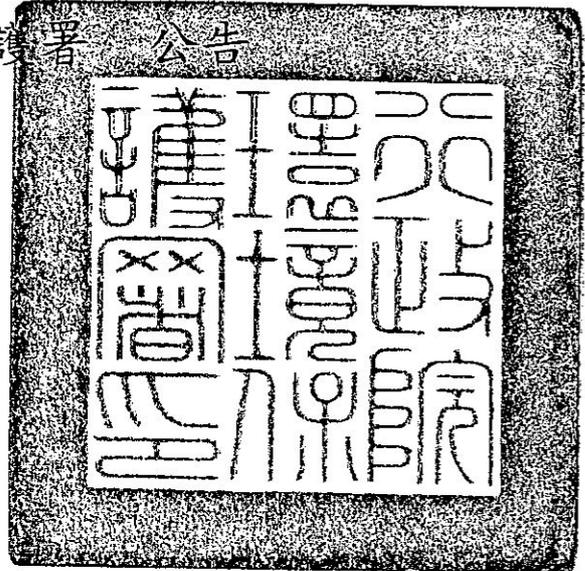


行政院環境保護署 公告

發文日期：中華民國103年11月5日
發文字號：環署檢字第1030092943號



主旨：訂定「胺基甲酸鹽檢測方法—高效能液相層析法／螢光偵測器檢驗法（NIEA M613.00C）」，並自中華民國一百零四年二月十五日生效。

依據：水污染防治法第六十八條、海洋污染防治法第九條第三項、廢棄物清理法第七十五條、土壤及地下水污染整治法第十條第三項、飲用水管理條例第十二條之一第三項。

公告事項：方法內容詳如附件。

署長 魏國彥

行政院環境保護署 公告

發文日期：中華民國103年11月5日
發文字號：環署檢字第1030092964號



主旨：廢止「胺基甲酸鹽檢測方法—高效能液相層析法／螢光偵測器檢驗法（NIEA R613.21C）」，並自中華民國一百零四年二月十五日生效。

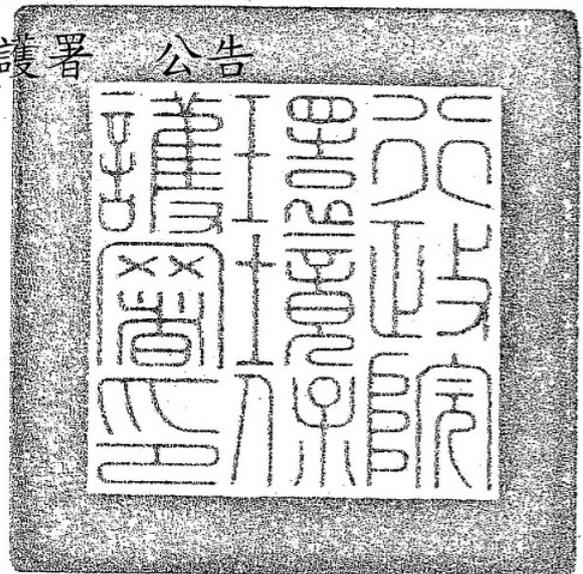
依據：廢棄物清理法第七十五條。

公告事項：廢止「胺基甲酸鹽檢測方法—高效能液相層析法／螢光偵測器檢驗法（NIEA R613.21C）」。

署長 魏國彥

行政院環境保護署 公告

發文日期：中華民國103年11月5日
發文字號：環署檢字第1030092970號



主旨：廢止「事業廢棄物萃出液中胺基甲酸鹽農藥檢測方法—液相層析／螢光偵測器法（NIEA R608.11B）」，並自中華民國一百零四年二月十五日生效。

依據：廢棄物清理法第七十五條。

公告事項：廢止「事業廢棄物萃出液中胺基甲酸鹽農藥檢測方法—液相層析／螢光偵測器法（NIEA R608.11B）」。

署長 魏國彥

胺基甲酸鹽檢測方法－高效能液相層析法／螢光偵測器檢驗法

中華民國 103 年 11 月 5 日環署檢字第 1030092943 號公告
自中華民國 104 年 2 月 15 日生效
NIEA M613.00C

一、方法概要

胺基甲酸鹽 (N-methylcarbamates) 以二氯甲烷自水樣中萃取，或以乙腈 (acetonitrile) 自非水相樣品中萃取。將萃取溶劑置換成甲醇/乙二醇，然後將此萃液經 C-18 管匣淨化、過濾後，以高效能液相層析儀分析管柱分離待測物，分離後的待測物在管柱後 (post-column) 被水解及衍生化，再以螢光偵測器檢測定量之。

二、適用範圍

- (一) 本方法用於測定水、家庭廢水、工業廢水、滲出液、事業廢棄物溶出液、土壤、固體底泥、廢棄物、污泥、濃稠懸浮液、受非水性物質 (如油類) 嚴重污染的泥土及非水性液體中胺基甲酸鹽的濃度。化合物名稱如表一。其他未在表列中的待測物經驗證，亦可適用本方法。
- (二) 本方法的靈敏度依干擾存在程度而定，而非依儀器狀況而定。若萃出高濃度螢光化合物的廢棄物樣品，可預期其偵測極限將明顯提高。
- (三) 本方法宜由對高效能液相層析儀 (HPLC) 經驗豐富且熟悉層析圖譜解析之分析人員使用，或在其督導下使用。每一分析人員必須證明其具有依本方法產生可接受分析結果的能力。

三、干擾

- (一) 本方法之干擾可能來自溶劑、試劑、玻璃器皿及其他處理過程所接觸器具之污染。這些干擾會導致液相層析圖基線之上移。因此，必須以試劑水進行系統空白試驗，以證實在此分析條件下，所有的物質及器具均未受污染。
- (二) 玻璃器皿必須徹底地清洗以避免干擾。使用過之玻璃器皿先用清潔劑浸泡清洗，再依次以自來水與試劑水淋洗，乾燥後密封其開口並放置於乾淨的環境中。

- (三) 使用高純度的試劑及溶劑可將干擾程度減至最小，必要時可使用全玻璃製之蒸餾系統將溶劑純化。
- (四) 使用高效能液相層析儀分析高濃度樣品後，緊接著分析另一低濃度樣品時，可能會造成干擾。必要時可分析高濃度樣品後注射一針或數針甲醇，以證實針頭未殘留污染物。
- (五) 螢光化合物（主要是烷基胺類）以及於鹼性時水解會產生一級烷基胺類的化合物，都是潛在的干擾源。
- (六) 共沖提（Coeluting）出來的螢光抑制化合物可能造成負干擾。

四、設備及材料

(一) 高效能液相層析系統

- 1. 樣品自動注入裝置（選擇性）。
 - 2. 高壓幫浦：可耐壓力 4000 psi。
 - 3. 管柱溫控裝置：30 ~ 40°C。
 - 4. 層析管柱：Waters Carbamate Analysis Column，3.9 mm × 150 mm，粒徑 4 μm；或 C-18 逆相 HPLC 管柱，25 cm × 4.6 mm，粒徑 5 μm 或同級品。
 - 5. 管柱後衍生反應器：
 - (1) 管路：Polyetheretherketone (PEEK) 或鐵氟龍 (PTFE) 材質
 - (2) 2 具輸送泵：流速範圍涵括 0.1 至 1.0 mL/min
 - (3) T 型接頭 (mixing tees)
 - (4) 2 套容積各為 1.0 mL 之滯留管 (delay coils)
 - (5) 恆熱器 (溫度可達 95°C)
 - 6. 螢光偵測器。
 - 7. 資料收集處理系統。
- ##### (二) 離心機。
- (三) 分析天平：可精秤至 0.0001 g。
 - (四) 上皿天平：可精秤至 0.01 g。
 - (五) 平板振盪器 (platform shaker)。

- (六) 加熱塊 (Heating block) 或同等裝置，可容納 20 mL 有刻度樣品瓶。
- (七) 注射針：容積為 50 μ L 或自動注射器。
- (八) 濾紙：Whatman # 113、114 或同級品。
- (九) C-18 逆相萃取管匣 (Reverse phase cartridges)：Waters Associates C-18 Sep-Pak^R 或同級品。
- (十) 量瓶：A 級，5 mL，10 mL，25 mL，50 mL，100 mL 及 1 L，視實際使用之體積選用。
- (十一) 錐形瓶：250 mL，配備鐵氟龍內襯之螺旋蓋。
- (十二) 分液漏斗：250 mL，具磨砂玻璃瓶塞及鐵氟龍活栓。
- (十三) 量筒：100 mL。
- (十四) 有刻度的玻璃樣品瓶：10 mL，20 mL。
- (十五) 離心管：250 mL。
- (十六) 樣品瓶：25 mL 或其他適當體積，玻璃材質具鐵氟龍內襯螺旋蓋或夾壓式密封蓋。
- (十七) 微量移液管：可調整體積，配備可更換吸管頭。
- (十八) 拋棄式過濾膜：0.22 及 0.45 μ m 之 PVDF 薄膜，用於過濾樣品與檢量線標準溶液。

五、試劑

- (一) 所有檢測時使用的試劑必須是 HPLC 級，若使用其他等級試藥，則在使用前必須確認該試藥的純度足夠，使檢測結果的準確度不致降低。試劑必須存放在玻璃容器內，以避免塑膠容器之污染物溶入其中。
- (二) 試劑水：不含有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。
- (三) 一般試劑
 1. 乙腈 (CH_3CN)：HPLC 級或同級品。
 2. 甲醇 (CH_3OH)：HPLC 級或同級品。
 3. 二氯甲烷 (CH_2Cl_2)：HPLC 級或同級品。
 4. 正己烷 (C_6H_{14})：殘量級。

5. 乙二醇 (HOCH₂CH₂OH) : 試藥級。

6. 磷酸 (H₃PO₄) : 試藥級。

(四) 0.075 N 氫氧化鈉溶液：溶解約 3 g 氫氧化鈉至 1 L，或以試劑水稀釋 4 mL 之 50% 氫氧化鈉溶液至 1 L。使用前須過濾及除氣。

(五) OPA 反應溶液：先溶解 100 ± 10 mg 鄰苯二甲醛 (*o*-phthalaldehyde) 於 10 mL 甲醇中，再以 0.05N 四硼酸鈉溶液定容至 1 L，續加入 1 mL 之 2-巰硫乙醇 (2-Mercaptoethanol) 或 2 ± 0.2 g 之 N,N'-二甲基-2-巰硫乙胺鹽酸鹽 (N,N'-dimethyl-2-mercaptoethylamine hydrochloride)，均勻混合之。本溶液對光敏感，應儲放於避光容器中，於使用前再配製，雖然此溶液在配製後至少 36 小時內穩定，但隨實驗室環境不同而有所改變，因此建議每次使用時重新配製。

1. 鄰苯二甲醛 (*o*-phthalaldehyde)，*o*-C₆H₄(CHO)₂ : 試藥級。

2. 2-巰硫乙醇 (2-Mercaptoethanol)，HSCH₂CH₂OH : 試藥級，液體，具惡臭，建議於抽氣櫃下操作。

3. N,N'-二甲基-2-巰硫乙胺鹽酸鹽 (N,N'-dimethyl-2-mercaptoethylamine hydrochloride) : 固體，建議於抽氣櫃下操作。

4. 0.05 N 四硼酸鈉溶液：溶解 19.1 g 十水合四硼酸鈉 (Na₂B₄O₇ · 10H₂O) 於適量試劑水中，再稀釋至 1 L。若使用攪拌子攪拌，可於 2 小時內溶解。使用前須過濾及除氣。

(六) 胺基甲酸鹽標準品：

1. 儲備標準溶液：各別溶解約 0.01 g 標準品於適量甲醇中，分別定容至 10 mL，配得各標準品濃度約 1,000 mg/L。將儲備溶液移至棕色樣品瓶中，置於 -10°C 以下暗處貯存。市售之各種濃度儲備溶液若其濃度經認證，亦可使用。

2. 中間標準溶液：將各待測物儲備標準溶液混合後配得濃度皆為 10 mg/L 或其他適當濃度的中間儲備溶液，建議之稀釋溶劑為甲醇，置於 -10°C 暗處貯存，可放 6 個月。

3. 檢量線標準溶液：使用甲醇稀釋中間儲備溶液，配製適當濃度後，再以 0.22 μm 拋棄式過濾膜過濾，置於避光樣品瓶於 4 ± 2°C 保存。

(七) 檸檬酸二氫鉀 ($C_6H_7KO_7$) : 試藥級。

(八) 硫代硫酸鈉($Na_2S_2O_3$) : 試藥級。

六、採樣與保存

(一) 由於胺基甲酸鹽在鹼性環境中極不穩定，水、廢水及滲出液於採集後應立即以檸檬酸二氫鉀酸化至 pH 為 4 ± 1 保存之。可於採樣瓶預先添加適當之檸檬酸二氫鉀，依照採樣瓶體積計算，使檸檬酸二氫鉀濃度為 9.2 ~ 9.5 g/L，此緩衝溶液之 pH 值約為 3.8，可防止 oxamyl、3-hydroxycarbofuran、carbaryl 以及 methiocarb 水解。若水樣中含有餘氯，則應預先於採樣瓶中添加硫代硫酸鈉，依照採樣瓶體積計算，使硫代硫酸鈉濃度為 80 ~ 320 mg/L，若水樣含有餘氯，則 aldicarb 與 methiocarb 將快速地分解。採樣時不可預洗採樣瓶，裝滿水樣後密封之，激烈搖盪 1 分鐘。

(二) 胺基甲酸鹽對熱很敏感，所以從樣品採集至分析的這段期間，將樣品儲存於 $4 \pm 2^\circ C$ ，且避免陽光直射。

(三) 樣品須於採集後 7 天內萃取，並於萃取後 40 天內分析。

七、步驟

(一) 萃取：可依以下步驟或使用其他經驗證之萃取方式進行。

1. 水、家庭廢水、工業廢水、滲出液及事業廢棄物溶出液：量取 100 mL 樣品，置於 250 mL 分液漏斗中，以 30 mL 二氯甲烷激烈搖動萃取約 2 分鐘。再重複此萃取步驟兩次。將三次萃取所得的萃液集中於 100 mL 量瓶中，以二氯甲烷稀釋至標線。再依七、(二) 進行後續步驟。

2. 土壤、底泥、廢棄物、污泥及濃稠懸浮液：

(1) 測定樣品乾重百分率：

樣品分析結果欲以乾重為基礎來計算時，於秤取分析樣品之時，應同時秤取測定樣品乾重百分率的樣品。秤取用於萃取的樣品之後立即秤取 5 至 10 g 的樣品於坩鍋中，將樣品置於 $105^\circ C$ 下，烘乾過夜 (註)，次日置於乾燥皿中冷卻後秤重，依下式計算乾重百分率 (% 乾重)：

$$\text{乾重}(\%) = \frac{\text{乾燥樣品重}(g)}{\text{樣品重}(g)} \times 100\%$$

(2) 萃取：

秤取 20 ± 0.1 g 樣品，置於 250 mL 具鐵氟龍內襯之螺旋蓋的錐形瓶中，加入 50 mL 乙腈，並以振盪器振盪 2 小時。靜置 5 至 10 分鐘使之沈降，然後將萃液移入 250 mL 離心管中。再重覆此萃取步驟兩次，每次用 20 mL 乙腈並振盪 1 小時。合併三次萃液，以 200 rpm 離心 10 分鐘。小心地將上層澄清溶液倒入 100 mL 量瓶中，並以乙腈稀釋至標線（稀釋因子=5）。再依七、（二）進行後續步驟。

3. 受非水性物質（如油類）嚴重污染的泥土：

(1) 測定樣品乾重百分率：依七、（一）2.（1）進行。

(2) 萃取：

秤取 20 ± 0.1 g 樣品，置於 250 mL 具鐵氟龍內襯之螺旋蓋的錐形瓶（樣品萃取瓶）中。加入 60 mL 正己烷，以振盪器振盪 1 小時。加入 50 mL 乙腈，再振盪 3 小時。使此混合物靜置沈降 5 至 10 分鐘，然後將溶劑層倒入 250 mL 分液漏斗中，將乙腈層（下層）經過濾紙流入 100 mL 量瓶中。在錐形瓶中加入 60 mL 正己烷和 50 mL 乙腈，振盪 1 小時，使混合物沈降，然後將溶劑層倒入裝有第一次萃取所得正己烷的分液漏斗中。振盪此分液漏斗 2 分鐘，使各相分離，將乙腈層經過濾紙流入前次的 100 mL 量瓶中，再以乙腈稀釋至標線（稀釋因子 = 5）。依七、（二）進行後續步驟。

4. 非水性液體（如油類）：

萃取：

秤取 20 ± 0.1 g 樣品，置於 125 mL 分液漏斗中，加入 40 mL 正己烷和 25 mL 乙腈，激烈振盪 2 分鐘。靜置使各相分離，然後將乙腈層（下層）流入 100 mL 量瓶中。在分液漏斗中再加入 25 mL 乙腈，振盪 2 分鐘，靜置使各相分離，將乙

腈層流入量瓶中。再以 25 mL 乙腈重複此萃取步驟，合併萃液於 100 mL 量瓶中。以乙腈稀釋至標線（稀釋因子=5）。依七、（二）進行後續步驟。

（二）淨化與溶劑置換：若樣品為非常乾淨的水樣則可不須進行淨化，一般水樣及其他樣品則建議進行淨化。

1. 水、家庭廢水、工業廢水、滲出液及事業廢棄物溶出液之二氯甲烷萃液淨化：淨化前須將二氯甲烷置換為可與 C-18 逆相萃尿管匣相容之溶劑（如甲醇）。

（1）以吸量管吸取 20.0 mL 萃液，置於盛有 100 μ L 乙二醇的 20 mL 玻璃樣品瓶中。將此樣品瓶置於加熱塊上，溫度設定 50°C，在氮氣吹除下使萃液緩緩蒸發（在抽氣櫃中進行）直到僅剩下乙二醇。

（2）將乙二醇殘留物溶解於 2 mL 甲醇中，使之流經一已經甲醇預洗的 C-18 逆相萃尿管匣，以甲醇沖提管匣，收集沖提液直到共獲得 5.0 mL。

（3）以可棄式的 0.45 μ m 過濾器直接過濾至樣品瓶（autosampler vial）中。此萃液即可上機分析，依七、（四）進行後續步驟。

2. 土壤、固體底泥、廢棄物、污泥、濃稠懸浮液、受非水性物質（如油類）嚴重污染的泥土及非水性液體之乙腈萃液淨化：乙腈可與 C-18 逆相萃尿管匣相容，淨化前不須置換溶劑。

（1）以吸量管吸取 15.0 mL 萃液，使之流經一先以 5 mL 乙腈預洗的 C-18 逆相萃尿管匣，丟棄最先流出之 2 mL，收集其餘淨化後之萃液。

（2）吸取 10.0 mL 淨化之萃液，置於盛有 100 μ L 乙二醇的 10 mL 玻璃樣品瓶中。將此樣品瓶置於加熱塊上，溫度設定 50°C，在氮氣吹除下使萃液緩緩蒸發（在抽氣櫃中進行）直到僅剩下乙二醇。將乙二醇殘留物溶解於 1 mL 甲醇中。

（3）以可棄式的 0.45 μ m 過濾器直接過濾至樣品瓶（autosampler vial）中。此萃液即可上機分析，依七、（四）進行後續步驟。

(三) 溶劑置換：未經淨化之萃液須進行溶劑置換成可與 HPLC 管柱相容之溶劑以利後續分析。若未採用七、(二) 2.則溶劑須置換為甲醇或其他與 HPLC 系統相容之溶劑。置換溶劑之方式可採用七、(二) 1.所述方法或其他可達相同效果之方法。

(四) 樣品分析

1. 建議採用下述層析條件、管柱後反應參數及螢光偵測器參數來分析樣品，分析條件可視需要調整。若採用下述層析參考條件可得層析圖譜如圖一。

(1) 層析參考條件

管柱：Waters Carbamate Analysis Column，3.9 mm × 150 mm，粒徑 4 μm，溫度控制於 35°C，流速 1.5 mL/min。

注射體積：200 μL

溶劑輸送程式參數設定：

0 分鐘 甲醇/水 = 12/88

4 分鐘 甲醇/水 = 12/88

4.1 分鐘 甲醇/水/乙腈 = 16/68/16

32.1 分鐘 甲醇/水/乙腈 = 35/30/35

33.5 分鐘 甲醇/水 = 12/88

38.0 分鐘 甲醇/水 = 12/88

(2) 管柱後水解參數

溶液：0.075 M 氫氧化鈉溶液

流速：0.5 mL/min

溫度：95°C

(3) 管柱後衍生反應參數

溶液：OPA 反應溶液

流速：0.5 mL/min

(4) 螢光偵測器參數

激發波長：340 nm

發射波長：465 nm

2. 若樣品訊號的尖峰面積超過系統的檢量線範圍，將萃液作適當稀釋後再分析之。
3. 完成檢量線後，每批次以及每 10 個樣品，以標準品查核初始檢量線的續用性，查核程序為分析檢量線中間濃度標準品，將此標準品之計算所得的濃度與配製濃度作比較，若其相對誤差值落在 $\pm 30\%$ 內，則初始檢量線仍然有效，否則應重新製作檢量線後再分析樣品。

$$\text{相對誤差值(\%)} = \frac{\text{計算所得濃度} - \text{配製濃度}}{\text{配製濃度}} \times 100\%$$

4. 待測物之滯留時間須落在當天檢量線標準品（各點平均）或查核標準品的滯留時間之 $\pm 2.5\%$ 範圍之內。

（五）製備檢量線

1. 配製至少 5 種濃度之檢量線標準溶液，其中最低濃度宜與方法定量極限之濃度相當，且在偵測器的線性濃度範圍內。建議之檢量線濃度範圍為 0.5 到 5 mg/L。（前述檢量溶液之濃度範圍僅供參考，操作者可依實際需要調整之）。
2. 分析完成後，繪製待測物濃度(mg/L)對應波峰面積之檢量線圖，線性相關係數應大於或等於 0.995，或檢量線各點待測物面積相對於濃度之校正因子(Calibration Factor, CF)，其相對標準偏差(Relative Standard Deviation, RSD)小於或等於 $\pm 30\%$ 。
3. 檢量線確認：檢量線製備完成，應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度進行確認（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品），其相對誤差值應在 $\pm 30\%$ 以內。

八、結果處理

- （一）依下式計算各校正因子（以 5 點的平均值計算）：

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

$$RSD(\%) = \frac{SD}{\overline{CF}} \times 100$$

A_s ：檢量線溶液中待測物之波峰面積。

W_s ：檢量線溶液注入儀器之待測物重量 (μg)。

\overline{CF} ：平均校正因子。

SD ：校正因子標準偏差。

$RSD\%$ ：校正因子相對標準偏差。

(二) 依下式計算各個 N-甲基胺基甲酸鹽的濃度：

1. 水相樣品

$$\text{濃度} (\mu\text{g/L}) = \frac{A_x \times V_e \times V_i \times D}{CF \times V_s \times V_c \times V_i}$$

A_x ：樣品中待測物的面積或高度

V_e ：萃取體積 (mL)，七、(一) 1. 中為 100 mL

V_c ：淨化過程所用體積 (mL)，水樣中為 20 mL

V_i ：濃縮甲醇萃取的體積，水樣的淨化過程中為 5 mL

D ：稀釋因子，若無稀釋則 D 為 1

\overline{CF} ：平均校正因子

V_i ：萃取後注入分析之體積 (μL)

V_s ：將萃取樣品體積以 mL 表示，若萃取時為 1 L，則 V_s 為 1000

2. 非水相樣品

$$\text{濃度} (\mu\text{g/kg}) = \frac{A_x \times V_e \times V_t \times D}{CF \times W_s \times V_c \times V_i}$$

A_x ：樣品中待測物的面積或高度

V_e ：萃取體積 (mL)，七、(一) 2.中為 100 mL

V_c ：淨化過程所用體積 (mL)，非水相樣品中為 10 mL

V_t ：濃縮甲醇萃取的體積，非水相樣品淨化過程中為 1 mL

D ：稀釋因子，若無稀釋則 D 為 1

\overline{CF} ：平均校正因子

V_i ：萃取後注入分析之體積 (μL)

V_s ：將萃取的非水相樣品重量以 g 表示，若萃取時為 1 公斤，則 V_s 為 1000

九、品質管制

- (一) 檢量線：檢量線之相關係數應大於或等於 0.995，或校正因子之相對標準偏差(RSD)小於或等於 $\pm 30\%$ 。
- (二) 檢量線查核：每批次或每 10 個樣品須查核檢量線之適用性，所測得濃度之相對誤差值不應超過 $\pm 30\%$ 。
- (三) 空白分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次空白分析，空白分析值應小於方法偵測極限之 2 倍。
- (三) 重複分析：每批次或每 10 個樣品至少執行一次重複分析，其差異百分比應在 $\pm 30\%$ 。
- (四) 查核樣品分析：每十個或每批樣品至少執行一次查核樣品分析，其回收率應於 70~130% 範圍內。
- (五) 添加標準品分析：每十個或每批樣品至少執行一次添加標準品分析，其回收率應於 60~140% 範圍內。

十、準確度與精密度

單一實驗室之操作條件如表二或七、(四) 1. (1) 所述，查核樣品精密度與準確度如表三、表四與表五所示。分析所得之方法偵測極限、準確度和精密度依樣品基質決定。

十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. N-methylcarbamates by high performance liquid chromatography (HPLC). Method 8318A, Feb. 2007.
- (二) California Department of Health Services, Hazardous Materials Laboratory, N-Methyl-carbamates by HPLC. Revision No. 1.0, September 14, 1989.
- (三) Krause, R.T. Journal of chromatographic science, vol. 16, 281, 1978.
- (四) Klotter Kevin,; Robert Cunico. HPLC post column detection of carbamate pesticides. Varian Instrument Group, Walnut Creek, CA 94598.
- (五) U.S. EPA. Measurement of N-methylcarbamoyloximes and N-methylcarbamates in water by direct aqueous injection HPLC with postcolumn derivatization. Method 531.2.
- (六) U.S. EPA. The determination of carbamate and urea pesticides in industrial and municipal wastewater. Method 632. EPA 600/4-21-014, Environmental Monitoring and Support Laboratory, Cincinnati, OH 45268.
- (七) Federal Register, Appendix B to Part 136 - Definition and procedure for the determination of the method detection limit - Revision 1.11. No. 209, 198-199, October 26, 1984.
- (八) Okamoto, H.S.; Wijekoon, D.; Esperanza, C.; Cheng, J.; Park, S.; Garcha, J.; Gill, S.; Perera, K. Analysis for N-Methylcarbamate pesticides by HPLC in environmental samples, proceedings of the fifth annual U.S. EPA symposium on waste testing and quality assurance, Vol. II, 57-71, July 24-28, 1989.

註：烘箱應置於抽氣櫃內或裝置排氣口。重度污染的有害廢棄物樣品可能造成實驗室嚴重污染。

表一 胺基甲酸鹽化合物名稱

化合物名稱	CAS No. ^a
得滅克 Aldicarb (Temik)	116-06-3
得滅克風 Aldicarb sulfone	1646-88-4
免敵克 Bendiocarb	22781-23-3
加保利 Carbaryl (Sevin)	63-25-2
加保扶 Carbofuran (Furadan)	1563-66-2
<i>m</i> -Cumenyl methylcarbamate	64-00-6
二氧威 Dioxacarb	6988-21-2
覆滅蟎鹽酸鹽 Formetanate hydrochloride	23422-53-9
3-羥基加保扶 3-Hydroxycarbofuran	16655-82-6
滅賜克 Methiocarb (Mesurol)	2032-65-7
納乃得 Methomyl (Lannate)	16752-77-5
必芬治 Metolcarb	1129-41-5
茲克威 Mexacarbate	315-18-4
毆殺滅 Oxamyl	23135-22-0
普滅克 Promecarb	2631-37-0
安丹 Propoxur (Baygon)	114-26-1
硫敵克 Thiodicarb	59669-26-0

表二 單一實驗室分析胺基甲酸鹽層析之沖提順序與滯留時間^b (範例)

化合物	滯留時間 (分)
得滅克風	9.59
納乃得	9.59
3-羥基加保扶	12.70
二氧威	13.50
得滅克	16.05
安丹	18.06
加保扶	18.28
加保利	19.13
α -萘酚 ^a	20.30
滅賜克	22.56
普滅克	23.02

註：^a 加保利的裂解產物。

^b 層析條件

(1) 溶劑 A：不含有機物之試劑水，每公升水以 0.4 mL 磷酸酸化。

溶劑 B：甲醇/乙腈 (1:1, v/v)。流速：1.0 mL/min，注射體積：20 mL。

溶劑輸送程式參數設定：

時間 (分)	溶劑 A	溶劑 B
0.00	90%	10%
0.02	20%	80%
20.02	0%	100%
25.02	0%	100%
30.02	90%	10%
33.02	90%	10%

(2) 管柱後水解參數

溶液：0.05 N 氫氧化鈉溶液，流速：0.7 mL/min，溫度：95°C

駐留時間：35 秒 (1 mL 反應螺管)

(3) 管柱後衍生反應參數

溶液：鄰苯二甲醛/2-氫硫乙醇，流速：0.7 mL/min，溫度：40°C

駐留時間：25 秒 (1 mL 反應螺管)

(4) 螢光偵測器參數

偵測槽：10 μ L，激發波長：340 nm，發射波長：418 nm 切斷型濾光片

靈敏度：0.5 μ A，光電倍增管電壓：-800 V，時間常數：2 sec

表三 單一實驗室查核樣品分析之精密度與準確度

化合物	測值 (µg/L)	%回收率	%相對標準偏差
得滅克風	225	75	3.2
納乃得	244	81	3.4
3-羥基加保扶	210	70	3.7
二氧威	241	80	3.5
得滅克	224	75	6.0
安丹	232	77	4.6
加保扶	239	80	3.9
加保利	242	81	3.5
滅賜克	231	77	3.5
普滅克	227	76	4.1

註：1.每一化合物之添加濃度= 300 µg/L，n= 10。

2.查核樣品所用基質為試劑水。

表四 單一實驗室廢水樣品添加分析之精密度與準確度

化合物	測值 (µg/L)	%回收率	%相對標準偏差
得滅克風	235	78	7.5
納乃得	247	82	12.1
3-羥基加保扶	251	84	10.1
二氧威	NR	-	-
得滅克	258	86	6.4
安丹	263	88	6.5
加保扶	262	87	6.0
加保利	262	87	6.6
滅賜克	254	85	7.8
普滅克	263	88	5.7

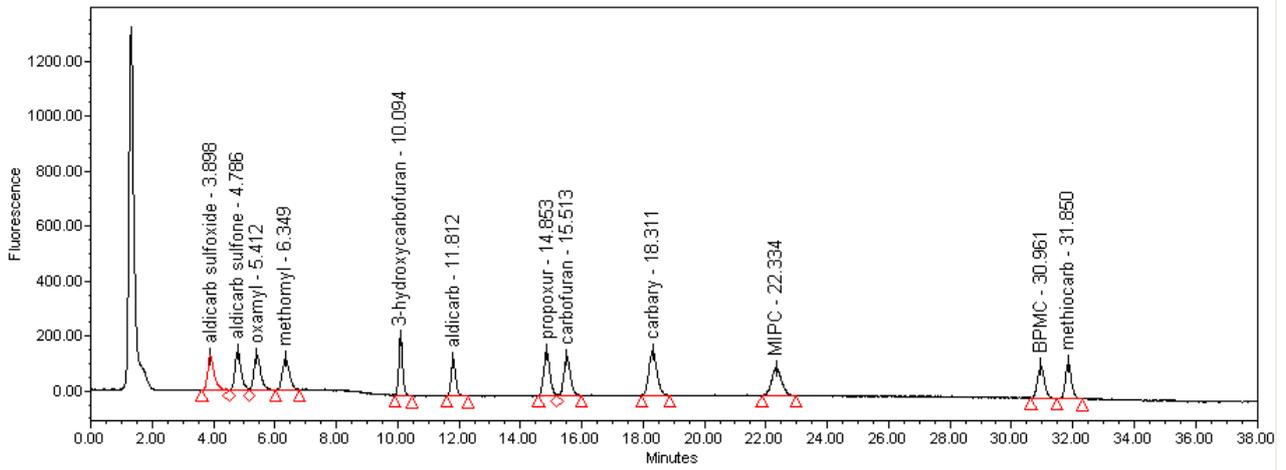
註：每一化合物之添加濃度=300 µg/L，n= 10。

NR=沒有回收率。

表五 單一實驗室土壤樣品添加分析之精密度與準確度

化合物	測值 (µg/L)	%回收率	%相對標準偏差
得滅克風	1.57	79	4.4
納乃得	1.48	74	5.8
3-羥基加保扶	1.60	80	4.4
二氧威	1.51	76	4.8
得滅克	1.29	65	11.0
安丹	1.33	67	9.5
加保扶	1.46	73	6.3
加保利	1.53	77	4.9
滅賜克	1.45	73	4.9
普滅克	1.29	65	9.6

註：每一化合物之添加濃度=2.00 mg/kg，n=10。



圖一 胺基甲酸鹽及代謝物之液相層析圖

註：儀器條件同七、(四) 1. (1)