縮，以使溶液濃度落在檢量線範圍內且接近中間濃度為佳。
- 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；由於環境用藥種類繁多，基質各有不同，因此需視干擾物之成份來選取淨化步驟及沖提溶劑。淨化步驟可參考之方法有下列各項：礬土管柱淨化法（NIEA M181）、矽酸鎂淨化法（NIEA M182）、矽膠淨化法（NIEA M183）、膠滲透淨化法（NIEA M184）

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。標準質譜以 NIST 圖譜資料庫、使用者的質譜儀掃描或從檢量線標準品的分析取得，以作為樣品定性的依據。

(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。
2. 計算樣品中每一個確認過的待測物濃度如下：

$$\text{濃度(mg/kg)} = \frac{(A_s)(C_{is})(V_i)(D_f)}{(A_{is})(\overline{RF})(W_s)}$$

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_i = 萃液濃縮後體積 (mL)

D_f = 萃液稀釋倍數

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_s = 樣品取樣量 (g)

九、品質管制

- (一) 分析儀器查核：每日分析時，均須先執行每日校正，以確認層析質譜儀之功能正常。
- (二) 儀器調整及校正：層析質譜儀必須能達到第七節所述 DFTPP、BFB 及各檢量線查核化合物的品管要求。
- (三) 樣品分析：分析樣品時，應評估內標準品的變化。
 1. 方法空白：每一批次或每 20 個樣品至少應執行一次。空白樣品分析值應小於 1/10 檢量線最低點。

2.內標準品監測：其感應面積與最近的檢量線查核樣品之感應面積比較，應在 50% 至 200% 之間。

(四) 報告處理：由於環境用藥劑型種類等基質複雜而多樣，特訂檢量線最低濃度的 1/10 為本方法之偵測極限。

十、精密度及準確度

單一實驗室之查核樣品精密度與準確度如表七~表十一所示。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Separatory Funnel Liquid-Liquid Extraction, SW-846, Method 3510B, 1994.
- (二) U.S. EPA. Ultrasonic Extraction, SW-846, Method 3550B, 1996.
- (三) U.S. EPA. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography /Mass Spectrometry (GC/MS) : Capillary Column Technique, SW-846,Method 8270C, 1995.
- (四) U.S. EPA. Organophosphorus Compounds by Gas Chromatography: Capillary Column Technique, SW-846, Method 8141A, 1994.
- (五) U.S. EPA. Organochlorine Pesticides and PCBs by Gas Chromatography: Capillary Column Technique, SW-846, Method 8081, 1994.
- (六) 凌永健 陳秋雲，化學分析的偵測極限（上），科儀新知第十六卷第一期，1994.
- (七) 行政院環境保護署環境檢驗所環境檢測方法驗證程序準則，中華民國八十七年二月。
- (八) 行政院環境保護署，環境用藥檢測方法-樣品製備法（一）NIEA D901.01B，中華民國九十八年。
- (九) 行政院環境保護署環境檢驗所，以氣相層析質譜法檢測確認環境用藥不予查驗登記成分檢測方法建立及環境用藥成分檢測方法彙整訂定，EPA-87-1302-03-07，中華民國八十七年。

- (十) 行政院環境保護署，毒性化學物質中有機化合物檢測方法-氣相層析質譜儀法，NIEA T706.21B，中華民國九十七年。
- (十一) 行政院環境保護署，毒性化學物質中醛類檢測方法-氣相層析質譜儀法，NIEA T707.20B，中華民國九十七年。
- (十二) 行政院環境保護署，毒性化學物質中有機化合物檢測方法-樣品製備法，NIEA T704.21B，中華民國九十七年。
- (十三) 行政院環境保護署環境檢驗所，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，中華民國一百零一年。

註1：本檢測方法產生之廢液為含有機溶劑廢液，依一般含氯及不含氯有機廢液處理原則處理。

註2：環境用藥干擾現象明顯影響內標準品訊號時，可使用外標法計算樣品濃度。

表一、適用本方法檢測確認之待測物(非靜態頂空進樣方式)

編號	化合物	CAS No.
1	阿特靈(Aldrin)	309-00-2
2	蟲必死(α -BHC)	319-84-6
	(β -BHC)	319-85-7
	(δ -BHC)	319-86-8
3	可氣丹(Chlordane)	57-74-9
4	滴滴涕(DDT)	50-29-3
5	大利松(Diazinon)	333-41-5
6	鄰-二氯苯(o-Dichlorobenzene)	95-50-1
7	二氯松(Dichlorvos)	62-73-7
8	地特靈(Dieldrin)	60-57-1
9	大滅松(Dimethoate)	60-51-5
10	2,4-二硝基酚(2,4-Dinitrophenol)	51-28-5
11	二溴乙烷(EDB)	106-93-4
12	一品松(EPN)	2104-64-5
13	樂乃松(Fenchlorphos)	299-84-3
14	飛佈達(Heptachlor)	76-44-8
15	靈丹(Lindane)	58-89-9
16	巴拉松(Parathion)	56-38-2
17	苯胺 (Aniline)	62-53-3
18	氯苯 (Chlorobenzene)	108-90-7
19	甲醛(Formaldehyde)	50-00-0
20	滅蟻樂(Mirex)	2385-85-5
21	丙烯酸乙酯(Ethyl acrylate)	140-88-5
22	乙二醇乙醚(Ethoxyethanol)	110-80-5
23	環氧氯丙烷(Epichlorohydrin)	106-89-8
24	酚(Phenol)	71-43-2
25	甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	591-78-6
26	β -丁內酯(Beta-butyrolactone)	3068-88-0
27	異佛爾酮(Isophorone)	78-59-1
28	乙二醇乙醚醋酸酯 (Ethylene glycol monoethyl ether acetate)	111-15-9
29	對苯二酚(1,4-Benzene-diol)	123-31-9
30	諾福隆(Noviflumuron)	121451-02-3
31	硫脲(Thiourea)	62-56-6
32	五氯苯(Pentachlorobenzene)	608-93-5
33	乙烯硫脲(1-3-ethylene-2-thiourea)	96-45-7
34	壬基酚(NonylPhenol)	25154-52-3
35	4,6-二硝基鄰甲酚(4,6-Dinitro-o-cresol)	534-52-1

表一、適用本方法檢測確認之待測物(非靜態頂空進樣方式)(續)

編號	化合物	CAS No.
36	六氯苯(Hexachlorobenzene)	118-74-1
37	五氯酚(Pentachlorophenol)	87-86-5
38	賽速安(Thiamethoxam)	153719-23-4
39	安特靈(Endrin)	72-20-8
40	(Z)-9-二十三碳烯((Z)-9-Tricosene)	27519-02-4
41	磷酸鄰位三甲苯酯(Tri-o-cresyl phosphate)	78-30-8
42	磷酸三甲苯酯(Tricresyl phosphate)	1330-78-5
43	毒殺芬(Toxaphene)	8001-35-2
44	十氯酮(Chlordecone)	143-50-0
45	六氯芬(Hexachlorophene)	70-30-4

表二、適用靜態頂空氣相層析質譜儀檢測確認之待測物

編號	化合物	CAS No.
1	二氯二氟甲烷(Dichlorodifluoromethane)	75-71-8
2	一氯二氟甲烷(Chlorodifluoromethane)	75-45-6
3	二氯四氟乙烷(1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane)	76-14-2
4	一氯四氟乙烷(2-Chloro-1,1,1,2-tetrafluoroethane)	2837-89-0
5	氯甲烷(Chloromethane)	74-87-3
6	二氯甲烷(Dichloromethane)	75-09-2
7	三氯甲烷(Chloroform)	67-66-3
8	四氯化碳(Carbon tetrachloride)	56-23-5
9	苯(Benzene)	71-43-2
10	1,2-二氯乙烷(1,2-Dichloroethane)	107-06-2
11	乙二醇甲醚(2-Methoxyethanol)	109-86-4
12	三氯乙烯(Trichloroethylene)	79-01-6
13	1,2-二氯丙烷(1,2-Dichloropropane)	78-87-5
14	1,4-二氧陸園(1,4-Dioxane)	123-91-1
15	1,1,2-三氯乙烷(1,1,2-Trichloroethane)	79-00-5
16	四氯乙烯(Tetrachloroethylene)	127-18-4
17	甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	591-78-6

表三、十氟三苯基磷(DFTPP)質量強度要求標準

質荷比	離子比強度標準
51	質荷比(m/z)198的30~60%
68	小於質荷比(m/z)69的2%
70	小於質荷比(m/z)69的2%
127	質荷比(m/z)198的40~60%
197	小於質荷比(m/z)198的1%
198	最大尖峰，100%相對強度
199	質荷比(m/z)198的5~9%
275	質荷比(m/z)198的10~30%
365	大於質荷比(m/z)198的1%
441	存在但小於質荷比(m/z)443
442	大於質荷比(m/z)198的40%
443	質荷比(m/z)442的17~23%

表四、對氟溴化苯(BFB)質量強度要求標準

質荷比	離子比強度標準
50	質荷比(m/z)95 的 15~40%
75	質荷比(m/z)95 的 30~60%
95	基準峰，100%相對強度
96	質荷比(m/z)95 的 5~9%
173	小於質荷比(m/z)174 的 2%
174	大於質荷比(m/z)95 的 50%
175	質荷比(m/z)174 的 5~9%
176	大於質荷比(m/z)174 的 95%但小於 101%
177	質荷比(m/z)176 的 5~9%

表五、待測物及內標準品電子撞擊產生之主要離子

化合物	定量離子	次要離子	次要離子	次要離子
1,4-二氯苯-d ₄ (1,4-Dichlorobenzene-d ₄)	152	150	115	78
萘-d ₈ (Naphthalene-d ₈)	136	108	68	-
芴-d ₁₀ (Acenaphthene-d ₁₀)	164	162	160	80
菲-d ₁₀ (Phenathrene-d ₁₀)	188	80	94	187
蒽-d ₁₂ (Chrysene-d ₁₂)	240	120	118	236
芘-d ₁₂ (Perylene-d ₁₂)	264	132	130	260
1,2-二溴乙烷(1,2-Dibromoethane)	107	107	188	81
1,2-二氯苯(1,2-Dichlorobenzene)	146	148	111	75
二氯松(Dichlorvos)	109	185	220	145
2,4-二硝基酚(2,4-Dinitrophenol)	184	63	53	91
α-蟲必死(α-BHC)	183	181	109	219
大滅松(Dimethoate)	87	93	125	229
大利松(Diazinon)	179	304	137	277
β-蟲必死(β-BHC)	181	183	109	-
靈丹(Lindane)	183	181	109	219
δ-蟲必死(δ-BHC)	183	181	109	219
樂乃松(Fenchlorphos)	285	287	125	167
飛佈達(Heptachlor)	100	272	274	337
巴拉松(Parathion)	109	109	97	291
阿特靈(Aldrin)	66	263	220	186
γ-可氯丹(γ-Chlordane)	373	272	237	410
α-可氯丹(α-Chlordane)	373	272	237	410
地特靈(Dieldrin)	79	263	279	345
2,4'-滴滴涕(2,4'-DDT)	235	237	165	354
4,4'-滴滴涕(4,4'-DDT)	235	237	165	354
一品松(EPN)	157	157	169	185
甲醛-DNPH(Formaldehyde-DNPH)	188	94	80	-
氯苯(Chlorobenzene)	112	77	114	51
苯胺(Aniline)	93	66	65	39
滅蟻樂(Mirex)	272	237	274	332
丙烯酸乙酯(Ethyl acrylate)	55	99	82	45
乙二醇乙醚(Ethoxyethanol)	59	45	72	43
環氧氯丙烷(Epichlorohydrin)	57	69	42	
酚(Phenol)	94	66	65	39
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	43	58	100	85

表五、待測物及內標準品電子撞擊產生之主要離子(續)

化合物	定量離子	次要離子	次要離子	次要離子
β-丁內酯(Beta-butyrolactone)	42	43	71	
異佛爾酮(Isophorone)	82	138	54	39
乙二醇乙醚醋酸酯 (Ethylene glycol monoethyl ether acetate)	43	59	72	87
對-苯二酚(1,4-Benzene-diol)	110	81	55	53
諾福隆(Noviflumuron) * ¹	141	153	117	63
硫脲(Thiourea)	76	60	43	
諾福隆(Noviflumuron) * ²	221	371	373	192
五氯苯(Pentachlorobenzene)	250	248	252	215
乙烯硫脲(1-3-ethylene-2-thiourea)	102	73	72	43
諾福隆(Noviflumuron) * ³	194	345	347	196
壬基酚(NonylPhenol) * ⁴	135	121	149	107
4,6-二硝基鄰甲酚(4,6-Dinitro-o-cresol)	198	51	121	105
六氯苯(Hexachlorobenzene)	284	286	282	142
五氯酚(Pentachlorophenol)	266	268	264	165
賽速安(Thiamethoxam) * ⁵	182	247	212	132
安特靈(Endrin)	263	281	345	245
(Z)-9-二十三碳烯((Z)-9-Tricosene)	97	83	69	322
磷酸鄰位三甲苯酯 (Tri-o-cresyl phosphate)	165	179	277	368
鄰酸三甲苯酯(Tricresyl phosphate)	368	165	198	243
毒殺芬(Toxaphene) * ⁶	159	197	231	
十氯酮(Chlordecone)	272	355	237	218
六氯芬(Hexachlorophene)	196	198	209	406
五氟苯(Pentafluorobenzene)	168			
1,4-二氟苯(1,4-Difluorobenzene)	114			
氯苯-d ₅ (Chlorobenzene-d ₅)	117			
二氯二氟甲烷(Dichlorodifluoromethane)	85	87	101	
一氯二氟甲烷(Chlorodifluoromethane)	51	67	69	
二氯四氟乙烷 (1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane)	85	87	101	
一氯四氟乙烷 (2-Chloro-1,1,1,2-tetrafluoroethane)	67	69	101	
氯甲烷(Chloromethane)	50	52		
二氯甲烷(Dichloromethane)	84	86	88	49

表五、待測物及內標準品電子撞擊產生之主要離子(續)

化合物	定量離子	次要離子	次要離子	次要離子
三氯甲烷(Chloroform)	83	85	87	47
四氯化碳(Carbon tetrachloride)	117	119	121	82
苯(Benzene)	78	51		
1,2-二氯乙烷(1,2-Dichloroethane)	62	64	49	98
乙二醇甲醚(2-Methoxyethanol)	76	45		
三氯乙烯(Trichloroethylene)	130	132	95	97
1,2-二氯丙烷(1,2-Dichloropropane)	63	76	41	97
1,4-二氧陸園(1,4-Dioxane)	88	58		
1,1,2-三氯乙烷(1,1,2-trichloroethane)	97	99	83	85
四氯乙烯(Tetrachloroethylene)	166	164	129	131
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	58	43	100	85

*1、*2、*3為諾福隆的裂解分子

*4壬基酚為混合物，以定量離子積分面積加總計算。

*5賽速安的裂解分子。

*6毒殺芬為混合物，以定量離子積分面積加總計算。

表六、內標準品及其對應的化合物

1,4-二氯苯-d ₄ (1,4-Dichlorobenzene-d ₄), IS	萘-d ₈ (Naphthalene-d ₈), IS
1,2-二溴乙烷(1,2-Dibromoethane)	二氯松(Dichlorvos)
1,2-二氯苯(1,2-Dichlorobenzene)	滅蟻樂(Mirex)
氯苯(Chlorobenzene)	異佛爾酮(Isophorone)
苯胺(Aniline)	乙二醇乙醚醋酸酯(Ethylene glycol monoethyl ether acetate)
丙烯酸乙酯(Ethyl acrylate)	對-苯二酚(1,4-Benzene-diol)
乙二醇乙醚(Ethoxyethanol)	諾福隆(Noviflumuron)
環氧氯丙烷(Epichlorohydrin)	
酚(Phenol)	
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	
β-丁內酯(Beta-butyrolactone)	
芴-d ₁₀ (Acenaphthene-d ₁₀), IS	菲-d ₁₀ (Phenanthrene-d ₁₀), IS
2,4-二硝基酚(2,4-Dinitrophenol)	α-蟲必死(α-BHC)
硫脲(Thiourea)	大滅松(Dimethoate)
五氯苯(Pentachlorobenzene)	β-蟲必死 (β-BHC)
乙烯硫脲(1-3-ethylene-2-thiourea)	大利松(Diazinon)
4,6-二硝基鄰甲酚(4,6-Dinitro-o-cresol)	靈丹(Lindane)
	δ-蟲必死(δ-BHC)
	樂乃松(Fenchlorphos)
	飛佈達(Heptachlor)
	甲醛-DNPH(Formaldehyde-DNPH)
	壬基酚(NonylPhenol)
	六氯苯(Hexachlorobenzene)
	五氯酚(Pentachlorophenol)
	賽速安(Thiamethoxam)
蒽-d ₁₂ (Chrysene-d ₁₂), IS	芘-d ₁₂ (Perylene-d ₁₂), IS
巴拉松(Parathion)	磷酸三甲苯酯(Tricresyl phosphate)
阿特靈(Aldrin)	六氯芬(Hexachlorophene)
γ-可氯丹(γ-Chlordane)	
α-可氯丹(α-Chlordane)	
地特靈(Dieldrin)	
2,4'-滴滴涕(2,4'-DDT)	
4,4'-滴滴涕(4,4'-DDT)	
一品松(EPN)	
安特靈(Endrin)	
(Z)-9-二十三碳烯((Z)-9-Tricosene)	
毒殺芬(Toxaphene)	
磷酸鄰位三甲苯酯(Tri-o-cresyl phosphate)	
十氯酮(Chlordecone)	

表六、內標準品及其對應的化合物(續)

五氟苯(Pentafluorobenzene), IS	1,4-二氟苯(1,4-Difluorobenzene), IS
二氯二氟甲烷(Dichlorodifluoromethane)	四氯化碳(Carbon tetrachloride)
一氯二氟甲烷(Chlorodifluoromethane)	苯(Benzene)
二氯四氟乙烷 (1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane)	1,2-二氯乙烷(1,2-Dichloroethane)
一氯四氟乙烷 (2-Chloro-1,1,1,2-tetrafluoroethane)	乙二醇甲醚(2-Methoxyethanol)
氯甲烷(Chloromethane)	
二氯甲烷(Dichloromethane)	
三氯甲烷(Chloroform)	
氯苯-d ₅ (Chlorobenzene-d ₅), IS	
三氯乙烯(Trichloroethylene)	
1,2-二氯丙烷(1,2-Dichloropropane)	
1,4-二氧陸園(1,4-Dioxane)	
1,1,2-三氯乙烷(1,1,2-trichloroethane)	
四氯乙烯(Tetrachloroethylene)	
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	

此表選定內標準品及其對應化合物為參考用，可依實際分析狀況自行調整

表七、單一實驗室超音波振盪法(基質為電蚊香片)之精密度與準確度(n=3)

化合物	準確度(%)	精密度(%)
1,2-二溴乙烷(1,2-Dibromoethane)	36.4±17.4	23.9
1,2-二氯苯(1,2-Dichlorobenzene)	61.7±19.7	16.0
二氯松(Dichlorvos)	94.8±17.0	9.0
2,4-二硝基酚(2,4-Dinitrophenol)	112.8±19.3	8.6
α-蟲必死(α-BHC)	96.4±14.0	7.3
大滅松(Dimethoate)	89.5±24.6	13.8
大利松(Diazinon)	96.9±16.4	8.5
β-蟲必死(β-BHC)	98.4±16.2	8.2
靈丹(Lindane)	95.2±16.5	8.7
δ-蟲必死(δ-BHC)	89.2±16.3	9.2
樂乃松(Fenchlorphos)	91.5±19.0	10.4
飛佈達(Heptachlor)	102.6±26.7	13.0
巴拉松(Parathion)	100.2±23.7	11.8
阿特靈(Aldrin)	104.2±24.5	11.8
γ-可氣丹(γ-Chlordane)	85.4±30.5	17.8
α-可氣丹(α-Chlordane)	88.8±25.3	14.3
地特靈(Dieldrin)	97.1±55.0	28.3
2,4'-滴滴涕(2,4'-DDT)	96.9±16.0	8.3
4,4'-滴滴涕(4,4'-DDT)	96.2±16.5	8.6
一品松(EPN)	88.8±19.6	11.0
乙二醇乙醚醋酸酯(Ethylene glycol monoethyl ether acetate)	92.7±11.0	5.5
酚(Phenol)	92.0±9.5	4.8
異佛爾酮(Isophorone)	90.5±11.1	5.5
對-苯二酚(1,4-Benzene-diol)	94.2±11.3	5.7
六氯苯(Hexachlorobenzene)	93.0±13.2	6.6
五氯酚(Pentachlorophenol)	100.1±12.8	6.4
賽速安(Thiamethoxam)	91.7±7.0	3.5
安特靈(Endrin)	95.2±13.6	6.8
(Z)-9-二十三碳烯((Z)-9-Tricosene)	93.5±12.6	6.3
十氯酮(Chlordecone)	92.2±17.7	8.8
磷酸鄰位三甲苯酯(Tri-o-cresyl phosphate)	93.8±12.3	6.1
磷酸三甲苯酯(Tricresyl phosphate)	111.5±7.4	3.7

準確度及精密度之計算公式如下所示

$$\text{準確度 \%} = \frac{\text{平均值}}{\text{實際配製濃度}} \times 100 \% \pm 2 \times \text{標準差 \%}$$

$$\text{精密度 \%} = \frac{\text{標準差}}{\text{平均值}} \times 100 \%$$

表八、單一實驗室超音波振盪法(基質為殺蟲粉劑)之精密度與準確度(n=3)

化合物	準確度(%)	精密度(%)
乙二醇乙醚醋酸酯(Ethylene glycol monoethyl ether acetate)	98.5±4.4	2.2
酚(Phenol)	94.8±4.8	2.4
異佛爾酮(Isophorone)	91.3±4.4	2.2
對-苯二酚(1,4-Benzene-diol)	95.5±5.8	2.9
乙烯硫脲(1-3-ethylene-2-thiourea)	95.2±10.6	5.3
4,6-二硝基鄰甲酚(4,6-Dinitro-o-cresol)	107.6±6.4	3.2
六氯苯(Hexachlorobenzene)	92.8±4.7	2.4
五氯酚(Pentachlorophenol)	92.3±5.5	2.7
賽速安(Thiamethoxam)	98.2±5.5	2.7
安特靈(Endrin)	98.6±4.3	2.2
(Z)-9-二十三碳烯((Z)-9-Tricosene)	97.8±2.8	1.4
十氯酮(Chlordecone)	96.6±9.7	4.8
磷酸鄰位三甲苯酯(Tri-o-cresyl phosphate)	95.4±3.8	1.9
磷酸三甲苯酯(Tricresyl phosphate)	92.8±3.2	1.6

表九、單一實驗室超音波振盪法(基質為殺蟑藥)之精密度與準確度(n=3)

化合物	準確度(%)	精密度(%)
丙烯酸乙酯(Ethyl acrylate)	103.6±4.9	2.5
乙二醇乙醚(Ethoxyethanol)	109.7±14.0	7.0
環氧氯丙烷(Epichlorohydrin)	106.2±3.5	1.8
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	102.6±4.0	2.0
β-丁內酯(Beta-butyrolactone)	105.3±6.1	3.1
乙二醇乙醚醋酸酯(Ethylene glycol monoethyl ether acetate)	91.5±4.4	2.2
五氯苯(Pentachlorobenzene)	108.1±3.5	1.8
壬基酚(NonylPhenol)	112.6±8.4	4.2
毒殺芬(Toxaphene)	115.2±13.6	6.8
十氯酮(Chlordecone)	95.4±13.0	6.5

表十、單一實驗室直接稀釋法之精密度與準確度(n=7)

化合物	準確度	精密度(%)
1,2-二溴乙烷(1,2-Dibromoethane)	91.0±9.9	5.4
1,2-二氯苯(1,2-Dichlorobenzene)	103.6±5.2	2.5
二氯松(Dichlorvos)	119.2±30.7	12.9
2,4-二硝基酚(2,4-Dinitrophenol)	75.1±11.2	7.4
α-蟲必死(α-BHC)	102.2±7.4	3.6
大滅松(Dimethoate)	99.2±23	11.6
大利松(Diazinon)	101.6±6.7	3.3
β-蟲必死(β-BHC)	104.0±9.8	4.7
靈丹(Lindane)	99.8±13.0	6.5
δ-蟲必死(δ-BHC)	105.2±10.9	5.2
樂乃松(Fenclorphos)	101.8±20.6	10.1
飛佈達(Heptachlor)	106.6±14.9	7.0
巴拉松(Parathion)	103.2±10.7	5.2
阿特靈(Aldrin)	109.0±13.5	6.2
γ-可氯丹(γ-Chlordane)	94.0±34	18.1
α-可氯丹(α-Chlordane)	91.2±25.3	13.9
地特靈(Dieldrin)	97.2±40.0	20.6
2,4'-滴滴涕(2,4'-DDT)	96.4±7.2	3.7
4,4'-滴滴涕(4,4'-DDT)	98.0±6.6	3.4
一品松(EPN)	94.4±2.5	1.3
苯胺(Aniline)	100.2±5.2	2.6
甲醛-DNPH (Formaldehyde-DNPH)	95.2±3.6	1.7

註：苯胺、甲醛兩項待測物之精密度與準確度，分別參照本署公告檢測方法編號 NIEA T706 及 NIEA T707。

表十一、單一實驗室靜態頂空進樣法之精密度與準確度(n=8)

化合物	準確度(%)	精密度(%)
二氯二氟甲烷(Dichlorodifluoromethane)	146.2±17.3	8.7
一氯二氟甲烷(Chlorodifluoromethane)	100.6±10.9	5.5
二氯四氟乙烷 (1,2-Dichloro-1,1,2,2-tetrafluoroethane)	113.4±11.0	5.5
一氯四氟乙烷 (2-Chloro-1,1,1,2-tetrafluoroethane)	94.1±9.7	4.8
氯甲烷(Chloromethane)	86.7±12.4	6.2
二氯甲烷(Dichloromethane)	103.7±8.4	4.2
三氯甲烷(Chloroform)	95.3±6.5	3.3
四氯化碳(Carbon tetrachloride)	97.1±6.4	3.2
苯(Benzene)	55.1±6.4	3.7
1,2-二氯乙烷(1,2-Dichloroethane)	109.5±5.8	2.9
乙二醇甲醚(2-Methoxyethanol)	64.1±5.0	2.5
三氯乙烯(Trichloroethylene)	100.7±6.3	3.2
1,2-二氯丙烷(1,2-Dichloropropane)	98.0±5.6	2.8
1,4-二氧陸圜(1,4-Dioxane)	114.4±21.1	10.5
1,1,2-三氯乙烷(1,1,2-Trichloroethane)	125.3±9.3	4.6
四氯乙烯(Tetrachloroethylene)	62.2±5.7	2.9
甲基丁基甲酮(2-Hexanone)	88.5±4.4	2.7

準確度及精密度之計算公式如下所示(實際配製濃度 = 1400 ng / 25 mL)

$$\text{準確度 \%} = \frac{\text{平均值}}{\text{實際配製濃度}} \times 100 \% \pm 2 \times \text{標準差 \%}$$

$$\text{精密度 \%} = \frac{\text{標準差}}{\text{平均值}} \times 100 \%$$