

## 本院環境檢測標準方法研商會議程

### 一、主席致詞

### 二、方法草案討論

- (一) 飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法(NIEA D435.22C)草案 (檢測技術中心 蕭旭助)
- (二) 環境用藥禁止含有成分檢測方法—氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)草案 (檢測技術中心 張顥鵬)
- (三) 加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法(NIEA A211.72B)草案 (檢測技術中心 潘銓泰)
- (四) 一般廢棄物(垃圾)採樣方法(NIEA R124.01C)草案 (檢測技術中心 金孝義)
- (五) 土壤及底泥中得克隆檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析高解析或串聯式質譜儀(技術文件)(檢測技術中心 馮俊方)
- (六) 細懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)總碳及碳成分分析方法(技術文件)(檢測技術中心 潘銓泰)

### 三、主席結論

註 1：會議資料請上本院網站草案預告區及最新消息查詢

註 2：會議以 **Google Meet** 視訊召開，當日視訊連結網址：  
<https://meet.google.com/uxx-omkg-eit>

報名表 QR 碼



## 飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法(NIEA D435.22C)草案總說明

為執行飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測，爰參考中華民國國家標準(CNS)「工業用液氯－氯含量測定(總號四三二類號K1034)」及日本規格協會「工業用液化塩素－塩素含有量の求め方」，且考量檢測實務需求，爰依飲用水管理條例第十二條之一第三項，擬具「飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法(NIEA D435.22C)」草案，其要點如下：

- 一、本方法適用於飲用水處理藥劑液氯中有效氯( $\text{Cl}_2$ )檢測。
- 二、本方法係於現場將液氯經容器閥與輔助閥(針閥)導出使其汽化後，採集汽化後之固定體積氣體，以碘化鉀溶液吸收其中所含氯氣，量測殘留氣體(如  $\text{H}_2$ 、 $\text{O}_2$ 、 $\text{N}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{CO}_2$  等)體積，依採樣氣體中氯氣比例換算液氯有效氯含量。

## 飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法(NIEA D435.22C)草案

公 告	說 明
主旨：訂定「飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法(NIEA D435.22C)」，並自中華民國一百十五年九月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：飲用水管理條例第十二條之一第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

## 飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法草案

NIEA D435.22C

## 一、方法概要

於現場將液氯經容器閥與輔助閥（針閥）導出使其汽化後，採集汽化後之固定體積氣體，以碘化鉀溶液吸收其中所含氯氣，量測殘留氣體（如  $H_2$ 、 $O_2$ 、 $N_2$ 、 $CO$ 、 $CO_2$  等）體積，依採樣氣體氯氣比例換算液氯中有效氯含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於飲用水處理藥劑液氯中有效氯( $Cl_2$ )檢測。

## 三、干擾

略。

## 四、設備與材料

（一）氣體量測管（滴定管）：以下稱量測管，材質為玻璃，型式如下二種：

（1）無下端釋放口之量測管（測定裝置如圖一）：容量為 100 mL，量測管上端細頸刻度以容量 1 mL 分為 50 等份，每等份 0.02 mL。

（2）下端設有釋放口之量測管（測定裝置如圖二）：容量分為 100 mL（規格如圖三）或 500 mL（規格如圖四）。量測管上方 10 mL 範圍內有容積刻度至少為 0.1 mL，其下方約 2 cm 內之容積刻度至少為 1 mL。

（二）吸收瓶：玻璃材質，容量為約 250 mL 或 750 mL。

（三）三通活栓：聚四氟乙烯 (PTFE)、玻璃或不與氯氣反應之材質。

（四）雙通活栓：聚四氟乙烯、玻璃或不與氯氣反應之材質。

（五）軟簧夾。

（六）氯氣導入管：橡皮管（氟橡膠軟管）或不與氯氣反應之材質軟管。

（七）碘化鉀吸收液導入管：橡皮管（氟橡膠軟管）或不與碘化鉀反應

之材質軟管。

- (八) 樣品容器架：固定液氯鋼瓶或容器。
- (九) 容器閥：控制氯氣流出，連接針閥與導氣系統。
- (十) 輔助閥（針閥）：微調氣體流量。
- (十一) 起泡瓶：玻璃材質，內盛裝水，藉由起泡頻率，以觀察氣流速率。
- (十二) 氫氧化鈉吸收設備：用於吸收逸散氯氣。

## 五、試劑

檢測時使用之試劑除非另有說明，否則至少必須為試藥級。使用之溶液，可依試藥配製比例製備所需使用體積。

- (一) 試劑水：電阻率  $\geq 16 \text{ M}\Omega\text{-cm}$ 。
- (二) 氯化鈉溶液，300 g/L：將氯化鈉 300 g 溶解於試劑水中，並添加試藥級硫酸調整成弱酸性（pH 5 至 pH 6），並稀釋至 1,000 mL。
- (三) 碘化鉀溶液，100 g/L：將碘化鉀 100 g 溶解於 300 g/L 氯化鈉溶液中並稀釋至 1,000 mL。
- (四) 氫氧化鈉吸收液：稱 200 g 氫氧化鈉溶解於約 200 g 試劑水中。此試劑可使用濃度 30% 至 50% 的氫氧化鈉溶液取代，亦可使用市售商品溶液。

## 六、採樣與保存

### (一) 採樣前準備

1. 採樣人員須瞭解液氯及氯氣之狀態、特性、危害性及儲存容器、場所等資料，以決定所需要的採樣裝置與安全裝備（採樣安全注意事項請參閱註 1）。
  2. 採樣前應確保採樣裝置乾淨，以避免採樣過程中交叉污染，並應選用適當材質之設備，以免樣品吸附或與化學物質反應而影響分析或造成危險。
- (二) 樣品採樣依容器而定，規定如表一。每批樣品採樣數目如容器超過兩個以上時應取檢驗結果平均值。

- 1.採樣前應檢視液氯鋼瓶外觀及壓力狀態，如發現洩漏、損壞或腐蝕，或鋼瓶內壓力高於同溫度下液氯之飽和蒸氣壓時，不得進行採樣。
- 2.樣品須為液態氯經適當再汽化者，容器為鋼瓶時，倒置取料鋼瓶即自液線以下取樣。
- 3.本方法須於現場直接檢測，樣品無須保存及運送。

### (三) 測定裝置組裝及採樣定量

- 1.將液氯鋼瓶固定在容器架上，輔助閥（針閥）連接至鋼瓶閥。
- 2.使用無下端釋出口之量測管（測定裝置如圖一）：
  - (1) 將量測管下端以三通活栓，於同一接口切換連接氯氣導入管與碘化鉀吸收液導入管至吸收瓶，上端接三通活栓。
  - (2) 上端以三通活栓連接釋放管至起泡瓶及氫氧化鈉吸收設備，用於吸收逸散氣體。

- 3.使用下端設有釋出口之量測管（測定裝置如圖二）：

- (1) 量測管下端導入口可連接導管，用於氯氣導入或碘化鉀吸收液的引入。下端另設釋出口（排氣、平衡壓力）並與三通活栓連接，上端接雙通活栓。
- (2) 下端導管在完成氣體導入後，可拆除並改接碘化鉀吸收液導管與吸收瓶，用於後續氣體吸收測定。
- (3) 量測管的上端及下端釋出口均連接起泡瓶及氫氧化鈉吸收設備，用於吸收逸散氣體並維持系統壓力平衡。

- 4.組裝完成後，應執行以下檢查以確認裝置氣密性及活栓功能：

- (1) 量測管本體檢查：確認無破損、接頭無鬆脫，活栓轉動正常。
- (2) 活栓內漏檢查：
  - A.關閉上下活栓，將吸收瓶抬高至高於量測管，液體不應進入量測管，且液面應穩定，以判定下端活栓無內漏。
  - B.開啟下端活栓、關閉上端活栓，吸收瓶抬高後，液體應進入量測管且液面穩定，判定上端活栓無內漏；若液面持續上升，表示上端活栓可能洩漏。

### 5. 採樣及導入量測管定量

- (1) 將輔助閥透過氯氣導入管接至量測管下端導入口。
- (2) 開啟上下端活栓，微開容器閥並緩慢開啟輔助閥，使液氯導出汽化為氯氣後，緩慢導入量測管（註 2）。
- (3) 量測管的容量不同時，導入時間亦不同，容量 100 mL 時，持續導入氯氣 2 分鐘至 6 分鐘；容量 500 mL 時，持續導入氯氣 10 分鐘至 15 分鐘（註 3）。

## 七、步驟

### （一）使用無下端釋出口之量測管

1. 導入完成後，依序關閉容器閥、輔助閥，接著關閉上下端活栓。
2. 靜置量測管（約 10 分鐘）至達室溫，稍微開啟上端活栓使壓力平衡後立即關閉。
3. 確認吸收瓶已加入足量碘化鉀溶液（100 g/L）（註 4）。
4. 將下端三通活栓切換連接碘化鉀吸收液導入管與吸收瓶，打開軟簧夾，排除導管與三通活栓間空氣。
5. 關閉三通活栓後，確認導管內已充滿碘化鉀溶液且無氣泡。
6. 將三通活栓轉向吸收液導入方向，使碘化鉀溶液流入量測管，並緩緩搖盪量測管以吸收氯氣。
7. 待導入的吸收液液面不再上升時，將其靜置 5 分鐘至 8 分鐘。
8. 將量測管與吸收瓶中的液面維持在同一水平面，並讀取量測管中殘餘氣體體積( $V_2$ )。

### （二）使用下端設有釋出口之量測管

1. 導入完成後，將下端三通活栓轉向釋出口打開，同時關閉上端雙通活栓，已排出多餘氣體。
2. 依序關閉容器閥與輔助閥，將下端三通活栓切換至全關閉位置，並移除氯氣導入管。
3. 靜置量測管（約 10 分鐘）至達室溫，稍微開啟上端活栓使壓力平衡後立即關閉。

4. 確認吸收瓶已加入足量碘化鉀溶液（100 g/L），並依七、（一）4. 至七、（一）7. 步驟進行吸收操作。

5. 將量測管與吸收瓶中的液面維持在同一水平面，並讀取量測管中殘餘氣體體積( $V_2$ )。

#### 八、結果處理

每一樣品均須自採樣階段起至分析階段，依相同程序執行重複樣品分析，並計算平均值為其檢測結果。同批（註 5）多件樣品應取各檢測結果之平均值作為該批檢測結果。有效氯( $\text{Cl}_2$ )含量(%)(v/v)計算公式如下：

$$A = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \times 100\%$$

A：有效氯( $\text{Cl}_2$ )含量(%)(v/v)

$V_1$ ：氣體量測管的容積(mL)

$V_2$ ：氣體量測管中的殘餘氣體體積(mL)

#### 九、品質管制

每一樣品均須自採樣階段起至分析階段，依相同程序執行重複樣品分析，其相對差異百分比應在 0.2 % 以內。

#### 十、精密度與準確度

略

#### 十一、參考資料

（一）中華民國國家標準，工業用液氯 - 氯含量測定，CNS 432:2025K1034，中華民國 114 年。

（二）中華民國國家標準，液氯檢驗法，CNS 1059:K6096，中華民國 64 年。

（三）行政院環境保護署，化學物質採樣方法，NIEA T103.10B，中華民國 110 年。

(四) 日本規格協會，工業用液化塩素—塩素含有量の求め方，JIS K1102，2024。

註 1：採樣安全注意事項

- (1) 視化學物質特性、採樣作業及現場環境監測結果，使用適當之防護裝備（如表二），必要時使用 C 級以上防護裝備，以維護採樣人員安全。
- (2) 採樣前應先查詢液氯及氯氣安全資料表 (Safety data sheet, SDS)，以瞭解化學物質特性、成份及貯存方式，並準備相關防護設備及裝置。
- (3) 採樣人員應由現場人員說明及引導至採樣位置，遵循安全作業規範，並遵守採樣現場的安全風險處理措施。
- (4) 保持照明充足，且應注意使用明火設備之安全性。
- (5) 採樣現場如存在揮發性有機物，應避免使用火源或加熱裝置。
- (6) 如進入儲槽採樣前，採樣人員須先觸及儲槽，將身上的靜電接地消除。
- (7) 採集液化氣體必須特別注意遠離安全洩壓閥之位置，應嚴防爆炸、火災、窒息、中毒、腐蝕、凍傷等事故，採樣地點應通風良好且遠離火源。採樣時，應注意不同採樣物質之安全灌裝量。
- (8) 採樣前應確認氫氧化鈉吸收設備運作正常，以防逸散氯氣造成人員危害。

註 2：液氯汽化導入量測管後，系統內將維持正壓且充滿氯氣，可使用肥皂水塗抹於管路與接頭處進行檢漏，觀察是否產生氣泡。確認無漏氣後，方可進行後續操作。亦可使用氨水或將氨氣靠近各接頭處，如有氯氣逸散，即會產生明顯白霧，以利判別是否漏氣。

註 3：可藉由觀察起泡瓶內氣泡頻率調整針閥，以控制氣流速度至起泡器內起泡 10 次為止。此種速度，經 15 分鐘後，量測管中原有空氣即確保完全趕出。

註 4：使用 100 mL 量測管時，應準備約 200 mL 碘化鉀溶液（100 g/L）；使用 500 mL 量測管時，約需 700 mL。碘化鉀溶液體積可視氯氣含量及量測管容量調整，以確保能完全吸收氯氣，並補充液位至穩定液封位置以利讀取刻度。

註 5：同批指同一來源、同一進貨批號或同一進廠時間之液氯。

表一 同批應採樣的最低數與容器數對照表

容器	容器數	應採樣最低數
槽車以外之容器	1-10	1
	11-50	2
	51-100	3
	101-500	5
	501-1000	10
槽車	1	1

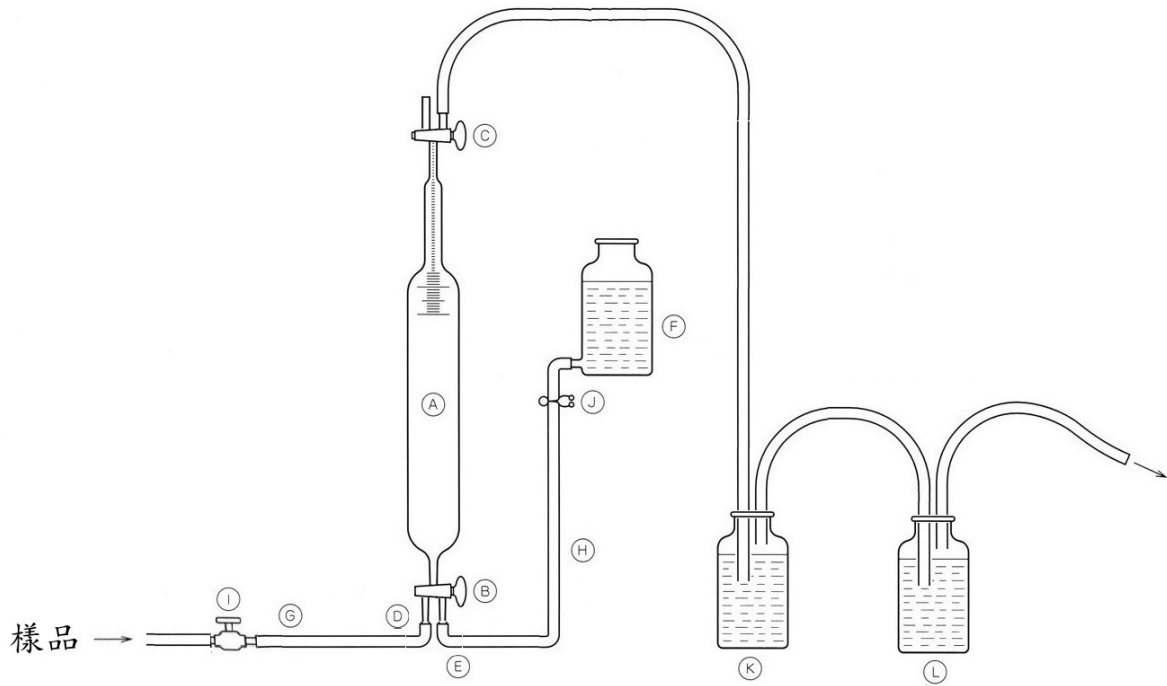
註：一批液氯之容器數目如超過 1000 時，其超過數目仍適用表一，而合計之。

資料來源：參考資料（二）

表二 個人防護裝備等級、選用時機及基本配備

防護等級	選用時機	基本配備
A 級防護	現場已測得高濃度蒸氣、氣體或懸浮微粒，或採樣時有可能會接觸到毒性化學物質。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 含面罩自供空氣式人工呼吸器 (SCBAs)。</li> <li>2. 正壓全密封式化學防護衣、內式化學防護手套。</li> <li>3. 適當之工作服。</li> <li>4. 具化學防護之長 (半) 統安全鞋、可棄式鞋套。</li> <li>5. 適當之安全帽。</li> </ol>
B 級防護	現場已測得高濃度蒸氣、氣體或懸浮微粒，但對皮膚不致有害或現場氧氣濃度低於 19.5%。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 含面罩自供空氣式人工呼吸器。</li> <li>2. 頭套連身式化學防護衣。</li> <li>3. 內、外式化學防護手套。</li> <li>4. 適當之工作服。</li> <li>5. 具化學防護之長 (半) 統安全鞋、可棄式鞋套。</li> <li>6. 適當之安全帽。</li> </ol>
C 級防護	已知採樣現場危害氣體濃度，且濾毒罐能有效吸收此氣體，作業場所為與大氣相通之開放式空間，皮膚直接碰觸危害物不會造成嚴重傷害。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 全面式或半面式面罩之空氣濾淨呼吸器。</li> <li>2. 頭套連身式化學防護衣。</li> <li>3. 內、外式化學防護手套。</li> <li>4. 適當之工作服。</li> <li>5. 具化學防護之長 (半) 統安全鞋、可棄式鞋套。</li> <li>6. 適當之安全帽。</li> </ol>
D 級防護	採樣現場無危害物質暴露風險、危害物濃度不超過最大許可暴露濃度或作業中不可能吸入任何危害物，作業場所為與大氣相通之開放式空間。	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 適當之工作服。</li> <li>2. 手套。</li> <li>3. 安全鞋。</li> <li>4. 安全眼鏡或護目鏡。</li> <li>5. 適當之安全帽。</li> </ol>

註：可依化學物質之危害特性需求，以環境監測設備於採樣過程中全程監測現場環境之危害狀況，作為防護裝備選擇依據，確保執行開桶時及採樣過程之安全。

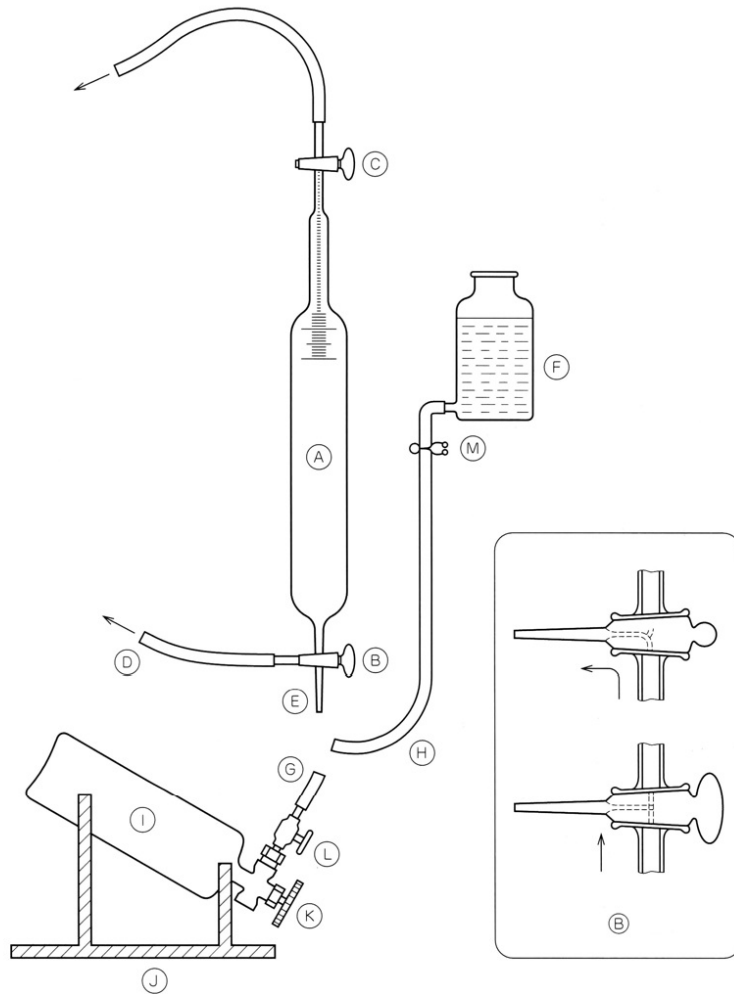


說明

- |                 |              |
|-----------------|--------------|
| A. 氣體吸收量測管（滴定管） | G. 氯氣導入管     |
| B. 下端三通活栓       | H. 碘化鉀吸收液導入管 |
| C. 上端三通活栓       | I. 輔助閥（針閥）   |
| D. 氯氣導入口        | J. 軟簧夾       |
| E. 吸收液導入口       | K. 起泡瓶       |
| F. 吸收瓶          | L. 氫氧化鈉吸收瓶   |

圖一 有效氯含量測定裝置圖例（無下端釋放口）

資料來源：參考資料（二）

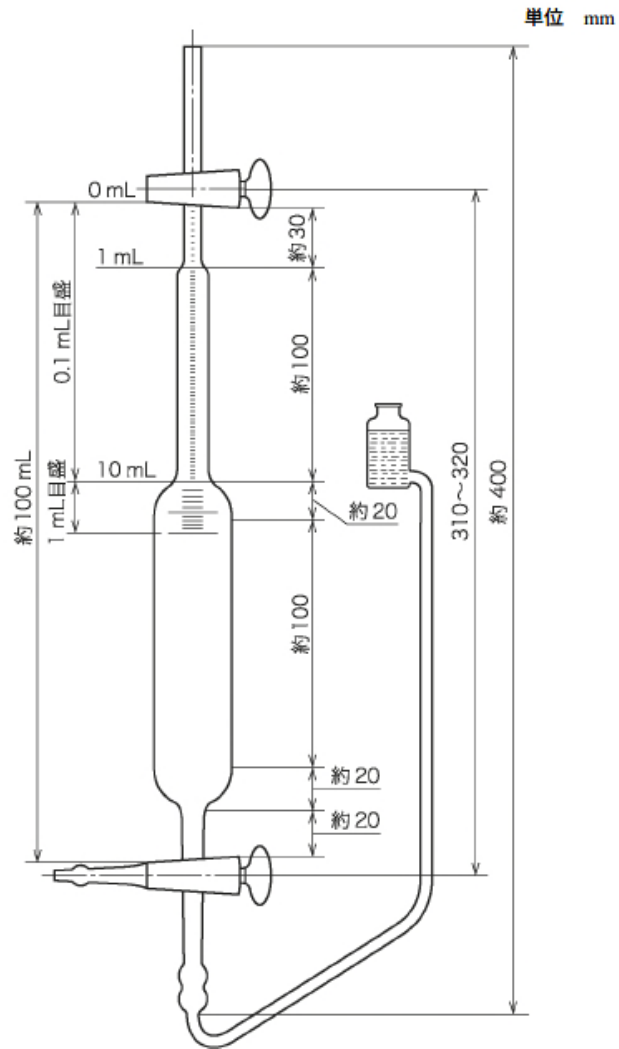


說明

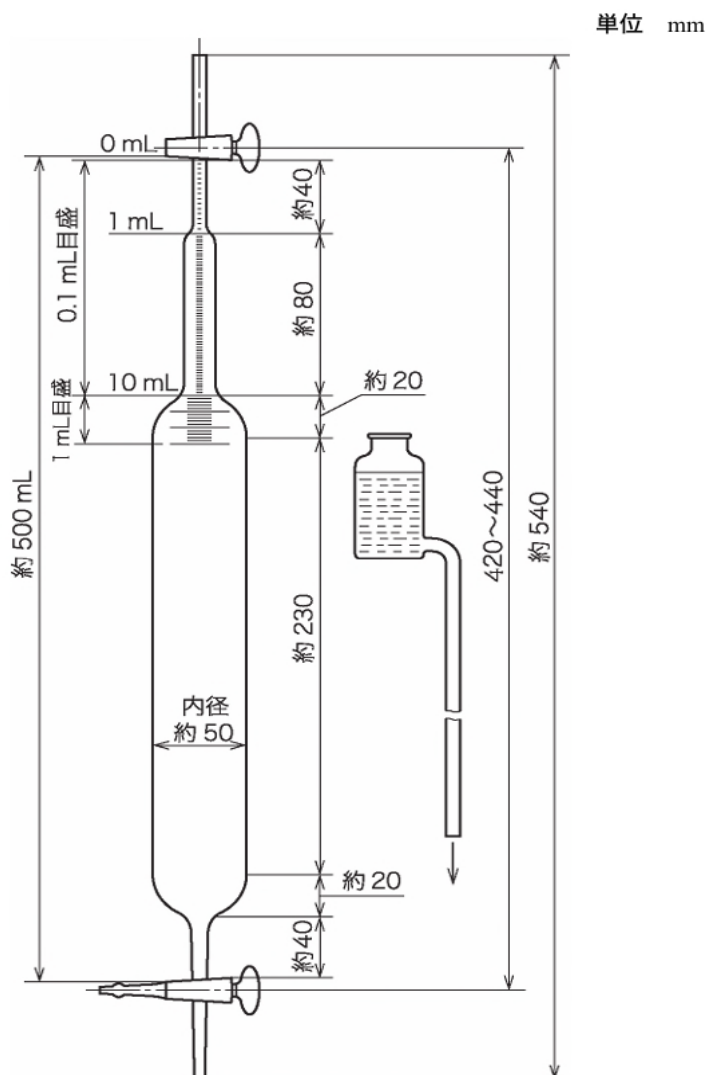
- |            |              |
|------------|--------------|
| A. 氣體吸收量測管 | H. 碘化鉀吸收液導入管 |
| B. 下端三通活栓  | I. 樣品容器      |
| C. 上端雙通活栓  | J. 樣品容器架     |
| D. 釋放管     | K. 容器閥       |
| E. 量測管導入口  | L. 輔助閥（針閥）   |
| F. 吸收瓶     | M. 軟簧夾       |
| G. 氣氣導入管   |              |

圖二 有效氯含量測定裝置圖例（下端設有釋放口）

資料來源：參考資料（一）、（四）



圖三 100 mL 氣體量測管裝置圖例  
資料來源：參考資料（一）（四）



圖四 500 mL 氣體量測管裝置圖例

資料來源：參考資料（一）（四）

## 環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：飲用水處理藥劑液氯中有效氯檢測方法草案  
(NIEA D435.22C) 草案

修正內容	現行內容	說明
(依環境檢測標準方法格式新增內容，詳方法草案。)	指定中華民國國家標準液氯檢驗法 CNS 1059K6096 為飲用水處理藥劑—液氯檢測方法。	原指定中華民國國家標準 (CNS) 「工業用液氯—氯含量測定 (總號 432, 類號 K1034)」, 爰參考相關液氯檢驗方法修正內容, 並依環境檢測標準方法格式修訂。

## 環境用藥禁止含有成分檢測方法－氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)草案總說明

為配合「環境用藥禁止含有之成分及檢驗方法」執行環境用藥禁止含有成分之檢驗，爰依環境用藥管理法第五十七條，整併現行檢測相關規定，擬具「環境用藥禁止含有成分檢測方法－氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)」草案，其要點如下：

- 一、本方法適用於環境用藥中禁止含有成分之檢測。
- 二、樣品以適當前處理方式處理後，注入氣相層析儀質譜儀，以確認並定量樣品中環境用藥公告禁止含有成分。

## 環境用藥禁止含有成分檢測方法—氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)草案

公告	說明
主旨：訂定「環境用藥禁止含有成分檢測方法—氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)」，並自中華民國一百十五年十月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：環境用藥管理法第五十七條。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

## 環境用藥禁止含有成分檢測方法—氣相層析質譜儀法草案

NIEA D910.04B

## 一、方法概要

本方法參照「環境用藥檢測方法—樣品製備法(NIEA D901.0)」(註 1)，依不同劑型以直接稀釋或適當前處理進行萃取濃縮、衍生化或平衡狀態頂空(Static headspace, SHS)方式後，注入氣相層析質譜儀(Gas chromatograph / mass spectrometer, GC/MS)，以檢測待測物相對於內標準品的相對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 58 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。

## 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，晾乾後放置於乾淨地點，必要時得以鋁箔紙封口避免污染。
- (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後，建議分析試劑空白樣品，確認無殘留污染的情況。

## 四、設備與材料

- (一) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (二) 定量瓶：適當體積，棕色硼矽玻璃材質，附磨砂瓶塞。
- (三) 頂空用樣品瓶：體積為 22 mL 或其他可適用於實驗室頂空設備之玻璃瓶，附鐵氟龍墊片之螺旋瓶蓋或夾壓式瓶蓋。

(四) 溶液保存瓶：適當體積，附鐵氟龍墊片旋蓋之棕色硼矽玻璃瓶。

(五) 微量移液管：10  $\mu\text{L}$ 、25  $\mu\text{L}$ 、50  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、250  $\mu\text{L}$ 、1,000  $\mu\text{L}$  或其他體積。

(六) 氣密式注射針：10  $\mu\text{L}$ 、25  $\mu\text{L}$ 、50  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、250  $\mu\text{L}$ 、1,000  $\mu\text{L}$  或其他體積。

(七) 氣相層析質譜儀

1. 氣相層析儀：具升溫程式系統及進樣分流裝置。

2. 偵測器：具每秒掃瞄 35 amu 至 500 amu 及使用 70 eV 電子游離能量撞擊的質譜偵測器。

3. 層析管柱：

(1) DB-5 MS，30 m (長)  $\times$  0.25 mm (內徑)，膜厚度 1  $\mu\text{m}$  的毛細管柱或同級品。

(2) DB-17 HT，30 m (長)  $\times$  0.25 mm (內徑)，膜厚度 0.15  $\mu\text{m}$  的毛細管柱或同級品。

(八) 頂空氣相層析質譜儀

1. 氣相層析儀：具升溫程式系統及進樣分流裝置。

2. 偵測器：具每秒掃瞄 29 amu 至 300 amu 及使用 70 eV 電子游離能量撞擊的質譜偵測器。

3. 層析管柱：DB-624，60 m (長)  $\times$  0.32 mm (內徑)，膜厚度 1.8  $\mu\text{m}$  的毛細管柱或同級品。

4. 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。

(九) 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，並附有美國國家標準與技術研究院(National institute of standards and technology, NIST)的圖譜資料庫或類似資料庫以供比對。

(十) 氬氣：純度 99.999 %，或以上。

## 五、試劑

(一) 試劑水：不含待測物之去離子水。

(二) 二氯甲烷：殘量級。

(三) 甲醇：殘量級。

(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）已知純度標準品（具可追溯濃度證明文件），置於 10 mL 之定量瓶，以適當溶劑溶解後，稀釋至刻度，其濃度約為 5,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，將標準溶液儲存於附鐵氟龍墊片旋蓋棕色硼矽玻璃瓶中，保存於標準品製造商建議溫度或大於 0 °C 至 6 °C 以下暗處。或使用市售具可追溯濃度證明文件之標準溶液。

(五) 儲備標準溶液（表二待測物）：儲備標準溶液可由已知純度標準品（具可追溯濃度證明文件）自行配製或使用市售具可追溯濃度證明文件之標準溶液。以已知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 定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. 加入已知純度的標準品：以氣密式注射針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( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )。
4. 儲備標準溶液應儲存於附鐵氟龍墊片旋蓋棕色硼矽玻璃瓶。瓶內空間愈少愈好，冷凍保存於標準品製造商建議溫度或 -10 °C 以下暗處。使用後應儘速返還冰櫃中以減少揮發性有機物揮發。

(六) 內標準品溶液（表一待測物參考用）：購買或配製表三所列化合物（或其他可與待測物區分之內標準品），其濃度建議在 2,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  至 4,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  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，建議每個內標準品的注入濃度為 50 µg/mL，或依儀器靈敏度調整。

(七) 內標準品溶液 (表二待測物參考用)：購買或配製表四所列化合物 (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 2,000 µg/mL 至 4,000 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，建議每個內標準品的注入量為 20 µg，或依儀器靈敏度調整。

(八) 質譜儀校正標準品溶液：

1. 十氟三苯基磷 (Decafluorotriphenylphosphine, DFTPP) 標準品：適用於分析表一待測物，濃度分析建議為 50 µg/mL，或依儀器靈敏度調整。

2. 4-溴氟苯 (4-Bromofluorobenzene, BFB) 標準品：適用於分析表二待測物，濃度分析建議為 20 µg，或依儀器靈敏度調整。

## 六、採樣與保存

參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法 (NIEA D901.0)」及「環境用藥檢測方法—層析法 (NIEA D902.0)」規定。

## 七、步驟

(一) 樣品前處理

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 D901.0)」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法 (NIEA T704.2)」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 M735.7)」相關內容，加以適當前處理。

甲醛成分分析在本方法之四、設備與材料、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 T707.2)」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 T706.2)」。

(二) 氣相層析質譜儀操作條件 (可視實驗室情況適當調整)

1. 表一待測物建議分析條件如下：

升溫條件：初始溫度 40 °C 維持 3 分鐘，隨後以每分鐘 10 °C 升溫至 100 °C 維持 2 分鐘，再以每分鐘 20 °C 升溫至 300 °C 後，維持 9 分鐘。總分析時間為 30 分鐘。

注入口溫度：280 °C。

分流比：1:1。

載流氣體：氦氣，流率 1 mL/min。

進樣量：1.0 µL。

離子化方式：電子游離法，70 eV。

質譜掃瞄範圍：35 amu 至 500 amu。

掃瞄速率：至少 1 次/秒。

2.表二待測物建議分析條件如下：

升溫條件：初始溫度 35 °C 維持 3 分鐘，隨後以每分鐘 6 °C 升溫至 50 °C 維持 1 分鐘，再以每分鐘 7 °C 升溫至 220 °C 後，維持 5 分鐘。總分析時間為 35.79 分鐘。

載流氣體：氦氣，流率 1.5 mL/min。

離子化方式：電子游離法，70 eV。

質譜掃瞄範圍：29 amu 至 300 amu。

掃瞄速率：至少 1 次/秒。

### (三) 質譜儀績效測試

適當調整層析質譜儀各項參數，注射 DFTPP 或 BFB，所得質譜圖譜必須符合表五或表六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。

### (四) 初步定性分析

完成前處理之樣品先以氣相層析質譜儀進行全質譜掃描，以 NIST 圖譜資料庫或類似資料庫比對，確認是否疑似含有禁止含有成分。當比對分數達 60 分以上（依各資料庫產出之比對分數表示方式略有不同，以滿分之 60% 以上為判定標準），則判定為疑似含有待測物，須再針對待測物進行定性及定量分析；若否，無須後續分析作業。

#### (五) 檢量線製備

1. 配製濃度範圍涵蓋 10 µg/mL 至 100 µg/mL 或其他適當濃度，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。
2. 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。
3. 檢量線製備完成後，即應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獨立配製之標準溶液，以相同儀器條件進行分析確認，其分析結果相對誤差值應在 ±20% 以內。
4. 分析完成後，依照表七及表八所列對應內標準品及其定量離子，以下列公式計算各化合物在各濃度中的感應因子 (Response factor, RF)。

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

$A_s$ ：檢量線溶液中待測物之波峰面積

$A_{is}$ ：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之濃度(µg/mL)

$C_{is}$ ：檢量線溶液中內標準品之濃度(µg/mL)

由上述求得之 RF 再算出每一待測物的平均感應因子 ( $\overline{RF}$ )、感應因子標準偏差 (Standard deviation, SD) 及相對標準偏差 (Relative standard deviation, 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(%) 必須小於或等於 20 %。若某一化合物之 RSD(%) 大於 20 %，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校正濃度圖，其相關係數需大於或等於 0.995。

#### (六) 樣品分析

1. 量取經七、(一) 樣品萃取步驟製備後的樣品溶液，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. 使用與檢量線製備時相同的儀器條件，分析配製好的樣品。
3. 以八、結果處理所述的方法來定性及計算待測物的濃度。
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分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 M181.0)、矽酸鎂淨化法(NIEA M182.0)、矽膠淨化法(NIEA M183.0)、膠滲透淨化法(NIEA M184.0)。

## 八、結果處理

樣品完成初步定性分析後，其比對分數如未達 60 分，以定性未檢出禁止含有成分出具報告；其比對分數達 60 分或以上，依定性及定量結果出具報告。

### (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標準質譜後確認。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。

1.待測物與參考標準品（通常為內標準品）之相對滯留時間差異須在  $\pm 0.06$  RRT 內，或是與待測物標準品之絕對滯留時間差異在  $\pm 0.03$  分鐘內，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。相對滯留時間的計算方式如下：

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

$RT_x$ ：待測物滯留時間

$RT_{is}$ ：相對應內標準品滯留時間

2.比較待測物質譜圖應符合下列要求：

(1)待測物在標準質譜中相對強度大於 10 % 的離子或相對強度未達 10 % 但屬於待測物特徵離子，皆應存在於樣品質譜中。

(2)樣品質譜中待測物定量離子與各定性離子之相對強度比例差異需在  $\pm 30\%$  內。

3.樣品中待測物得以添加標準品方式進行定性確認。

## (二) 定量分析

1.當待測物於初步定性分析確認後，該待測物必須根據其定量離子層析圖，以內標準品校正法進行依八、(二)規範進行定性分析與定量分析(註 2)。

2.計算樣品中每一個確認過的待測物濃度如下：

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

$A_s$ ：待測物之定量離子波峰面積

$C_{is}$ ：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波峰面積

$\overline{RF}$ ：平均感應因子

$W_s$ ：樣品取樣量(g)

## 九、品質管制

(一) 檢量線查核：每 12 小時或每批次樣品須查核檢量線之適用性，所測得濃度之相對誤差不得超過  $\pm 20\%$ 。

(二) 空白樣品分析：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檢量線最低濃度的 1/10。

(三) 重複樣品分析：每一批次或每 20 個樣品至少應執行一次重複樣品分析。

- (四) 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。
- (五) 報告處理：由於環境用藥劑型種類等基質複雜而多樣，以定性未檢出禁止含有成分出具報告時，另外標示檢量線最低濃度的 1/10 。

#### 十、精密度與準確度

單一實驗室之查核樣品（空白基質添加）精密度與準確度如表九至表十三所示。

#### 十一、參考資料

- (一) U.S. EPA. Separatory Funnel Liquid-Liquid Extraction, SW-846, Method 3510C, 1996.
- (二) U.S. EPA. Ultrasonic Extraction, SW-846, Method 3550C, 2007.
- (三) U.S. EPA. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography /Mass Spectrometry (GC/MS): Capillary Column Technique, SW-846, Method 8270E, 2018.
- (四) U.S. EPA. Organophosphorus Compounds by Gas Chromatography: Capillary Column Technique, SW-846, Method 8141B, 2007.
- (五) U.S. EPA. Organochlorine Pesticides and PCBs by Gas Chromatography: Capillary Column Technique, SW-846, Method 8081B, 2007.
- (六) 行政院環境保護署，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 87 年。
- (七) 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。
- (八) 行政院環境保護署，環境檢驗檢量線製備及查核指引 NIEA-PA103，中華民國 93 年。
- (九) 行政院環境保護署，環境檢驗品管分析執行指引 NIEA-PA104，中華民國 93 年。

註 1：本文引用之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。

註 2：樣品基質干擾現象明顯影響內標準品訊號時，可使用校正因子法或以檢量線面積對濃度繪製線性迴歸方程式計算樣品濃度。

表一 適用非靜態頂空氣相層析質譜儀檢測確認之待測物

編號	中文名稱	英文名稱	CAS No.
1	阿特靈	Aldrin	309-00-2
2	蟲必死	$\alpha$ -Hexachlorocyclohexane	319-84-6
		$\beta$ -Hexachlorocyclohexane	319-85-7
		$\delta$ -Hexachlorocyclohexane	319-86-8
3	可氯丹	Chlordane	57-74-9
4	滴滴涕	4,4'-Dichlorodiphenyl-trichloroethane	50-29-3
5	大利松	Diazinon	333-41-5
6	鄰-二氯苯	<i>o</i> -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	Ethylenedibromide	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	安特靈	Endrin	72-20-8
18	六氯苯	Hexachlorobenzene	118-74-1
19	滅蟻樂	Mirex	2385-85-5

表一 適用非靜態頂空氣相層析質譜儀檢測確認之待測物 (續)

編號	中文名稱	英文名稱	CAS No.
20	毒殺芬	Toxaphene	8001-35-2
21	十氯酮 (克敵康)	Chlordecone	143-50-0
22	五氯苯	Pentachlorobenzene	608-93-5
23	苯胺	Aniline	62-53-3
24	對苯二酚	1,4-Benzene-diol	123-31-9
25	$\beta$ -丁內酯	$\beta$ -butyrolactone	3068-88-0
26	氯苯	Chlorobenzene	108-90-7
27	4,6-二硝基鄰甲酚	4,6-Dinitro-o-cresol	534-52-1
28	環氧氯丙烷	Epichlorohydrin	106-89-8
29	乙二醇乙醚	Ethoxyethanol	110-80-5
30	乙二醇乙醚醋酸酯	Ethylene glycol monoethyl ether acetate	111-15-9
31	丙烯酸乙酯	Ethyl acrylate	140-88-5
32	乙烯硫脲	1-3-ethylene-2-thiourea	96-45-7
33	甲醛	Formaldehyde	50-00-0
34	六氯芬	Hexachlorophene	70-30-4
35	異佛爾酮	Isophorone	78-59-1
36	甲基丁基甲酮	2-Hexanone	591-78-6
37	壬基酚	NonylPhenol	25154-52-3
38	五氯酚	Pentachlorophenol	87-86-5
39	酚	Phenol	71-43-2
40	硫脲	Thiourea	62-56-6
41	磷酸三甲苯酯	Tricresyl phosphate	1330-78-5

表一 適用非靜態頂空氣相層析質譜儀檢測確認之待測物 (續)

編號	中文名稱	英文名稱	CAS No.
42	磷酸鄰位三甲苯酯	Tri- <i>o</i> -cresyl phosphate	78-30-8
43	甲基陶斯松	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0
44	陶斯松	Chlorpyrifos	2921-88-2
45	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	72-43-5

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	中文名稱	英文名稱	CAS No.
1	苯	Benzene	71-43-2
2	四氯化碳	Carbon tetrachloride	56-23-5
3	三氯甲烷	Chloroform	67-66-3
4	1,4-二氧陸圜	1,4-Dioxane	123-91-1
5	1,2-二氯乙烷	1,2-Dichloroethane	107-06-2
6	乙二醇甲醚	2-Methoxyethanol	109-86-4
7	甲基丁基甲酮	2-Hexanone	591-78-6
8	氯甲烷	Chloromethane	74-87-3
9	二氯甲烷	Dichloromethane	75-09-2
10	四氯乙烯	Tetrachloroethylene	127-18-4
11	1,2-二氯丙烷	1,2-Dichloropropane	78-87-5
12	1,1,2-三氯乙烷	1,1,2-Trichloroethane	79-00-5
13	三氯乙烯	Trichloroethylene	79-01-6

表三 參考用內標準品（適用表一待測物）

中文名稱	英文名稱
1,4-二氯苯-d <sub>4</sub>	1,4-Dichlorobenzene-d <sub>4</sub>
萘-d <sub>8</sub>	Naphthalene-d <sub>8</sub>
芴-d <sub>10</sub>	Acenaphthene-d <sub>10</sub>
菲-d <sub>10</sub>	Phenanthrene-d <sub>10</sub>
屈-d <sub>12</sub>	Chrysene-d <sub>12</sub>
芘-d <sub>12</sub>	Perylene-d <sub>12</sub>

表四 參考用內標準品（適用表二待測物）

中文名稱	英文名稱
五氟苯	Pentafluorobenzene
1,4-二氟苯	1,4-Difluorobenzene
氯苯-d <sub>5</sub>	Chlorobenzene-d <sub>5</sub>

表五 十氟三苯基磷質量強度要求標準

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

表六 4-溴氟苯質量強度要求標準

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

表七 內標準品及對應待測物定性/定量離子 (適用表一待測物)

內標準品	對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3
1,4-二氯苯-d <sub>4</sub>		152	150	115	78
	鄰二氯苯	146	148	111	75
	二溴乙烷	107	188	81	-
	苯胺	93	66	65	39
	β-丁內酯	42	43	71	-
	氯苯	112	77	114	51
	環氧氯丙烷	57	69	42	-
	乙二醇乙醚	59	45	72	43
	丙烯酸乙酯	55	99	82	45
	甲基丁基甲酮	43	58	100	85
	酚	94	66	65	39
萘-d <sub>8</sub>		136	108	68	-
	二氯松	109	185	220	145
	滅蟻樂	272	237	274	332
	對-苯二酚	110	81	55	53
	乙二醇乙醚醋酸酯	43	59	72	87
	異佛爾酮	82	138	54	39

表七 內標準品及對應待測物定性/定量離子（適用表一待測物）（續）

內標準品	對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3
芴-d <sub>10</sub>		164	162	160	80
	2,4-二硝基酚	184	63	53	91
	五氯苯	250	248	252	215
	4,6-二硝基鄰甲酚	198	51	121	105
	乙烯硫脲	102	73	72	43
	硫脲	76	60	43	-
菲-d <sub>10</sub>		188	80	94	187
	$\alpha$ -蟲必死	183	181	109	219
	$\beta$ -蟲必死	181	183	109	219
	$\delta$ -蟲必死	181	183	109	219
	大利松	179	304	137	277
	大滅松	87	93	125	229
	樂乃松	285	287	125	167
	飛佈達	100	272	274	337
	靈丹	181	183	109	219
	六氯苯	284	286	282	142
	甲醛-DNPH	188	94	80	-

表七 內標準品及對應待測物定性/定量離子（適用表一待測物）（續）

內標準品	對應的待測物	定量 離子	定性 離子1	定性 離子2	定性 離子3
菲-d <sub>10</sub>	壬基酚**	135	121	149	107
	五氯酚	266	268	264	165
	甲基陶斯松	286	288	125	290
	陶斯松	197	97	199	314
屈-d <sub>12</sub>		240	120	118	236
	阿特靈	66	263	220	186
	α-可氯丹	373	272	237	410
	γ-可氯丹	373	272	237	410
	2,4'-滴滴涕	235	237	165	354
	4,4'-滴滴涕	235	237	165	354
	地特靈	79	263	279	345
	一品松	157	169	185	-
	巴拉松	109	97	291	-
	安特靈	263	281	345	245
	毒殺芬***	159	197	231	-
	十氯酮	272	355	237	218
	磷酸鄰位三甲苯酯	165	179	277	368

表七 內標準品及對應待測物定性/定量離子（適用表一待測物）（續）

內標準品	對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3
蒎-d <sub>12</sub>	甲氧滴滴涕	227	228	238	152
茈-d <sub>12</sub>		264	132	130	260
	六氯芬	196	198	209	406
	磷酸三甲苯酯	368	165	198	243

\*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。

\*\*壬基酚為混合物，以定量離子積分面積加總計算。

\*\*\*毒殺芬為混合物，以定量離子積分面積加總計算。

表八 內標準品及對應待測物定性/定量離子 (適用表二待測物)

內標準品	對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3
五氟苯		168	-	-	-
	三氯甲烷	83	85	87	47
	氯甲烷	50	52	-	-
	二氯甲烷	84	86	88	49
1,4-二氟苯		114	-	-	-
	苯	78	51	-	-
	四氯化碳	117	119	121	82
	1,2-二氯乙烷	62	64	49	98
	乙二醇甲醚	76	45	-	-
氯苯-d <sub>5</sub>		117	-	-	-
	1,4-二氧陸園	88	58	-	-
	甲基丁基甲酮	58	43	100	85
	四氯乙烯	166	164	129	131
	1,2-二氯丙烷	63	76	41	97
	1,1,2-三氯乙烷	97	99	83	85
	三氯乙烯	130	132	95	97

\*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。

表九 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)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
阿特靈	104.2	12.3
$\alpha$ -蟲必死	96.4	7.0
$\beta$ -蟲必死	98.4	8.1
$\delta$ -蟲必死	89.2	8.2
$\alpha$ -可氣丹	88.8	12.7
$\gamma$ -可氣丹	85.4	15.3
2,4'-滴滴涕	96.9	8.0
4,4'-滴滴涕	96.2	8.3
大利松	96.9	8.2
1,2-二氯苯	61.7	9.9
二氯松	94.8	8.5
地特靈	97.1	27.5
大滅松	89.5	12.3
2,4-二硝基酚	112.8	9.7
1,2-二溴乙烷	36.4	8.7
一品松	88.8	9.8
樂乃松	91.5	9.5
飛佈達	102.6	13.4
靈丹	95.2	8.3
巴拉松	100.2	11.9
安特靈	95.2	6.8

表九 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) (續)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
六氯苯	93.0	6.6
十氯酮	92.2	8.9
對-苯二酚	94.2	5.7
乙二醇乙醚醋酸酯	92.7	5.5
異佛爾酮	90.5	5.6
五氯酚	100.1	6.4
酚	92.0	4.8
磷酸三甲苯酯	111.5	3.7
磷酸鄰位三甲苯酯	93.8	6.2

表十 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)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
安特靈	98.6	2.2
六氯苯	92.8	2.4
十氯酮	96.6	4.9
對-苯二酚	95.5	2.9
4,6-二硝基鄰甲酚	107.6	3.2
乙二醇乙醚醋酸酯	98.5	2.2
乙烯硫脲	95.2	5.3
異佛爾酮	91.3	2.2
五氯酚	92.3	2.8
酚	94.8	2.4
磷酸三甲苯酯	92.8	1.6
磷酸鄰位三甲苯酯	95.4	1.9
甲基陶斯松	120.0	5.7
陶斯松	91.3	1.0

表十一 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)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
毒殺芬	115.2	6.8
十氯酮	95.4	6.5
五氯苯	108.1	1.8
$\beta$ -丁內酯	105.3	3.1
環氧氯丙烷	106.2	1.8
乙二醇乙醚	109.7	7.0
乙二醇乙醚醋酸酯	91.5	2.2
丙烯酸乙酯	103.6	2.5
甲基丁基甲酮	102.6	2.0
壬基酚	112.6	4.2

表十二 單一實驗室直接稀釋法之精密度與準確度(n=7)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
阿特靈	109.0	6.8
$\alpha$ -蟲必死	102.2	3.7
$\beta$ -蟲必死	104.0	4.9
$\delta$ -蟲必死	105.2	5.5
$\alpha$ -可氣丹	91.2	12.7
$\gamma$ -可氣丹	94.0	17.0
2,4'-滴滴涕	96.4	3.6
4,4'-滴滴涕	98.0	3.3
大利松	101.6	3.4
1,2-二氯苯	103.6	2.6
二氯松	119.2	15.4
地特靈	97.2	20.0
大滅松	99.2	11.5
2,4-二硝基酚	75.1	5.6
1,2-二溴乙烷	91.0	5.0
一品松	94.4	1.3
樂乃松	101.8	10.3
飛佈達	106.6	7.5
靈丹	99.8	6.5

表十二 單一實驗室直接稀釋法之精密度與準確度(n=7) (續)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
巴拉松	103.2	5.4
苯胺	100.2	2.6
甲醛-DNPH	95.2	1.8
甲基陶斯松	125.3	3.1
陶斯松	104.4	1.5
甲氧滴滴涕	116.9	5.3

\*苯胺、甲醛兩項待測物之精密度與準確度，分別參照本部公告檢測方法「毒性及關注化學物質中有機化合物檢測方法—氣相層析質譜儀法 (NIEA T706.2)」及「毒性化學物質中醛類檢測方法—氣相層析質譜儀法 (NIEA T707.2)」。

表十三 單一實驗室靜態頂空進樣法之精密度與準確度(n=8)

待測物	回收率(%)	標準偏差(%)
苯	55.1	3.2
四氯化碳	97.1	3.2
三氯甲烷	95.3	3.3
1,4-二氧陸圀	114.4	10.6
1,2-二氯乙烷	109.5	2.9
乙二醇甲醚	64.1	2.5
甲基丁基甲酮	88.5	2.2
氯甲烷	86.7	16.2
二氯甲烷	103.7	4.2
四氯乙烯	62.2	2.9
1,2-二氯丙烷	98.0	2.8
1,1,2-三氯乙烷	125.3	4.7
三氯乙烯	100.7	3.2

## 環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：環境用藥禁止含有成分檢測方法－氣相層析質譜儀法(NIEA D910.04B)草案

修正內容	現行內容	說明
<p>一、方法概要</p> <p>本方法參照「環境用藥檢測方法－樣品製備法(NIEA D901.0)」(註 1)，依不同劑型以直接稀釋或適當前處理進行萃取濃縮、衍生化或平衡狀態頂空(Static headspace, SHS)方式後，注入氣相層析質譜儀(Gas chromatograph / mass spectrometer, GC/MS)，以待測物相對於內標準品的相對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。</p>	<p>一、方法概要</p> <p>本方法參照「環境用藥檢測方法－樣品製備法(NIEA D901.0)」(註 1)，依不同劑型以直接稀釋或適當前處理進行萃取濃縮、衍生化或靜態頂空方式後，注入氣相層析質譜儀(Gas chromatograph mass spectrometer, GC/MS)，檢測待測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。</p>	1.文字與格式修正。
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於確認及定量環境用藥公告禁止含有成分中 58 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。</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於確認及定量環境用藥公告禁止含有成分中 56 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。</p> <p>其中甲醛成分分析在本方法之四、設備與材料、五、試劑及七、步驟，需參照「<u>毒性化學物質中醛類檢測方法－氣相層析質譜儀法(NIEA T707.2)</u>」之相關規定。氣苯、苯胺成分分析條件，可參考「<u>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 T706.2)</u>」。</p>	1.文字與格式修正。 2.新增2個待測物，甲基陶斯松及甲氧滴滴涕。 3.文字描述配合調整至適當出現位置。
<p>三、干擾</p> <p>(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</p>	<p>三、干擾</p> <p>(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</p>	1.文字與格式修正。

修正內容	現行內容	說明
<p>乾，再以二氯甲烷淋洗，<u>晾乾後放置於乾淨地點，必要時得以鋁箔紙封口</u>避免污染。</p> <p>(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後，建議分析<u>試劑空白樣品</u>，確認無殘留污染的情況。</p>	<p>乾，再以二氯甲烷淋洗，<u>晾乾後以鋁箔紙封口</u>，放置於乾淨地點，避免污染。</p> <p>(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後，建議分析<u>溶劑空白</u>，確認無殘留污染的情況。</p>	
<p>四、設備與材料</p> <p>(一) <u>分析天平：可精稱至 0.1 mg。</u></p> <p>(二) <u>定量瓶：適當體積，棕色硼矽玻璃材質，附磨砂瓶塞。</u></p> <p>(三) <u>頂空用樣品瓶：體積為 22 mL 或其他可適用於實驗室頂空設備之玻璃瓶，附鐵氟龍墊片之螺旋瓶蓋或夾壓式瓶蓋。</u></p> <p>(四) <u>溶液保存瓶：適當體積，附鐵氟龍墊片旋蓋之棕色硼矽玻璃瓶。</u></p> <p>(五) <u>微量移液管：10 <math>\mu</math>L、25 <math>\mu</math>L、50 <math>\mu</math>L、100 <math>\mu</math>L、250 <math>\mu</math>L、1,000 <math>\mu</math>L 或其他體積。</u></p> <p>(六) <u>氣密式注射針：10 <math>\mu</math>L、25 <math>\mu</math>L、50 <math>\mu</math>L、100</u></p>	<p>四、設備與材料</p> <p>(一) <u>樣品製備所需設備參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法 (NIEA D901.0)」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法 (NIEA T704.2) 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 M735.7)」規定。</u></p> <p>(二) <u>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。</u></p> <p>(三) <u>分析天平：可精稱至 0.1 mg。</u></p>	<p>1. 文字與格式修正。</p> <p>2. 補足原方法中未明敘之可能使用設備規格。減少直接說明參考其他方法的敘述。</p>

修正內容	現行內容	說明
<p><u>μL、250 μL、1,000 μL 或其他體積。</u></p> <p>(七) 氣相層析質譜儀</p> <p>2.偵測器：具每秒掃瞄 35 amu 至 500 amu 及使用 70 eV 電子游離能量撞擊的質譜偵測器。</p> <p>(八) 頂空氣相層析質譜儀</p> <p>2.偵測器：具每秒掃瞄 29 amu 至 300 amu 及使用 70 eV 電子游離能量撞擊的質譜偵測器。</p> <p>3.層析管柱：DB-624，60 m (長) × 0.32 mm (內徑)，膜厚度 1.0 μm 至 1.8 μm 的毛細管柱或同級品。</p> <p>(十) 氬氣：純度 99.999 %，或以上。</p>	<p>(四) 氣相層析質譜儀 (GC/MS)</p> <p>2.偵測器：具每秒掃瞄 35 amu 至 500 amu 及使用 70 eV 電子游離能量撞擊的質譜偵測器，且注射 5 ng 至 50 ng 十氟三苯基磷 (Decafluorotriphenylphosphine, DFTPP) 可產生符合表三要求的質譜規範。</p> <p>(五) 頂空氣相層析質譜儀 (HS/GC/MS)</p> <p>2.偵測器：具每秒掃瞄 29 amu 至 300 amu 及使用 70 電子伏特能量撞擊的質譜偵測器，且對 4-溴氟苯 (4-Bromofluorobenzene, BFB) 分析時可產生符合表四要求的質譜規範。</p> <p>3.層析管柱：DB-624，20 m 至 60 m (長) × 0.18 mm 至 0.32 mm (內徑)，膜厚度 1.0 μm 至 1.8 μm 的毛細管柱或同級品。</p>	
<p>五、試劑</p> <p>(二) 二氯甲烷：殘量級。</p> <p>(三) 甲醇：殘量級。</p>	<p>五、試劑</p> <p>(二) 二氯甲烷：殘量級或同級品。</p> <p>(三) 甲醇：殘量級或同級品。</p> <p>(四) 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。</p> <p>(五) 樣品製備使用試劑參考「環境用藥檢測方法—樣品製備法 (NIEA D901.0)」，「毒性化學物質中有機化合物檢測方法-</p>	<p>1.文字與格式修正。</p> <p>2.補足原方法中未明敘之可能使用設備規格。減少直接說明參考其他方法的敘述。</p>

修正內容	現行內容	說明
<p>(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) <u>已知純度標準品 (具可追溯濃度證明文件)</u>，置於 10 mL 之<u>定量瓶</u>，以適當溶劑溶解後，稀釋至刻度，其濃度約為 5,000 <u>µg/mL</u>，將標準溶液儲存於附鐵氟龍墊片旋蓋棕色硼矽玻璃瓶中，保存於標準品製造商建議溫度或大於 0 °C 至 6 °C 以下暗處。或使用市售具可追溯濃度證明文件之標準溶液。</p> <p>(五) 儲備標準溶液 (表二待測物)：儲備標準溶液可由<u>已知純度標準品 (具可追溯濃度證明文件)</u>自行配製或使用市售具可追溯濃度證明文件之標準溶液。以已知成分及純度的標準品，製備儲備標準溶液方式如下：</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. 將 10 mL <u>定量瓶</u>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。</li> <li>2. 加入已知純度的標準品：以氣密式注射針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。</li> <li>3. 稱重後，以甲醇稀釋至刻度使充分混合。以標</li> </ol>	<p><u>樣品製備法 (NIEA T704.2)</u> 及「<u>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 M735.7)</u>」規定。</p> <p>(六) 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) <u>分析試藥級之待測物</u>，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<u>經確認</u>之標準溶液。</p> <p>(七) 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<u>經確認</u>之標準溶液。以已<u>確認</u>成分及純度的標準品，製備儲備標準溶液方式如下：</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>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。</li> <li>2. 加入已<u>確認</u>純度的標準品：以注射針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。</li> <li>3. 稱重後，以甲醇稀釋至刻度使充分混合。以標</li> </ol>	

修正內容	現行內容	說明
<p>準品的淨重，計算其於溶液中的濃度(<math>\mu\text{g/mL}</math>)。</p> <p>4. 儲備標準溶液應儲存於附鐵氟龍墊片旋蓋棕色硼矽玻璃瓶。瓶內空間愈少愈好，冷凍保存於標準品製造商建議溫度或 <math>-10\text{ }^{\circ}\text{C}</math> 以下暗處。使用後應儘速返還冰櫃中以減少揮發性有機物揮發。</p> <p>(八) 內標準品溶液 (表一待測物參考用)：購買或配製表三所列化合物 (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 <math>2,000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 至 <math>4,000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 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，建議每個內標準品的注入濃度為 <math>50\text{ }\mu\text{g/mL}</math>，或依儀器靈敏度調整。</p> <p>(九) 內標準品溶液 (表二待測物參考用)：購買或配製表四所列化合物 (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 <math>2,000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 至 <math>4,000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 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</p>	<p>準品的淨重，計算其於溶液中的濃度(<math>\text{mg/L}</math>)。 <u>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。</u></p> <p>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 <math>-10\text{ }^{\circ}\text{C}</math> 以下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。</p> <p>(八) 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-<math>\text{d}_4</math>(1,4-Dichlorobenzene-<math>\text{d}_4</math>)、萘-<math>\text{d}_8</math>(Naphthalene-<math>\text{d}_8</math>)、蒾-<math>\text{d}_{10}</math>(Acenaphthene-<math>\text{d}_{10}</math>)、菲-<math>\text{d}_{10}</math>(Phenanthrene-<math>\text{d}_{10}</math>)、蒽-<math>\text{d}_{12}</math>(Chrysene-<math>\text{d}_{12}</math>) 及 芘-<math>\text{d}_{12}</math>(Perylene-<math>\text{d}_{12}</math>) (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在 <math>2000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 至 <math>4000\text{ }\mu\text{g/mL}</math> 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，建議每個內標準品的注入量為 <math>40\text{ ng}</math>，或依儀器靈敏度調整。</p> <p>(九) 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-<math>\text{d}_5</math>(Chlorobenzene-<math>\text{d}_5</math>) (或其他可與待測物區分之內標準品)，其濃度建議在</p>	

修正內容	現行內容	說明
<p>適量的內標準品，建議每個內標準品的注入量為 20 <math>\mu\text{g}</math>，或依儀器靈敏度調整。</p> <p>(十) 質譜儀校正標準品溶液：</p> <p>1. 十 氟 三 苯 基 磷 (Decafluorotriphenylphosphine, DFTPP) 標準品：<u>適用於分析表一待測物，濃度分析建議為 50 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math>，或依儀器靈敏度調整。</u></p> <p>2.4- 溴 氟 苯 (4-Bromofluorobenzene, BFB) 標準品：<u>適用於分析表二待測物，濃度分析建議為 20 <math>\mu\text{g}</math>，或依儀器靈敏度調整。</u></p>	<p>2000 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math> 至 4000 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math> 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，建議每個內標準品的注入量為 20 <math>\text{ng}</math>，或依儀器靈敏度調整。</p> <p>(十) 質譜儀校正標準品溶液：</p> <p>1. 十 氟 三 苯 基 磷 (Decafluorotriphenylphosphine, DFTPP) 標準品：用於表一待測物，濃度建議為 <u>25 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math> 至 50 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math></u>，或依儀器靈敏度調整。</p> <p>2.4- 溴 氟 苯 (4-Bromofluorobenzene, BFB) 標準品：用於表二待測物，濃度建議為 <u>25 <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math></u>，或依儀器靈敏度調整。</p>	
<p>七、步驟</p> <p>(一) 樣品前處理</p> <p>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 D901.0)」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法(NIEA T704.2)」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 M735.7)」相關內容，加以適當前處理。</p> <p><u>甲醛成分分析在本方法之四、設備與材料、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 T707.2)」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 T706.2)」。</u></p>	<p>七、步驟</p> <p>(一) 樣品萃取</p> <p>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 D901.0)」、「毒性化學物質中有機化合物檢測方法—樣品製備法(NIEA T704.2)」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 M735.7)」相關內容，加以適當前處理。</p>	<p>1.文字與格式修正。</p> <p>2.微調儀器操作條件(參考本院條件)。</p> <p>3.配合方法初衷，明敘「初步定性分析」內容。</p>

修正內容	現行內容	說明
<p>(二) <u>氣相層析質譜儀操作條件 (可視實驗室情況適當調整)</u></p> <p>1. <u>表一待測物建議分析條件如下：升溫條件：初始溫度 40 °C 維持 3 分鐘，隨後以每分鐘 10 °C 升溫至 100 °C 維持 2 分鐘，再以每分鐘 20 °C 升溫至 300 °C 後，維持 9 分鐘。總分析時間為 30 分鐘。</u>  <u>注入口溫度：280 °C。</u>  <u>分流比：1:1。</u>  <u>載流氣體：氦氣，流率 1 mL/min。</u>  <u>進樣量：1.0 µL。</u>  <u>離子化方式：電子游離法，70 eV。</u>  <u>質譜掃瞄範圍：35 amu 至 500 amu。</u>  <u>掃瞄速率：至少 1 次/秒。</u></p> <p>2. <u>表二待測物建議分析條件如下：升溫條件：初始溫度 35 °C 維持 3 分鐘，隨後以每分鐘 6 °C 升溫至 50 °C 維持 1 分鐘，再以每分鐘 7 °C 升溫至 220 °C 後，維持 5 分鐘。總分析時間為 35.79 分鐘。</u>  <u>載流氣體：氦氣，流率 1.5 mL/min。</u>  <u>離子化方式：70 eV 電子游離法。</u>  <u>質譜掃瞄範圍：29 amu 至 300 amu。</u>  <u>掃瞄速率：至少 1 次/秒。</u></p> <p>(三) <u>質譜儀績效測試</u>  <u>適當調整層析質譜儀各項參數，注射 DFTPP 或 BFB，所得質譜圖譜必須符合表五或表六的要求</u></p>		

修正內容	現行內容	說明
<p><u>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。</u></p> <p>(四) <u>初步定性分析</u>  <u>完成前處理之樣品先以氣相層析質譜儀進行全質譜掃描，以 NIST 圖譜資料庫或類似資料庫比對，確認是否疑似含有禁止含有成分。當比對分數達 60 分以上（依各資料庫產出之比對分數表示方式略有不同，以滿分之 60 % 以上為判定標準），則判定為疑似含有待測物，須再針對待測物進行定性及定量分析；若否，無須後續分析作業。</u></p> <p>(五) <u>檢量線製備</u></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. <u>配製濃度範圍涵蓋 10 µg/mL 至 100 µg/mL 或其他適當濃度，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。</u></li> <li>2. <u>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。</u></li> <li>3. <u>檢量線製備完成後，即應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獨立配製之標準溶液，以相同儀器條件進行分析確認，其分析結果相對誤差值應在 ±20 % 以內。</u></li> </ol>	<p>(二) <u>定性分析</u>  <u>先以氣相層析質譜儀進行全質譜掃描，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。</u></p> <p>(三) <u>檢量線製備</u></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. <u>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。</u></li> <li>2. <u>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。</u></li> <li>3. <u>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。</u>  <u>表一待測物建議分析條件如下：</u>  <u>起始溫度：35 °C 維持 2</u></li> </ol>	

修正內容	現行內容	說明
<p>4. 分析完成後，依照表七及表八所列對應內標準品及其定量離子，以下列公式計算各化合物在各濃度中的感應因子 (Response factor, RF)。</p> $RF = \frac{A_s/A_{is}}{C_s/C_{is}}$ <p><math>A_s</math>：檢量線溶液中待測物之波峰面積  <math>A_{is}</math>：檢量線溶液中內標</p>	<p>分鐘。  <u>溫控程式：以每分鐘 35 °C 升溫至 130 °C，再以每分鐘 12 °C 升溫至 300 °C 後，維持 12 分鐘</u>  <u>注入口溫度：280 °C。</u>  <u>載流氣體流速：1 mL/min。</u>  <u>進樣量：以自動進樣器抽取 1 μL 至 2 μL 樣品分析。</u>  <u>離子化方式：70 eV 電子游離法。</u>  <u>質譜掃瞄範圍：35 amu 至 500 amu。</u>  <u>掃瞄速率：至少 1 次/秒。</u>  <u>表二待測物建議分析條件如下：</u>  <u>起始溫度：30 °C 維持 5 分鐘。</u>  <u>溫控程式：以每分鐘 15 °C 升溫至 220 °C，維持 3 分鐘。</u>  <u>載流氣體流速：1 mL/min。</u>  <u>注射體積：250 μL。</u>  <u>離子化方式：70 eV 電子游離法。</u>  <u>質譜掃瞄範圍：29 amu 至 300 amu。</u>  <u>掃瞄速率：至少 1 次/秒。</u>  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)。</p> $RF = \frac{A_s/A_{is}}{C_s/C_{is}}$ <p><math>A_s</math>：檢量線溶液中待測物之波峰面積。  <math>A_{is}</math>：檢量線溶液中內標</p>	

修正內容	現行內容	說明
<p>準品之波峰面積  <math>C_s</math>：檢量線溶液中待測物之濃度(<math>\mu\text{g/mL}</math>)  <math>C_{is}</math>：檢量線溶液中內標準品之濃度(<math>\mu\text{g/mL}</math>)            由上述求得之 RF 再算出每一待測物的平均感應因子(<math>\overline{RF}</math>)、感應因子標準偏差(Standard deviation, SD)及相對標準偏差(Relative standard deviation, RSD)，其計算如下：</p> $\overline{RF} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n}$ $SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RF_i - \overline{RF})^2}{n-1}}$ $RSD(\%) = \frac{SD}{\overline{RF}} \times 100$ <p>RSD(%) 必須小於或等於 20%。若某一化合物之 RSD(%) 大於 20%，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校正濃度圖，其相關係數需大於或等於 0.995。</p> <p>(六) 樣品分析</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>量取經七、(一) 樣品萃取步驟製備後的樣品溶液，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。</li> <li>使用與檢量線製備時相同的儀器條件，分析配製好的樣品。</li> </ol>	<p>準品之波峰面積。  <math>C_s</math>：檢量線溶液中待測物之濃度(<math>\mu\text{g/mL}</math>)。  <math>C_{is}</math>：檢量線溶液中內標準品之濃度(<math>\mu\text{g/mL}</math>)。            由上述求得之 RF 再算出每一待測物的感應因子標準偏差(Standard deviation, SD)及相對標準偏差(Relative standard deviation, RSD)，其計算如下：</p> $\overline{RF} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n}$ $SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (RF_i - \overline{RF})^2}{n-1}}$ $RSD(\%) = \frac{SD}{\overline{RF}} \times 100$ <p><math>\overline{RF}</math>：化合物在檢量線建立時的平均感應因子。            RSD(%) 必須 <math>\leq 20\%</math> (註2)。若某一化合物之 RSD(%) 大於 20%，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。</p> <p>(六) 樣品分析</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>量取經 (一) 樣品萃取步驟製備後的樣品溶液，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。</li> <li>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。</li> </ol>	

修正內容	現行內容	說明
3.以八、結果處理所述的方法來定性及計算待測物的濃度。	3.以八、結果處理所述的方法來定性及計算待測物的濃度， <u>如果樣品製備溶液中待測物濃度未落在檢量線範圍，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。</u>	
<p>八、結果處理</p> <p><u>樣品完成初步定性分析後，其比對分數如未達 60 分，以定性未檢出禁止含有成分出具報告；其比對分數達 60 分或以上，依定性及定量結果出具報告。</u></p> <p>(一) 定性分析</p> <p><u>樣品中待測物的認定可經由比較其相對滯留時間 (Relative retention time, RRT) 和標準質譜後確認。標準質譜得以圖譜資料庫、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。</u></p> <p>1. <u>待測物與參考標準品 (通常為內標準品) 之相對滯留時間差異須在 <math>\pm 0.06</math> RRT 內，或是與待測物標準品之絕對滯留時間差異在 <math>\pm 0.03</math> 分鐘內，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。相對滯留時間的計算方式如下：</u></p> $RRT = \frac{RT_x}{RT_{is}}$ <p><u><math>RT_x</math>：待測物滯留時間</u> <u><math>RT_{is}</math>：相對應內標準品滯留時間</u></p> <p>2. <u>比較待測物質譜圖應符合下列要求：</u></p> <p>(1) <u>待測物在標準質譜中</u></p>	<p>八、結果處理</p> <p>(一) 定性分析</p> <p><u>樣品中待測物的認定可經由比較其相對滯留時間和標準質譜後確認。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。</u></p>	<p>1. 文字與格式修正。</p> <p>2. 新增「初步定性分析」說明。</p> <p>3. 明敘「定性分析」規定。</p>

修正內容	現行內容	說明
<p><u>相對強度大於 10 % 的離子或相對強度未達 10 % 但屬於待測物特徵離子，皆應存在於樣品質譜中。</u></p> <p><u>(2)樣品質譜中待測物定量離子與各定性離子之相對強度比例差異需在 ±30 % 內。</u></p> <p><u>3.樣品中待測物得以添加標準品方式進行定性確認。</u></p> <p><u>(三) 定量分析</u></p> <p><u>1.當待測物於初步定性分析確認後，該待測物必須根據其定量離子層析圖，以內標準品校正法進行依八、(二)規範進行定性分析與定量分析(註 2)。</u></p> <p><u>2.計算樣品中每一個確認過的待測物濃度如下：</u></p> $\text{濃度 (mg/kg)} = \frac{(A_s)(C_{is})(V_i)(D_f)}{(A_{is})(\overline{RF})(W_s)}$ <p><u>A<sub>s</sub>：待測物之定量離子波峰面積</u></p> <p><u>C<sub>is</sub>：注入內標準品濃度(μg/mL)</u></p> <p><u>V<sub>i</sub>：萃液濃縮後體積(mL)</u></p> <p><u>D<sub>f</sub>：萃液稀釋倍數</u></p> <p><u>A<sub>is</sub>：內標準品的定量離子波峰面積</u></p> <p><u><math>\overline{RF}</math>：平均感應因子</u></p> <p><u>W<sub>s</sub>：樣品取樣量(g)</u></p>	<p>(二) 定量分析</p> <p>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 3)。</p> <p>2.計算樣品中每一個確認過的待測物濃度如下：</p> $\text{濃度 (mg/kg)} = \frac{(A_s)(C_{is})(V_i)(D_f)}{(A_{is})(\overline{RF})(W_s)}$ <p>其中 <u>A<sub>s</sub>：待測物之定量離子波峰面積。</u></p> <p><u>C<sub>is</sub>：注入內標準品濃度(μg/mL)。</u></p> <p><u>V<sub>i</sub>：萃液濃縮後體積(mL)。</u></p> <p><u>D<sub>f</sub>：萃液稀釋倍數。</u></p> <p><u>A<sub>is</sub>：內標準品的定量離子波峰面積。</u></p> <p><u><math>\overline{RF}</math>：待測物的平均感應因子。</u></p> <p><u>W<sub>s</sub>：樣品取樣量(g)。</u></p>	
<p>九、品質管制</p> <p>(二) 空白樣品分析：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檢量線最低濃度的 1/10。</p> <p>(三) 重複樣品分析：每一批次或每 20 個樣品至少應執行一次重複樣品分析</p>	<p>九、品質管制(註 2)</p> <p>(二) 空白樣品分析：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 檢量線最低點的。</p>	<p>1.文字與格式修正。</p>

修正內容	現行內容	說明
<p>○</p> <p>(四) <u>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。</u></p> <p>○</p> <p>(五) <u>報告處理：由於環境用藥劑型種類等基質複雜而多樣，以<u>定性未檢出禁止含有成分</u>出具報告時，<u>另外標示</u>檢量線最低濃度的 1/10。</u></p>	<p>(三) <u>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。</u></p> <p>○</p> <p>(四) <u>報告處理：由於環境用藥劑型種類等基質複雜而多樣，以檢量線最低濃度的 1/10 為本方法之偵測極限。</u></p>	
<p>十、精密度與準確度</p> <p>單一實驗室之查核樣品（空白基質添加）精密度與準確度如表<u>九</u>至表<u>十三</u>所示。</p>	<p>十、精密度與準確度</p> <p>單一實驗室之查核樣品（空白基質添加）精密度與準確度如表<u>七</u>至表<u>十一</u>所示。</p>	<p>1. 依實際表格編號修正。</p>
<p>十一、參考資料</p> <p>(六) <u>行政院環境保護署，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 87 年。</u></p> <p>(七) <u>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。</u></p> <p>(八) <u>行政院環境保護署，環境檢驗檢量線製備及查核指引 NIEA-PA103，中華民國 93 年。</u></p> <p>(九) <u>行政院環境保護署，環境檢驗品管分析執行指引 NIEA-PA104，中華民國 93 年。</u></p>	<p>十一、參考資料</p> <p>(六) <u>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。</u></p> <p>(七) <u>行政院環境保護署，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 87 年。</u></p> <p>(八) <u>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。</u></p>	<p>1. 文字與格式修正。</p>
<p>註 1：本文引用之所有公告方法編碼，以<u>環境部</u>最新公告者為準。</p>	<p>註 1：本文引用之所有公告方法<u>名稱及編碼</u>，以<u>行政院環境保護署</u>最新公告者為準</p>	<p>1. 文字與格式修正。</p>

修正內容	現行內容	說明															
	。																
註 2： <u>樣品基質</u> 干擾現象明顯影響內標準品訊號時，可使用 <u>校正因子法或以檢量線面積對濃度繪製線性迴歸方程式</u> 計算樣品濃度。	註 2： <u>本方法相關品質管制值參閱十一、參考資料（三）</u> 。	1.品質管制已明敘，刪除原註 2。															
刪除	註 3： <u>環境用藥</u> 干擾現象明顯影響內標準品訊號時，可使用 <u>外標法</u> 計算樣品濃度。	1.文字與格式修正，改至註2。 2.增加可用之檢量線製作方式。															
表一（省略） （一）新增	表一（省略）	1.新增甲基陶斯松與甲氧滴滴涕資訊。 2.修正待測物排序。 3.文字與格式修正。															
<table border="1"> <thead> <tr> <th>編號</th> <th>中文名稱</th> <th>英文名稱</th> <th>CAS No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>43</td> <td>甲基陶斯松</td> <td>Chlorpyrifos-methyl</td> <td>5598-13-0</td> </tr> <tr> <td>45</td> <td>甲氧滴滴涕</td> <td>Methoxychlor</td> <td>72-43-5</td> </tr> </tbody> </table>	編號	中文名稱	英文名稱	CAS No.	43	甲基陶斯松	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0	45	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	72-43-5					
編號	中文名稱	英文名稱	CAS No.														
43	甲基陶斯松	Chlorpyrifos-methyl	5598-13-0														
45	甲氧滴滴涕	Methoxychlor	72-43-5														
（二）依法規規定調整待測物列順序，與法規一致。																	
表二（省略） （一）表內待測物項目不變。 （二）依法規規定調整待測物列順序，與法規一致。	表二（省略）	1.修正待測物排序。 2.文字與格式修正。															
表三（省略） 內標準品（適用表一待測物）表格化	-	1.文字與格式修正，提升辨識。															
表四（省略） 內標準品（適用表二待測物）表格化	-	1.文字與格式修正，提升辨識。															
表五（省略） 修正格式。	表三（省略）	1.文字與格式修正，提升辨識。															
表六（省略） 修正格式。	表四（省略）	1.文字與格式修正，提升辨識。															
表七（省略） （一）新增	表五（省略） 刪除	1.文字與格式修正，提升辨識。 2.新增甲基陶斯松與甲氧滴滴涕資訊。															
<table border="1"> <thead> <tr> <th>對應的待測物</th> <th>定量離子</th> <th>定性離子1</th> <th>定性離子2</th> <th>定性離子3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>甲基陶斯松</td> <td>286</td> <td>288</td> <td>125</td> <td>290</td> </tr> <tr> <td>甲氧滴滴涕</td> <td>227</td> <td>228</td> <td>238</td> <td>152</td> </tr> </tbody> </table>	對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3	甲基陶斯松	286	288	125	290	甲氧滴滴涕	227	228	238	152		
對應的待測物	定量離子	定性離子1	定性離子2	定性離子3													
甲基陶斯松	286	288	125	290													
甲氧滴滴涕	227	228	238	152													
（二）新增表註解 *此表選定內標準品及其對																	

修正內容	現行內容	說明									
應化合物為參考用，可依實際分析狀況自行調整。 (三) 合併舊有表五、六，修改格式。											
表八 (省略) (一) 新增表註解 <u>*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。</u> (二) 合併舊有表五、六，修改格式。	表六 (省略) <u>刪除</u>	1.文字與格式修正，提升辨識。									
表九 (省略) 修正表格格式及表現方式。	表七 (省略)	1.文字與格式修正。 2.修正待測物排序。									
表十 (省略) (一) 新增 <table border="1" data-bbox="248 943 651 1025"> <thead> <tr> <th>待測物</th> <th>回收率(%)</th> <th>標準偏差(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>甲基陶斯松</td> <td>120.0</td> <td>5.7</td> </tr> </tbody> </table> (二) 修正表格格式及表現方式。	待測物	回收率(%)	標準偏差(%)	甲基陶斯松	120.0	5.7	表八 (省略)	1.文字與格式修正。 2.新增甲基陶斯松資訊。 3.修正待測物排序。			
待測物	回收率(%)	標準偏差(%)									
甲基陶斯松	120.0	5.7									
表十一 (省略) 修正表格格式及表現方式。	表九 (省略)	1.文字與格式修正。 2.修正待測物排序。									
表十二 (省略) (一) 新增 <table border="1" data-bbox="248 1361 651 1473"> <thead> <tr> <th>待測物</th> <th>回收率(%)</th> <th>標準偏差(%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>甲基陶斯松</td> <td>125.3</td> <td>3.1</td> </tr> <tr> <td>甲氧滴滴涕</td> <td>116.9</td> <td>5.3</td> </tr> </tbody> </table> 表註解：苯胺、甲醛兩項待測物之精密度與準確度，分別參照本 <u>部</u> 公告檢測方法「 <u>毒性及關注化學物質中有機化合物檢測方法—氣相層析質譜儀法 (NIEA T706.2)</u> 」及「 <u>毒性化學物質中醛類檢測方法—氣相層析質譜儀法 (NIEA T707.2)</u> 」。 (二) 修正表格格式及表現方式。	待測物	回收率(%)	標準偏差(%)	甲基陶斯松	125.3	3.1	甲氧滴滴涕	116.9	5.3	表十 (省略)  表註解：苯胺、甲醛兩項待測物之精密度與準確度，分別參照本 <u>署</u> 公告檢測方法編號 NIEA T706.2 及 NIEA T707.2。	1.文字與格式修正。 2.新增甲基陶斯松與甲氧滴滴涕資訊。 3.修正待測物排序。
待測物	回收率(%)	標準偏差(%)									
甲基陶斯松	125.3	3.1									
甲氧滴滴涕	116.9	5.3									
表十三 (省略) 修正表格格式及表現方式。	表十一 (省略)	1.文字與格式修正。 2.修正待測物排序									

修正内容	現行内容	説明
		。

## 加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法(NIEA A211.72B)草案總說明

為配合空氣污染防治法及加油站油氣回收管理之檢測需求，爰依空氣污染防治法第四十九條第三項，整併現行檢測相關規定，擬具「加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法(NIEA A211.72B)」草案，其要點如下

- 一、本方法適用於測試加油槍油氣回收設備之抽氣量與加油量比率，以評估油槍油氣回收之能力。
- 二、利用密合組件將加油槍之吸油氣孔氣密，使加油槍於加油同時經由密合組件及氣密連接管抽取空氣量，計算抽取空氣量及加油量的比率。

## 加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法(NIEA A211.72B)草案

公告	說明
主旨：訂定「加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法 (NIEA A211.72B)」，並自中華民國一百十五年十二月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：空氣污染防制法第四十九條第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

## 加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法草案

NIEA A211.72B

### 一、方法概要

利用密合組件將加油槍之吸油氣孔前後氣密，使加油槍於加油同時經由密合組件及氣密連接管抽取空氣量，計算抽取空氣量及加油量的比率。

### 二、適用範圍

本方法適用於測試加油槍油氣回收設備之抽氣量與加油量比率，以評估油槍油氣回收之能力。油氣體積計量器之最小流率應大於 11.8 L/min (25 ft<sup>3</sup>/h)，最大流率應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)。

### 三、干擾

- (一) 加油槍之吸油氣孔位置、外部型態不合或油垢阻塞時會影響檢測結果。
- (二) 密合組件內部之墊片，應經常檢查更換，若不適當潤滑塗層，將會影響檢測結果。
- (三) 氣密軟管內徑過小或管長大於 1.83 m (6 ft) 會造成油氣輸送之壓損，致影響檢測結果。
- (四) 測試前，不必將油氣管路之油滴趕出，以反映實際加油狀況。
- (五) 測試前應檢查油槍噴嘴完整性，以避免氣油比測試接頭不密合而影響檢測。
- (六) 測試時，加油槍油料承接器具不宜密閉，以免造成實驗誤差。
- (七) 測試時，油槽槽壓應保持接近一大氣壓，油槽若設有壓力調整閥 (P/V) 不宜移除。
- (八) 測試中，若油料不慎導入測試設備，將造成油槍測試失敗。

#### 四、設備與材料

- (一) 氣油比測試連結器（見附圖）：包括密合組件及氣密軟管，連接加油槍及油氣體積計量器。
- (二) 油氣體積計量器（見附圖）：差壓式或容積式。以差壓感測元件推算流率進而計算體積方式稱為差壓式，以轉子式氣量計 (Rotary gas meters) 量測體積方式稱為容積式。油氣體積計量器其最大流率應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)，精密度應小於 5 % 且計量刻度最小讀值為 0.283 L (0.01 ft<sup>3</sup>)。
- (三) 攜帶式承接油桶：至少能容納 17 公升 (4.5 加侖)，承接油桶之油料承接口徑應為 10 cm 以內且其油氣出口口徑應為 5 cm 以內。
- (四) 微壓計：可顯示真空壓，壓力範圍至少應包含 0 cmH<sub>2</sub>O 至 12.7 cmH<sub>2</sub>O (0 inH<sub>2</sub>O 至 5.0 inH<sub>2</sub>O ; 0 pa 至 1,245 pa)。
- (五) 馬錶：準確度小於 0.2 秒。

#### 五、試劑

略

#### 六、採樣與保存

略

#### 七、步驟

- (一) 加油槍抽氣量與加油量比率測試設備組裝如附圖所示，必要時儀器應接地。
- (二) 檢測之前，檢視確認密合組件內部墊片未老化或變形，將加油槍管與密合組件連接，再以氣密軟管與氣油比檢測儀出口側連接，並將入口側予以封閉（註 1），進行負壓洩漏測試或正壓洩漏試驗以確認氣油比測試連結器之組裝無漏。負壓洩漏測試時，以真空產生裝置，使檢測儀內部產生 1,245 Pa 以上的真空壓力， 3

分鐘後容許壓降在 15 Pa 內視為無漏。正壓洩漏測試時，以微壓產生裝置，使檢測儀內部產生 1,245 Pa 以上的壓力，3 分鐘後容許壓降在 15 Pa 內視為無漏。檢測需在判斷無洩漏後，再按附圖檢測組裝繼續以下步驟。

- (三) 將加油槍和氣油比密合組件連結處噴灑測漏液，並以管線正壓測試，判斷接合處是否密合而無氣泡產生。
- (四) 於油料出口處放置承接油料桶，並將油量計（汽油計量器）歸零。
- (五) 記錄油量計初始讀值  $Q_0$  (L) 與油氣體積計量錶初始讀值  $G_0$  (L)，以最大加油流率加油並同時抽氣，持續量測至加油至一定體積（差壓式至少 8 L；容積式至少 15 L）止。記錄油量計最終讀值  $Q_1$  (L) 及油氣體積計量錶最終讀值  $G_1$  (L)。
- (六) 計算抽取空氣量與加油量之比值 (A/L)。

## 八、結果處理

抽氣量與加油量比 (A/L) 之計算公式：

$$A/L = \frac{\gamma(G_1 - G_0)}{Q_1 - Q_0}$$

$\gamma$ ：油氣體積計量器之校正係數（註 2），為最近一次流量或體積校正結果。

報告依法規規定填寫相關紀錄如測試系統之基本資料、是否有回收油氣後處理單元及測試結果等資料

## 九、品質管制

- (一) 容積式油氣體積計量器依經濟部標準檢驗局「氣油比檢測儀檢定檢查技術規範」(CNMV 206)（註 3）進行檢定。差壓式油氣體積計量器需連同密合組件及氣密軟管之組合每半年作流率或體積校正。

- (二) 微壓計每 3 個月至少執行 1 次內部檢查，每年至少執行 1 次外部校正，準確度 1%。

#### 十、精密度與準確度

略

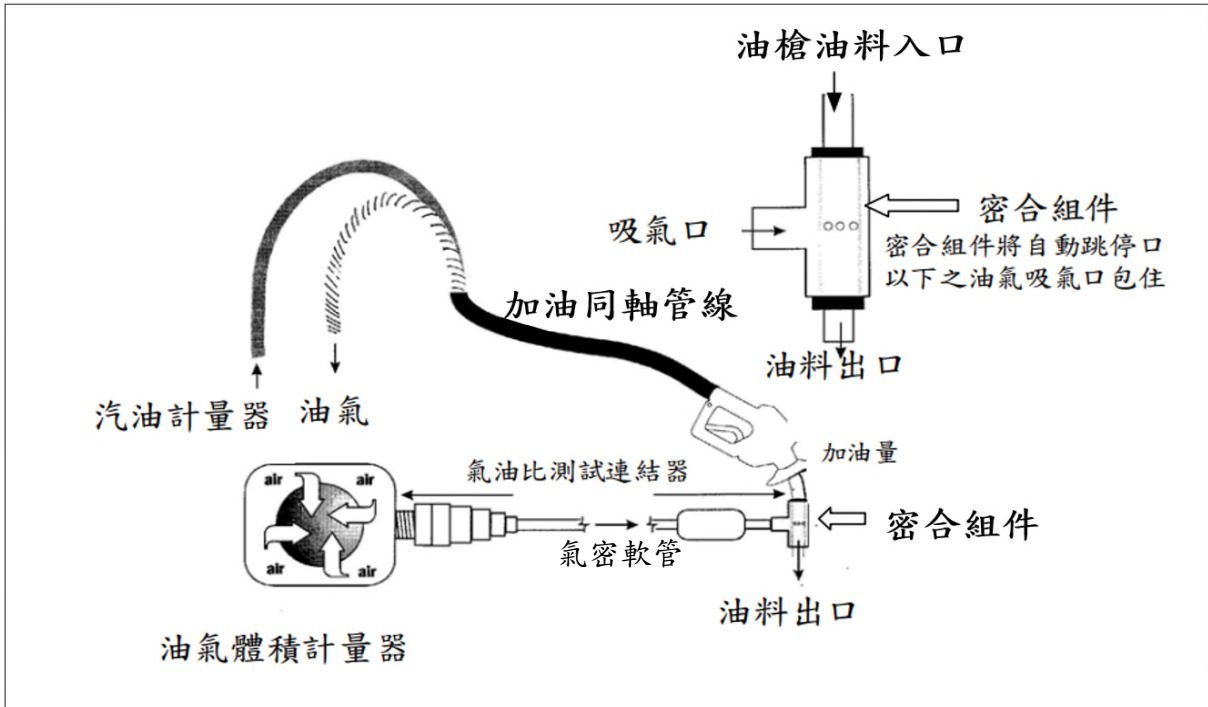
#### 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，加油站設置真空輔助式油氣回收設備補助申請之檢測及審查執行計畫，中華民國 88 年。
- (二) U.S. California Environmental Protection Agency. Air to Liquid Ratio. Vapor Recovery Test Procedure TP-201.5, 2001.
- (三) BSI Standards Publication. Petrol Vapour Recovery During Refuelling of Motor Vehicles at Service Stations Part 2: Test Methods for Verification of Vapour Recovery Systems at Service Stations. BS EN 16321-2, 2013.

註 1：可於密合組件及氣密軟管間加裝三通閥連接吸球或泵。

註 2：容積式儀器校正係數為 1。

註 3：本文引用之技術規範，以經濟部標準檢驗局最新公告者為準。



附圖 抽氣量與加油量比率測試設備組裝圖例

## 環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：加油站加油槍抽氣量與加油量比率檢測方法  
(NIEA A211.72B) 草案

修正內容	現行內容	說明
<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於測試加油槍油氣回收設備之抽氣量與加油量比率，以評估油槍油氣回收之能力。油氣體積計量器之最小流率應大於 11.8 L/min (25 ft<sup>3</sup>/h)，最大流率應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)。</p>	<p>二、適用範圍</p> <p>本方法適用於測試加油槍油氣回收設備之抽氣量與加油量比率，以評估油槍油氣回收之能力。油氣體積計量器之最小流量應大於 11.8 L/min (25 ft<sup>3</sup>/h)，最大流量應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)。</p>	<p>文字修正將「流量」修正為「流率」。</p>
<p>三、干擾</p> <p>(一) 加油槍之吸油氣孔位置、外部型態不合或油垢阻塞時會影響檢測結果。</p> <p>(二) 密合組件內部之墊片，應經常檢查更換，若不適當潤滑塗層，將會影響檢測結果。</p> <p>(三) 氣密軟管內徑過小或管長大於 1.83 m (6 ft) 會造成油氣輸送之壓損，致影響檢測結果。</p> <p>(四) 測試前，不必將油氣管路之油滴趕出，以反映實際加油狀況。</p> <p>(五) 測試前應檢查油槍噴嘴完整性，以避免氣油比測試接頭不密合而影響檢測。</p> <p>(六) 測試時，加油槍油料承接器具不宜密閉，以免造成實驗誤差。</p> <p>(七) 測試時，油槽槽壓應保持接近一大氣壓，油槽若</p>	<p>三、干擾</p> <p>(一) 測試前應檢查油槍噴嘴完整性，以避免氣油比測試接頭不密合而影響檢測。</p> <p>(二) 加油槍之吸油氣孔位置、外部型態不合或油垢阻塞時會影響檢測結果。</p> <p>(三) 測試時，加油槍油料承接器具不宜密閉，以免造成實驗誤差。</p> <p>(四) 測試中，若油料不慎導入測試設備，將造成油槍測試失敗。</p> <p>(五) 測試前，不必將油氣管路之油滴趕出，以反映實際加油狀況。</p> <p>(六) 測試時，油槽槽壓應保持接近一大氣壓，油槽若設有壓力調整閥(P/V)不宜移除。</p> <p>(七) 密合組件內部之墊</p>	<p>排列項次依測試順序重新調整</p>

<p>設有壓力調整閥 (P/V) 不宜移除。</p> <p>(八) 測試中，若油料不慎導入測試設備，將造成油槍測試失敗。</p>	<p>片，應經常檢查更換，若不適當潤滑塗層，將會影響檢測結果。</p> <p>(八) 氣密軟管內徑過小或管長大於 1.83 m(6 ft) 會造成油氣輸送之壓損，致影響檢測結果。</p>	
<p>四、設備與材料</p> <p>(一) 氣油比測試連結器(見附圖):包括密合組件及氣密軟管，連接加油槍及油氣體積計量器。</p> <p>(二) 油氣體積計量器(見附圖):<u>差壓式或容積式</u>。以差壓感測元件推算流率進而計算體積方式稱為差壓式，以轉子式氣量計 (Rotary gas meters) 量測體積方式稱為容積式。油氣體積計量器其最大流率應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)，精密度應小於 5 % 且計量刻度最小讀值為 0.283 L (0.01 ft<sup>3</sup>)。</p> <p>(三) 攜帶式承接油桶：至少能容納 17 公升 (4.5 加侖)，承接油桶之油料承接口徑應為 10 cm 以內且其油氣出口口徑應為 5 cm 以內。</p> <p>(四) 微壓計：可顯示真空壓，壓力範圍至少應包含 0 cmH<sub>2</sub>O 至 12.7 cmH<sub>2</sub>O (0 inH<sub>2</sub>O 至 5.0 inH<sub>2</sub>O；0 pa 至 1,245 pa)。</p> <p>(五) 馬錶：準確度小於 0.2 秒。</p>	<p>四、設備與材料</p> <p>(一) 氣油比測試連結器(見圖一):包括密合組件及氣密軟管，連接加油槍及油氣體積計量器。</p> <p>(二) 油氣體積計量器(見圖一):油氣體積計量器其最大流量應大於 118 L/min (250 ft<sup>3</sup>/h)，精密度應小於 5 % 且計量刻度最小讀值為 0.283 L (0.01 ft<sup>3</sup>)。</p> <p>(三) 攜帶式承接油桶：至少能容納 17 公升 (4.5 加侖)，承接油桶之油料承接口徑應為 10 cm 以內且其油氣出口口徑應為 5 cm 以內。</p> <p>(四) 微壓錶：可顯示真空錶壓，壓力範圍 0 至 12.7 cmH<sub>2</sub>O (0 至 5 inH<sub>2</sub>O)。</p> <p>(五) 馬錶：準確度小於 0.2 秒。</p>	<p>1. 規範計量器型式。</p> <p>2. 配合國際單位制增加 Pa 並修正名稱。</p> <p>3. 文字修正。</p>
<p>七、步驟</p>	<p>七、步驟</p>	<p>1. 考量檢測實</p>

<p>(一) 加油槍抽氣量與加油量比率測試設備組裝如附圖所示，必要時儀器應接地。</p> <p>(二) 檢測之前，<u>檢視確認密合組件內部墊片未老化或變形，將加油槍管與密合組件連接，再以氣密軟管與氣油比檢測儀出口側連接，並將入口側予以封閉(註1)，進行負壓洩漏測試或正壓洩漏試驗以確認氣油比測試連結器之組裝無漏。負壓洩漏測試時，以真空產生裝置，使檢測儀內部產生 1,245 Pa 以上的真空壓力，3 分鐘後容許壓降在 15 Pa 內視為無漏。正壓洩漏測試時，以微壓產生裝置，使檢測儀內部產生 1,245 Pa 以上的壓力，3 分鐘後容許壓降在 15 Pa 內視為無漏。檢測需在判斷無洩漏後，再按附圖檢測組裝繼續以下步驟。</u></p> <p>(三) <u>加油槍和氣油比密合組件連結處噴灑測漏液，並以管線正壓判斷接合處是否密合而無氣泡產生。</u></p> <p>(四) <u>於油料出口處放置承接油料桶，並將油量計(汽油計量器)歸零。</u></p> <p>(五) <u>記錄油量計初始讀值 <math>Q_0(L)</math> 與油氣體積計量錶初始讀值 <math>G_0(L)</math>，以最大加油流率加油並同時抽氣，持續量測至加油至一定體積(差壓式至少 8 L；容積式至少 15 L) 止。記錄油量計最終讀值 <math>Q_1(L)</math> 及油氣體積計</u></p>	<p>(一) 加油槍抽氣量與加油量比率測試設備組裝如圖一所示，必要時儀器應接地。</p> <p>(二) 檢測之前，應封閉氣油比測試連結器及油氣體積計量器之油氣出口，並於密合組件及氣密軟管間加裝三通閥連接吸球或泵，進行真空洩漏試驗或加壓洩漏試驗以確認氣油比測試連結器之組裝無漏。真空洩漏試驗做法為真空抽氣至初始參考真空壓力為 12.7 cmH<sub>2</sub>O(5.0 inH<sub>2</sub>O) 左右，3 分鐘後容許壓降在 0.13 cmH<sub>2</sub>O(0.05 inH<sub>2</sub>O) 內視為無漏；加壓洩漏試驗之做法為填送空氣以加壓測試管路，並以測漏液檢查氣密組件與油槍間是否密合。檢測需在判斷無洩漏後，再按圖一檢測組裝繼續以下步驟。</p> <p>(三) 於油料出口處放置承接油料桶，並將加油計量表歸零。</p> <p>(四) 以最大加油流量加油，待加油流量穩定(約 2 L 後)，開始計時，記錄加油油表讀值，<math>Q_0(L)</math>，油氣體積計量錶讀值，<math>G_0(L)</math>，並持續量測至加油至一定體積(汽油至少 8 L 以</p>	<p>務，調整氣密步驟，洩漏測試判定基準為 Pa。</p> <p>2. 依儀器型式規範採樣體積。</p>
--	--	--

<p>量錶最終讀值 <math>G_1(L)</math>。</p> <p>(六) 計算抽取空氣量與加油量之比值 <math>(A/L)</math>。</p>	<p>間，<math>t</math>，加油油表讀值，<math>Q_1(L)</math>，及油氣體積計量錶最終讀值，<math>G_1(L)</math>。</p> <p>(五) 計算抽取空氣量與加油量之比值。</p>	
<p>八、結果處理</p> <p>氣油比檢測儀抽氣量與加油量比 <math>(A/L)</math> 之計算公式：</p> $A/L = \frac{\gamma(G_1 - G_0)}{Q_1 - Q_0}$ <p><math>\gamma</math>：油氣體積計量器之校正係數（註 2），為最近一次流率或體積校正結果。</p> <p>報告依法規規定填寫相關紀錄如測試系統之基本資料、是否有回收油氣後處理單元及測試結果等資料。</p>	<p>八、結果處理</p> <p>抽氣量與加油量比 <math>(A/L)</math> 之計算公式：</p> $A/L = \frac{\gamma(G_1 - G_0)}{Q_1 - Q_0}$ <p>註：油氣體積計量器之校正係數，為最近一次流率或體積校正結果。</p> <p>報告依法規規定填寫相關紀錄如測試系統之基本資料、是否有回收油氣後處理單元及測試結果等資料。</p>	<p>修正說明符號定義。</p>
<p>九、品質管制</p> <p>(一) 容積式油氣體積計量器依經濟部標準檢驗局「氣油比檢測儀檢定檢查技術規範」(CNMV 206) (註 3) 進行檢定。差壓式油氣體積計量器需連同密合組件及氣密軟管之組合每半年作流率或體積校正。</p> <p>(二) 微壓計每 3 個月至少執行 1 次內部檢查，每年至少執行 1 次外部校正，準確度 1%。</p>	<p>九、品質管制</p> <p>油氣體積計量器需連同密合組件及氣密軟管之組合每半年作流量或體積校正，微壓錶需三個月作校正，加油油錶依規定定期校正。</p> <p>圖二及圖三分別顯示單一實驗室根據加油油氣回收設備是否有回收油氣後處理單元，作歷次對加油站抽測抽氣量與加油量比之統計結果。</p>	<p>1. 規範容積式油氣體積計量器檢定方式。</p> <p>2. 調整微壓計品質管制事項。</p>
<p>十一、參考資料</p> <p>(一) 行政院環境保護署，加油站設置真空輔助式油氣</p>	<p>十一、參考資料</p> <p>(一) 行政院環保署，工研院環安中心，加油站設</p>	<p>文字格式調整及增加參考文獻。</p>

<p>回收設備補助申請之檢測及審查執行計畫，中華民國 88 年。</p> <p>(二) U.S. California Environmental Protection Agency. Air to Liquid Ratio. Vapor Recovery Test Procedure TP-201.5 2001.</p> <p>(三) BSI Standards Publication. Petrol Vapour Recovery During Refuelling of Motor Vehicles at Service Stations Part 2: Test Methods for Verification of Vapour Recovery Systems at Service Stations. BS EN 16321-2, 2013.</p>	<p>置真空輔助式油氣回收設備補助申請之檢測及審查執行計畫，環保署八十八年度委託研究計畫報告 EPA-88-FA32-03-1075，1999 (二) California Environmental Protection Agency. Vapor Recovery Test procedure CARB TP-201.5: Air to Liquid Volume Ratio. February 1, 2001.</p>	
<p>註 1：可於密合組件及氣密軟管間加裝三通閥連接吸球或泵。</p> <p>註 2：容積式儀器校正係數為 1。</p> <p>註 3：本文引用之技術規範，以經濟部標準檢驗局最新公告者為準。</p>		<p>依內文新增備註。</p>
<p>附圖 抽氣量與加油量比率測試設備組裝</p>	<p>圖一 抽氣量與加油量比率測試設備組裝</p>	<p>修正文字</p>
	<p>圖二 單一實驗室歷次加油站抽測結果（有後處理單元）</p>	<p>原圖刪除</p>
	<p>圖三 單一實驗室歷次加油站抽測結果（無回收油氣後處理設備）</p>	<p>原圖刪除</p>

## 一般廢棄物（垃圾）採樣方法(NIEA R124.01C)

### 草案總說明

為執行一般廢棄物(垃圾)物理組成分類與採樣工作，援引「一般廢棄物（垃圾）採樣及檢測分析技術之訂定」計畫成果及美國材料與試驗協會(American Society for Testing and Materials, ASTM)方法(Standard Test Method for Determination of the Composition of Unprocessed Municipal Solid Waste, ASTM D5231)，爰依廢棄物清理法第七十五條規定，整併現行檢測相關規定，擬具「一般廢棄物（垃圾）採樣方法(NIEA R124.01C)」草案，其要點如下：

- 一、本方法係針對一般廢棄物（垃圾）在處理、處置前，為了解該地區垃圾組成及其成分分析之結果所訂定之採樣方法。
- 二、本方法適用於垃圾掩埋場、處理廠及轉運站中，未經處理前之一般廢棄物(垃圾)採樣。
- 三、採樣人員先以網格法或四分法取得初步樣品，再進行縮分取得最終樣品，並依據一般廢棄物（垃圾）組成種類執行垃圾物理組成分類工作。

## 一般廢棄物（垃圾）採樣方法(NIEA R124.01C)草案

公 告	說 明
主旨：訂定「一般廢棄物（垃圾）採樣方法(NIEA R124.01C)」，並自中華民國一百十五年十月十五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：廢棄物清理法第七十五條。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

## 一般廢棄物（垃圾）採樣方法草案

NIEA R124.01C

### 一、方法概要

本方法係針對一般廢棄物（垃圾）在處理、處置前，為了解該地區垃圾組成訂定之採樣方法。並利用此方法採集之樣品，進行垃圾物理組成分分類及稱重，並記錄其重量後，計算各分類項目之比率。

### 二、適用範圍

- （一）本方法適用於執行「廢棄物清理法」所規定有關垃圾處理、處理場設置、回收及其他各種不同目的之一般廢棄物採樣工作。
- （二）本方法適用於垃圾掩埋場、處理廠及轉運站中，未經處理前之一般廢棄物（垃圾）採樣。

### 三、干擾

- （一）垃圾採樣易受天候影響，在雨天將改變其垃圾含水量，影響樣品的代表性，故採樣應於晴天或陰天進行。
- （二）垃圾來源須具有代表性，垃圾基本組成調查採樣應排除市場、學校、工業區等來源不具地方代表性之廢棄物，另於重大災害及節慶期間之垃圾質量亦不具代表性，應予排除。
- （三）可能混雜事業廢棄物之採樣點如焚化爐貯坑及其他已知具干擾之採樣點，亦避免直接取樣。
- （四）垃圾因含水分，所選用之貯存容器應具不透水及不吸收水分特性，樣品並應於採樣後立即分類。

### 四、設備與材料

- （一）採樣器材

採樣器材必須依照廢棄物儲存之現況，包括垃圾種類、體積、數量與待檢測目的及可用之重型攪拌工具而選擇。

- 1.採樣鏟：不鏽鋼材質或塑膠材質製，規格可從大至小，大型者如水泥拌合用，小型者如園藝用，亦可以適當大小之匙、瓢等代替。
- 2.單位容積重測定容器：0.1 立方公尺之金屬盒（0.5 m × 0.5 m × 0.4 m 高）（最好為不鏽鋼或耐重力摔壓之合金材質）。
- 3.破袋工具：耙子、鏟刀或剪刀等各種足以進行破袋之工具。
- 4.攪拌工具：大型推土機、挖土機或抓斗，或足以翻動樣品母體之機械；人工攪拌工具如鏟子、耙子或長柄推把等。
- 5.分類工具：防水布、磁鐵、孔徑 5 mm 標準篩、鋼夾。
- 6.天平：刻度可達 0.01 kg。
- 7.磅秤：刻度可達 0.1 kg。
- 8.其他輔助工具：標竿、黃色警戒繩、標籤、膠帶、計算機、皮尺及輔助照明設備、供電設備等。

## （二）樣品容器

樣品容器選擇時，須依廢棄物之性質、擬採體積與待檢測項目考慮。分類後之樣品貯存容器，可選用能盛裝 500 g 至 5 kg 不等之不吸水、耐酸鹼及可直接置於烘箱內乾燥樣品，溫度可耐 150 °C 以上者之塑膠袋或盛裝容器。

## （三）安全防護裝備

- 1.垃圾中含有尖銳的物品，例如釘子、刮鬍刀片、注射針頭及碎玻璃等，作業人員必須被告知此類的危險性，不要徒手用力攪拌混合。人員接觸垃圾並執行分類時，必須有適當的防護，於垃圾採樣時之個人防護裝備（Personal protection equipment，簡稱 PPE）包括：

- (1) 呼吸防護器：活性碳防塵口罩或面罩。
  - (2) 防護衣著：長袖上衣及長褲。
  - (3) 防護配件：內外式化學防護手套、厚皮手套、具安全防護之厚長（半）筒安全鞋、安全帽、護目鏡。
- 2.場址安全防護設備：現場隔離及作業區別（如廢棄物放置處、採樣區、後勤支援區、人員休息處等）之警示或隔離標誌。
- 3.其他設備：通訊器材、交通工具、廢棄物搬動設施及其他等。

## 五、試劑

略

## 六、採樣與保存

垃圾採樣工作或其他目的（如堆肥、焚化貯坑等）之採樣，應視其目的及場址特性，分別依採樣計畫書撰擬、採樣地點設置、採樣頻率及採樣樣品數、採樣方法、濕基物理組成分類、樣品保存及運送、安全防護及工地場地復原等項說明如下：

（一）採樣計畫書撰擬：在進行採樣前，需先撰擬採樣計畫書。採樣計畫書要項至少包括：

- 1.背景說明。
- 2.採樣組織與分工。
- 3.現場設備與相關措施。
- 4.樣品管制、運送及保存作業。
- 5.安全衛生及污染防制措施。

（二）採樣地點設置

垃圾採樣地點依採樣目的之不同而有所區別，進行地區垃圾基本組成分析者，其採樣前應先於掩埋場、處理廠或轉運站內，設置

一處安全性佳，乾淨平坦且面積大約 10 m × 10 m 的場地，底部為水泥地或鋪設鋼板，並以標竿及警戒繩將採樣作業場地區隔開來。採樣地點之垃圾來源為規劃採樣區域內，具該區域代表性之隨機一個車次清運車輛載運之垃圾為採樣對象。其車輛載重約為 2 公噸至 5 公噸間。避免選自載重量不足車輛。

### (三) 採樣頻率及採樣數

垃圾採樣分析，為一長期性、經常性工作，由長期連續採樣分析之紀錄，所顯示之數據，較具確實性及代表性。為使每年公布之垃圾組成特性數據具有學理上之統計意義，每年垃圾採樣分析之樣品數應依所訂之精密度及信賴度要求計算之。

#### 1. 採樣頻率

為避免季節因素對採樣結果造成影響，所有採樣數應平均分布於四個季節中進行，或安排於每月或隔月進行採樣。

#### 2. 採樣樣品數

採樣時之計算樣品數係以一 0.1 立方公尺之單位容積重垃圾計算之。採樣結果應於要求的信賴度及精密度下計算所需採樣之樣品數，計算結果不足時，應增加採樣之樣品數（註 1）。

採樣樣品數  $n$  之計算必須滿足所需的測量精密度，並且考慮信賴區間，採樣數計算公式如下：

$$n = \left( \frac{t^* \times s}{e \times \bar{x}} \right)^2$$

$t^*$ ：採樣數  $n_0$  及所要求信賴區間對應的統計學參數，如表一所示（註： $n_0$  為第一次實際採樣時之粗估樣品數）

$\bar{x}$ ： $n$  次採樣所得單位容積重算數平均值

$s$ ： $n$  次採樣所得單位容積重的標準偏差

e：需求的採樣精密度

#### (四) 採樣方法

樣品採集視採樣機具設備狀況，可以下述之網格法或四分法取得初步樣品，再配合四分法進行縮分，取得最終樣品。初步樣品量以 200 公斤至 300 公斤為宜；最終樣品量則以三個 0.1 立方公尺單位容積重之量為宜。樣品在現場測定單位容積重後，立即進行濕基物理組成分類與稱重。

##### 1. 取得初步樣品

###### (1) 以網格法(grid)取得初步樣品

- A. 在預先劃定之採樣區內，建立一 6 m × 6 m 之正方形面積，將一車垃圾（約 3 公噸至 4 公噸重）傾卸於此正方形面積內。於正方形四個角上以標竿及警戒繩連接其四邊，必要時，留一邊讓重型攪拌機具進入。並將這些垃圾以挖斗在不觸及最底部情形下在該劃定區域內撥平，完成 6 m × 6 m 之正方，40 cm 至 60 cm 厚之垃圾面。
- B. 將每邊以黃色警示帶連接後，以皮尺量測四邊，以每 2 m 為一單位，以紅色塑膠繩繫於警示帶上，則可將此 6 m × 6 m 之區域分隔成九個 2 m × 2 m 之子區域。
- C. 於每個子區域之中央點，以此點前後左右各 0.25 m 延伸，以及從表面算起垂直向下 0.4 m 至 0.6 m 深度，讓此區域之所有垃圾儘可能裝進 0.1 立方公尺之金屬盒內，裝填時並不需要破袋。
- D. 將九個子區域之垃圾次樣品倒置在旁鋪置好之鋼板上，再以鏟刀等破袋，並攪動拌合。

###### (2) 以四分法取得初步樣品體

- A. 將具代表性垃圾傾卸於預先設置的採樣區內，底部為水泥

地或鋪置鋼板，將垃圾進行破袋攪拌。堆成圓形或方形後，平均分為四等分。

- B. 隨機將其中對角的兩份捨棄，餘留部分重複進行前述鋪平並分為四等分，捨棄相同對角直至所剩垃圾量約 200 公斤至 300 公斤之樣品量為止。

## 2. 以四分法縮分取得最終樣品

以四分法將初步之垃圾樣品量縮分成約 0.3 立方公尺之最終樣品量，其步驟如下：

### (1) 縮分至 0.3 立方公尺之樣品量

- A. 將初步取得的 200 公斤至 300 公斤之樣品量，除小袋裝廚餘外，所有垃圾袋均應以人工方式進行破袋。垃圾經攪動拌合後，均分成 4 等分，保留對角兩份，並將其餘兩份予以捨棄。
- B. 選擇之對角兩份再經攪動拌合，重新均分成 4 等分，再取對角兩份，繼續進行前述動作，直至縮分成約 0.3 立方公尺容積之垃圾量。
- C. 在四分法縮分過程中，如有較大物品可先破碎再予混合，現場不易破碎之物品也可事先取出（如毛毯、車胎等物品），依四分法之縮分次數採取等比例量加回樣品中，或用計算比例採樣調整之。

### (2) 測定樣品之單位容積重

- A. 將調整後之 0.3 立方公尺樣品，攪拌混合後，裝填至 0.1 立方公尺之金屬盒內，待金屬盒裝填至八分滿時，由兩人合力提起至離地約 30 cm 處使其自然落下，以使垃圾結實，再補滿金屬盒內之垃圾樣品，重覆前述動作，共三次。

- B. 以適當之天平或磅秤稱量其重量，以此重量扣除金屬盒重後，所得數據再乘以 10 即為垃圾之單位容積重，有關單位容積重之詳細步驟，另請參照「一般廢棄物（垃圾）單位容積重測定方法 - 外觀密度測定法(NIEA R215.0)」（註 2）。
- C. 將剩餘垃圾重複上述步驟 A. 及 B.，重新取得新的單位容積重，當兩次單位容積重相對差異百分比在 10 % 以內時，則樣品可接受，以兩次平均值為其單位容積重；若差異大於 10 % 時，則必須將兩次樣品倒回至 0.3 立方公尺垃圾堆中，攪拌混合，進行第三次取樣。第三次樣品之單位容積重與前兩次樣品單位容積重平均值相對差異百分比在 5 % 以內時，接受此一樣品，以三次平均值為其單位容積重。若否，則必須依上述樣品採集步驟（四）2.(1)，將初步之垃圾樣品重新混合採樣。
- D. 登錄單位容積重。

### 3. 濕基物理組成分類樣品

樣品之物理組成包括濕基及乾基物理組成，為避免樣品干擾產生，濕基物理組成分類應於採樣現場進行，以減少因水分流失或吸收造成的誤差，若採樣現場無法提供安全場地進行組成分類，則須於 24 小時內完成組成分類。

垃圾採樣主要為了解垃圾基本特性者，垃圾物理組成分為 1. 紙類；2. 纖維布類；3. 木竹稻草類；4. 廚餘類；5. 塑膠類；6. 皮革橡膠類；7. 鐵金屬類；8. 非鐵金屬類；9. 玻璃類；10. 其他不可燃物（陶瓷、砂土）；11. 其他（含 5 mm 以下之雜物、碎屑）等 11 類。

各類物理組成之細部分類如表三所示，分類作業步驟如下：

- (1) 將測定單位容積重後之樣品，倒在一乾淨防水布上。

(2) 分類貯存容器置於分類樣品附近，將每一種類垃圾依分類規範放入適當之盛裝容器中。

(3) 垃圾中的複合物品，易判定可分割拆解者，應將其分割拆解後依其材質分類置入適當之貯存容器中；不易判定分割者，依據下列原則處理：

A. 複合材質物品，將其放入與其主要材質相符之貯存容器中。

B. 無法破碎者，按表三分類規範認定，或目測其各項組成比例，單獨存放並記錄。

C. 非屬分類規範且無法判定分類者，將其放入標示「其他」或「其他不可燃物」之容器中。

(4) 持續分類至大於 5 mm 的物品被分類完後，剩餘細小垃圾歸類至其他項中。

(5) 分別以適當天平稱其重量，並記錄各別之重量。

(五) 樣品保存及運送：

1. 單位容積重樣品經濕基物理組成分類後是為分類樣品，經稱重後，其水分的蒸發問題雖不再是樣品保存的重點考慮，但仍應儘量將容器密封，並確認包裝是否完善，以避免不同樣品間之干擾。以塑膠袋為容器者，應注意裝運時避免壓堆產生容器破損。

2. 樣品運送前，應指定人員負責樣品點收，並儘可能於當日運回實驗室，最遲不得超過 24 小時。

3. 採樣紀錄表應隨樣品送回實驗室。

4. 交予實驗室收樣人員點收並確認樣品。

5. 樣品中屬於有機物部分，特別是廚餘，應於送回實驗室後，立刻進行乾燥處理，未能立刻乾燥者，得於  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  冷藏下保存 24 小時。經乾燥之樣品，得保存 60 天。

#### (六) 安全注意事項

- 1.採樣及分類人員在實地作業前應再確認安全防護及作業步驟。
- 2.垃圾中含有尖銳物品，例如釘子、刮鬍刀片、注射針頭及碎玻璃等，作業人員必須被告知其危險性，不要徒手用力攪拌混合。人員接觸垃圾並執行分類時，必須確實著適當的個人防護裝備防護。
- 3.垃圾自清運機具傾卸時及重機具整理時，易碎或塊狀廢棄物如玻璃容器碎片、塑膠或金屬容器蓋子等，在重物壓擠下可能拋射出來。此問題在垃圾表面有高壓縮力時特別嚴重。工作人員必須了解此一危險並且如需於垃圾車傾卸點附近或重機具作業點附近作業時，應確實穿戴眼部及頭部防護裝備。
- 4.裝填液體容器或具其他潛在危險之廢棄物如碎玻璃、針頭等，必須小心處理，並指定人員負責搬運。

#### (七) 工作場地復原

於採樣及濕基物理組成分類後，應立即清理採樣及分類區域所有廢棄物，恢復乾淨原狀。

### 七、步驟

略

### 八、結果處理

垃圾採樣及濕基物理組成分析後，將結果值登錄於表二（垃圾物理組成採樣數據登錄表）中。樣品送回實驗室後，應立即進行乾基組成分析，以減少因有機物分解造成垃圾性質的改變，影響後續分析結果，並依需要，進行三成分分析，如元素分析、熱值分析及其他必要之分析參見「一般廢棄物（垃圾）檢測方法總則(NIEA R125.0)」。

### 九、品質管制

(一) 為確保採樣過程之完整性，需有現場採樣紀錄。現場採樣紀錄內

容如下：

- 1.採樣目的。
- 2.採樣地點及相關資料。
- 3.採樣日期、時間與氣象狀況。
- 4.採樣點、數量、使用之採樣方式、採樣器材與樣品容器。
- 5.樣品名稱與編號。
- 6.現場單位容積重及濕基物理組成。
- 7.採樣人員簽名。

(二) 現場重複樣品：為確保採樣樣品之品質，應採取適當之品管樣品，每同一採樣區（每批）必須有適量之品管樣品。垃圾採樣之品管樣品為現場重複樣品(Field duplicates)。現場重複樣品係指採自同一垃圾車兩次之垃圾樣品，將其視為兩個樣品經由重複樣品的單位容積重，判定採樣之正確性。重複樣品與樣品之單位容積重相對差異百分比應在 10 % 以內。現場重複樣品不應計入執行之採樣樣品數中。

## 十、精密度與準確度

略

## 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，一般廢棄物（垃圾）採樣及檢測分析技術之訂定，EPA-91-1601-02-05，中華民國 91 年 12 月。
- (二) ASTM International. Standard Test Method for Determination of the Composition of Unprocessed Municipal Solid Waste, ASTM D5231-92, 2016.
- (三) U.S. EPA Methods. Characterization of Municipal Solid Waste in the United States 1996 Update, June.1997.

- (四) 日本厚生省水道環境部，廢棄物處理設施構造指針解說，日本昭和 58 年。
- (五) 行政院環境保護署，垃圾採樣分析手冊，中華民國 73 年 5 月。
- (六) 行政院環境保護署，事業廢棄物採樣方法 NIEA R118，中華民國 106 年 2 月 21 日。
- (七) 行政院環境保護署，一般廢棄物（垃圾）採樣標準方法，EPA-82-1107-09-03-03，中華民國 82 年 6 月。
- (八) 行政院環境保護署，一般廢棄物檢測方法總則 NIEA R125，中華民國 95 年 5 月 5 日。
- (九) U.S. EPA Methods. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW-846. Chapter Nine “Sampling Plan”, September 1986.
- (十) Japanese Industrial Standards. Sampling Method of Industrial Wastes. JIS K0060, 1992.

註 1：採樣單位欲調整最適合之採樣樣品數時，可以試誤法(Trial and error method)求得應採樣樣品數，其步驟如下：

- (1) 先以任意的採樣數  $n_0$ （約 6 至 10 次）計算其單位容積重之算數平均值  $\bar{x}$  及變異數  $s_2$  之估計值。
- (2) 以要求的信賴度查表一得知  $t^*$  值，並以設定之精密度求得  $e$  值。
- (3) 根據前述(1)(2)所得數據  $\bar{x}$ 、 $s_2$ 、 $t^*$  及  $e$  值，代入採樣數計算公式，推算應採樣數  $n_1$ 。
- (4) 若  $n_0 > n_1$ ，則採樣數已足夠，不需增加採樣數。
- (5) 若  $n_0 < n_1$ ，再根據採樣數  $n_1$ ，多採取  $n_1 - n_0$  個樣品。
- (6) 於訂定之信賴區間下查表一得知  $t^*$ ，代入真值之信賴區間( $CI = \bar{x}$

$\pm t * s / \sqrt{n}$  公式求得信賴區間。分析每個點樣品單位容積重測值，如落於信賴區間外，判定為離群值，予以剔除。

- (7) 由  $n_1$  扣除離群值次數所得的採樣數  $n_1$ ，查表計算新的  $\bar{x}$  及  $s_2$ ，並代入採樣數計算公式，計算新的應採樣數  $n_2$ 。
- (8) 以  $n_2$  與  $n_1$  比較，若  $n_1 > n_2$ ，則採樣數已足夠，不需增加採樣數。若否，則重覆本節步驟(5)至(8)，直至實際採樣數大於計算出來之應採樣數為止。

例如：採樣選擇 80 % 之信賴度，精密度定為 95 %，亦即相對誤差為 5 %， $e = 0.05$ ，其他特殊需求之採樣信賴度、精密度可視需要另訂之。

各次採樣之垃圾車次應儘量分散於採樣區之各行政區中，其分散應包含地理位置的分散及清運路線之分散。

註 2：本文引用之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。

表一 在 95 % 精密度下 80 % 信賴度之採樣 $t^*$ 分配表

採樣樣品數(n) <sup>a</sup>	80 % <sup>b</sup>	採樣樣品數(n) <sup>a</sup>	80 % <sup>b</sup>
2	3.078	19	1.330
3	1.886	20	1.328
4	1.638	21	1.325
5	1.533	22	1.323
6	1.476	23	1.321
7	1.440	24	1.319
8	1.415	25	1.318
9	1.397	26	1.316
10	1.383	27	1.315
11	1.372	28	1.314
12	1.363	29	1.313
13	1.356	30	1.311
14	1.350	41	1.303
15	1.345	61	1.296
16	1.341	121	1.289
17	1.337	$\infty$	1.282
18	1.333		

註a：本表之n值係指自由度( $df = n-1$ )中之n。

註b：表中之值分別指在 95 % 精密度下之 90 % 或 80 % 信賴度值。

表二 垃圾物理組成採樣數據登錄表

採樣單位：

垃圾來源： 樣品編號：

單位容積重紀錄表：

第一次樣品	第二次樣品	第三次樣品	平均值

濕基物理組成分類：

採樣日期：		天氣狀況：		採樣地點：	
採樣總重：		單位容積重(kg/m <sup>3</sup> )：			
項目			重量(公斤)	比率(%)	
可燃物	紙類	紙張			
		鋁箔包			
		紙容器	紙餐具		
			紙盒包		
			其他		
			小計		
		其他紙類	紙尿布		
			看護墊		
			其他		
			小計		
	小計				
	塑膠類	PVC 容器			
		PE 容器			
		PP 容器			
		PET 容器			
PS (保麗龍)					
PS (未發泡)					

		生質塑膠容器		
		一次性購物用塑膠袋		
		一次性用品類		
		平板包材		
		其他		
		農藥罐		
		小計		

項目		重量(公斤)	比率(%)		
可燃物	纖維布類				
	木、竹、稻草、落葉類				
	廚餘類（依各縣市公告廚餘分類方式分類）				
	皮革類、橡膠				
	其他可燃物				
	合計				
不可燃物	金屬	鐵	鐵容器		
			其他		
			小計		
	鋁	鋁	鋁容器		
			其他		
			小計		
	其他金屬				
	農藥罐				
	小計				

	玻璃	玻璃容器		
		其他		
		農藥罐		
		小計		
	陶瓷類			
	石頭及 5 mm 以上土砂			
	其他不可燃物			

項目		重量(公斤)	比率(%)	
不可燃物	乾電池	鈕扣型電池		
		鎳鎘電池		
		二次鋰電池		
		其他		
		小計		
	照明光源 (燈帽/接頭部分)			
	合計			

重要記錄：

目的：

採樣方法：

紀錄人員：

品管人員：





當日送回實驗室：是 否

採樣人員： 時間：

收樣人員： 時間：

表三 一般垃圾組成採樣分析項目之定義說明及參考圖樣

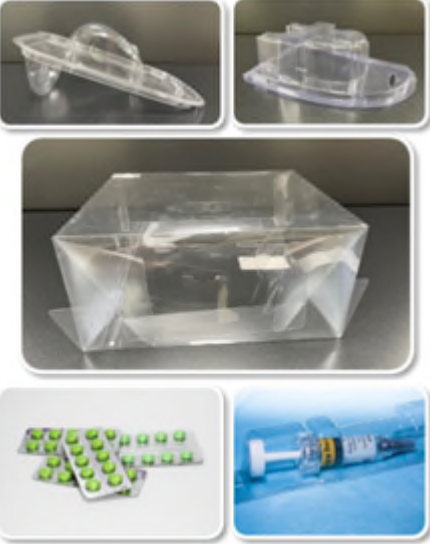
項目		定義說明	參考圖樣	
可燃物	紙類	紙張	報紙、硬紙板、瓦楞紙、雜誌、書籍、包裝紙、紙袋、廣告傳單、信函、辦公室用紙、電腦報表紙等。 	
		鋁箔包	指含紙、鋁箔及塑膠之複合材質包裝。 	
		紙容器	紙餐具	經浸蠟處理或塗佈、貼合塑膠薄膜或鋁箔之紙板餐具。 
			紙盒包	經浸蠟處理或塗佈、貼合塑膠薄膜，氣密或液密包裝之紙容器。 
			其他	其他紙盒等。 

項目		定義說明	參考圖樣
	其他紙類	紙尿布	<p>一次性尿布皆屬之。</p> 
		看護墊	<p>具吸水、防漏功能，保護床墊、座椅等表面被污染之墊子。</p> 
		其他	<p>衛生紙、相片、濾紙等其他紙類。</p> 
塑膠類	PVC 容器	<p>1. 前列塑膠材質製成供裝填用，且裝填之主要形態非袋、膜、布、箔等包裝者。</p> <p>2. 生質塑膠係指塑膠原料來自植物澱粉、植物油、糖、纖維等可持續重生之生物資源，而非由石油製成之化石燃料塑膠。</p>	
	PE 容器		





	項目	定義說明	參考圖樣
	PP 容器		
	PET 容器		
	PS(發泡)-保麗龍		
	PS(未發泡)		
	生質塑膠容器		
	<p>一次性購物用塑膠袋</p>	<p>購物用塑膠袋，依「購物用塑膠袋限制使用對象、實施方式及實施日期」公告，係指提供消費者裝提其購買商品所需，經由吹膜、壓延或擠壓加工成型之塑膠袋。</p>	 <p>紅白袋      背心袋</p> <p>腰孔袋      手提袋</p>






項目	定義說明	參考圖樣
		 <p>T型袋</p>
<p>一次性用品類</p>	<p>1. 餐具(容器)：碗盤、碟、餐盒杯。</p> <p>2. 餐具(器具)：係指供餐飲消費者一次使用，用過即丟之特性而設計加工製成之各類餐具，客觀上不再經洗滌後重複提供消費者使用者，包含筷子、湯匙、刀、叉及攪拌棒等。</p> <p>3. 吸管：一次用塑膠吸管，依「一次用塑膠吸管限制使用對象及實施方式」公告，指供消費者一次使用，用過即丟之特性而設計加工製成而專供吸食飲料時使用之塑膠材質管狀物，客觀上不再經洗滌後重複提供消費者使用者。</p> <p>4. 個人衛生用品：消費者一次使用，用過即丟之特性而設計加工製成之產品，其包裝、容器或產品本體以塑膠或含塑膠成分材質製成，一般用於個人盥洗、保養及衛生用途，客觀上不再經洗滌或收集後重複提供消費之用品，包含梳子、牙刷、牙膏、刮鬍刀、刮鬍泡、浴帽。(旅宿用品)</p>	<p>餐具(容器)</p>  <p>餐具(器具)</p>  <p>湯匙 刀 雙膠筷 叉 攪拌棒</p> <p>吸管</p>  <p>個人衛生用品(旅宿備品)</p>  <p>浴帽 刮鬍泡/膏 刮鬍刀 牙刷/牙膏 拋棄式刮鬍刀 梳子</p>

項目		定義說明	參考圖樣
		5.其他個人衛生用品(濕紙巾、棉花棒、衛生棉、牙線棒)	<p>其他個人衛生用品</p>  <p>攪拌棍</p>  <p>棉花棒</p>  <p>衛生棉</p>  <p>牙線棒</p>
	平板包材	以紙、塑膠或生質塑膠製成之平板加工製成之容器或容器之蓋，如盒、蓋、托盤、速食容器、免洗餐具等。	    
	平板容器		<p>塑膠襯墊示意圖</p>    

項目	定義說明	參考圖樣
<p style="text-align: center;">塑膠襯墊及泡殼</p>	<p>之摺疊盒。</p> <p>並將上述塑膠襯墊及泡殼用於包裝或裝填，以下 8 大類商品者：</p> <p>(1)「物品或其包裝容器及其應負回收清除處理責任之業者範圍」公告事項一表一之物品及公告事項二表二之 31 項裝填物品。</p> <p>(2)餐具、廚具。</p> <p>(3)玩具、文具用品：玩具泛指民眾可用來玩的物品，因玩具商品種類具多元性質，如黏土、布偶、傳統童玩等，故定義範圍包括但不限於經濟部標準檢驗局公告應實施檢驗之玩具商品項目。</p> <p>(4)醫療器材：定義範圍同衛生福利部醫療器材管理法第三條第一項之規定，且包含非侵入性、無危害人體健康之虞及使用時毋需醫事人員協助之輔具。</p> <p>(5)五金用品（含金屬類手工具）、人身或家居飾品及其零（配）件。</p> <p>(6)清潔用品或器具及其零（配）件、保養或化妝器具及其零（配）件：保養或化妝器具包括保養品、彩妝類或非彩妝類化妝品等之容器、工具及零配件。</p> <p>(7)非屬責任業者範圍公告表一之小型電子電</p>	<p style="text-align: center;">泡殼示意圖</p> 

項目		定義說明	參考圖樣
		器或資訊物品及其零(配)件。 (8)機動車輛零(配)件。	
	其他	其他塑膠材質之生活用品、玩具等。	
	農藥罐	裝填農藥或特殊環境用藥之塑膠瓶、罐。	
可燃物	纖維布類	衣物，如帽子衣褲等、地毯、毛手套、裁縫布料、棉花、紗布及其他纖維、人造纖維布類製品。	
	木、竹、稻草、落葉類	免洗筷、街道或公園落葉、居家環境落葉、修剪草坪灌木之雜草或枯枝、婚喪喜慶之花飾植物、市場捆綁蔬果之乾稻草束、木製玩具、其他如掃柄、圍籬、及木製家俱等。	


項目	定義說明	參考圖樣
		
<p>廚餘類</p>	<p>廚房、餐廳烹調與用餐所剩餘生、熟食物及其殘渣，市場剩餘丟棄之動植物殘渣，並以各縣市公告廚餘分類方式為分類標準。</p>	 <p>圖、澎湖縣收受廚餘</p>  <p>圖、花蓮縣收受廚餘</p>
<p>皮革類、橡膠</p>	<p>皮鞋、皮帶、球鞋、氣球、籃球及其他如橡膠墊片等。</p>	

項目		定義說明	參考圖樣	
				
	其他可燃物	其他不屬前項分類之可燃物品。	-	
不可燃物	金屬	鐵容器	鐵、鋼、馬口鐵及其他含鐵金屬成分磁鐵可吸之金屬製成之瓶、罐等容器。	
		其他	鐵製品、鐵線等。	
	鋁	鋁容器	以鋁製成之瓶、罐等容器。	
		其他	鋁門窗、鋁鍋等。	

項目		定義說明	參考圖樣
	其他金屬	其他有色金屬如眼鏡架、銅線、合金等。	
	農藥罐	裝填農藥或特殊環境用藥之金屬瓶、罐。	
玻璃	玻璃容器	透明、棕色及綠色等玻璃容器。	
	其他	平板玻璃，其他玻璃珠、玻璃藝品等。	

項目	定義說明	參考圖樣
		
農藥罐	裝填農藥或特殊環境用藥之玻璃瓶、罐。	
陶瓷類	陶土花瓶、碗盤等。	
石頭及 5mm 以上土砂	建築廢料如水泥塊、石膏、瀝青等及其他無法由外觀判斷分類，以 5mm 篩網篩分，留於篩網上之物質。	

項目		定義說明	參考圖樣
	其他不可燃物	無法分類有機物質及經由篩分篩選出來 5 mm 以下之物質。	
不可燃物	乾電池	鈕扣型電池	包括一次鋰、鹼性鹼錳電池、氧化銀電池、鋅空氣等之鈕扣型電池。 
		鎳鎘電池	電池的正、負極材料分別以鎳及鎘製成(標示 Ni-Cd)。 
		二次鋰電池	可重複充放電使用的鋰電池，含單電池或電池組裝，如手機電池、行動電源、筆電電池等。  
		其他	前列乾電池以外之圓筒、方筒及組裝型電池。  

項目	定義說明	參考圖樣
照明光源（燈帽/接頭部分）	燈管或燈泡連接電極之燈帽或接頭。	

三成分組成	可燃分		灰分		水分	
化學成分	碳氫氮氧硫氯 CHNO S Cl		純灰分	不燃物	固有水分	附著水分
烘乾乾基物理組成	紙	廚餘	塑膠	不燃物		
風乾乾基物理組成	可燃物					
風乾乾基物理組成	紙	廚餘	塑膠	不燃物		
濕基物理組成	紙	廚餘		塑膠	不燃物	

圖一 垃圾組成關係圖

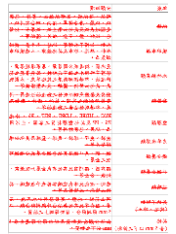
## 環境檢測標準方法修正對照表

方法名稱：一般廢棄物（垃圾）採樣方法(NIEA R124.01C)草案

修正內容	現行內容	說明
一、方法概要 本方法係針對一般廢棄物(垃圾)在處理、處置前，為了解該地區垃圾組成訂定之採樣方法。並利用此方法採集之樣品，進行垃圾物理組成成分分類及稱重，並記錄其重量後，計算各分類項目之比率。	一、方法概要 本方法係針對一般 <del>之生</del> 垃圾在處理、處置前，為了解該地區垃圾組成及其成分分析之結果，以作為調查、處理或管理之用途，規範採樣適用範圍、設備及材料、採樣之地點、樣品數、方法、保存、及運送等，以及採樣時之安全措施、品質管制等，作為該廢棄物採樣原則性指引。本方法中「生垃圾」是指未經焚化等熱處理之一般廢棄物。	刪除文字，方法內容已有相關說明。
二、適用範圍 (二) 本方法適用於垃圾掩埋場、處理廠及轉運站中，未經處理前之一般廢棄物(垃圾)採樣。	二、適用範圍 (二) 本方法適用於垃圾掩埋場、處理廠及轉運站中，未經 <del>減積</del> 處理前之 <del>生</del> 垃圾採樣。 <del>(三)除垃圾基本組成調查以…性，預先擬定採樣計畫，據以執行。</del> <del>(四)採集…測之用。</del>	刪除文字。
四、設備與材料 (一)採樣器材 1.採樣鏟:不 <del>鏽</del> 鋼…。	四、設備與材料 (一)採樣器材 1. 採樣鏟:不 <del>鏽</del> 鋼…。	修正文字。
四、設備與材料 (一)採樣器材 5.分類工具：防水布、磁鐵、孔徑 5 mm 標準篩、鋼夾。 6.天平：刻度可達 0.01 kg。 7.磅秤：刻度可達 0.1 kg。 8.其他輔助工具：標竿、黃色警戒繩、標籤、膠帶、計算機、皮尺及輔助照明設備、供電設備等。	四、設備與材料 (一)採樣器材 5.分類工具：防水布( <del>6 m × 6 m 以上</del> )、磁鐵、孔徑 5 mm 標準篩、鋼夾。 6.其他輔助工具：標竿、黃色警戒繩、標籤、膠帶、計算機、皮尺、 <del>可稱重 20 kg 以下天平(精確至 0.01 kg)</del> 、 <del>可稱重 40 kg 以上磅秤(精確至 0.1 kg)</del> 及輔助照明設備、供電設備等。	修正文字。
四、設備與材料 (三)安全防護裝備 1.(3)防護配件… <del>筒</del> 安全鞋、安全帽、護目鏡。	四、設備與材料 (三)安全防護裝備 1.(3)防護配件… <del>統</del> 安全鞋、安全帽、護目鏡。	修正文字。
六、採樣與保存 垃圾採樣工作或其他目的(如堆肥、焚化貯坑等)之採樣，應視其目的及場址特性，分別依採樣計畫…	六、採樣與保存 垃圾採樣工作，分別依採樣計畫…	增加文字。
六、採樣與保存 (二)採樣地點設…且面積大約 10 m × 10 m 的場地…其車輛載重約為 2 公噸至 5 公噸間。避免選自載重量	六、採樣與保存 (二)採樣地點設…且面積大 <del>於</del> 10 m × 10 m 的場地…其車輛載重約為 2 至 5 公噸間。避免選自載重量不足 <del>或高</del>	修正文字與增加單位。

不足車輛。	<del>載重壓縮式轉運</del> 車輛。	
六、採樣與保存 (三)採樣頻率及採樣數 2.採樣樣品數係以…樣品數(註1)。 $t^* \dot{,} x \dot{,} s \dot{,} e \dot{,}$	六、採樣與保存 (三)採樣頻率及採樣數 2.採樣樣品數係以…樣品數。 $t^* =, x =, s =, e =$	增加註1位置與修改符號。
六、採樣與保存 (四)採樣方法 樣品…樣品量以 200 <u>公斤</u> 至 300 公斤為宜…。 1.(1)A.在…(約 3 <u>公噸</u> 至 4 公噸重)… 40 <u>cm</u> 至 60 <u>cm公分</u> 厚之垃圾面。 1.(1)C.於每個子…向下 0.4 <u>m</u> 至 0.6 m 深度…。  1.(1)D.將九…置好之鋼板上，再以鐮刀 <u>等破袋</u> ， <u>並攪動</u> 拌合。 1.(2)A.將 <u>具代表性</u> 垃圾傾卸於預…將垃圾進行破袋攪拌…。 1.(2)B.隨機…捨棄 <u>相同對角</u> 直至所剩垃圾量約 200 <u>公斤</u> 至 300 公斤之樣品量為止。	六、採樣與保存 (四)採樣方法 樣品…樣品量以 200 至 300 公斤為宜…。 1.(1)A.在…(約 3 至 4 公噸重)… 40 至 60 公分厚之垃圾面。 1.(1)C.於每個子…向下 0.4 至 0.6 m 深度… <del>若此點有大型垃圾(廢電冰箱、廢電視機等無代表性之垃圾)，則捨棄。</del> 1.(1)D.將九…置好之鋼板上，再以鐮刀破 <u>解成袋垃圾</u> ， <u>釘耙攪動</u> 拌合。 1.(2)A.將 <u>一車</u> 垃圾傾卸於預…將 <u>整車</u> 垃圾進行破袋攪拌…。 1.(2)B.隨機…捨棄 <u>一半</u> 直至所剩垃圾量約 200 至 300 公斤之樣品量為止。 <del>一般3公噸至4公噸左右垃圾量約進行3至4次即可達成。</del>	增加單位與修正文字。
六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(1)A.將初步… 200 <u>公斤</u> 至 300 公斤之樣品量…。 2.(2)B.以適當…乘以 10 即為垃圾之單位容積重…參照「一般廢棄物(垃圾)單位容積重測定方法-外觀密度測定法(NIEA R215.0)」(註2)。 3.(1)將測定單位容積重後之樣品，倒在一 <u>乾淨防水</u> 布上。	六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(1)A.將初步… 200 至 300 公斤之樣品量…。 2.(2)B.以適當…乘以 10 即為 <u>所的</u> 垃圾之單位容積重…參照「一般廢棄物(垃圾)單位容積重測定方法-外觀密度測定法」。 3.(1)將測定單位容積重後之樣品，倒在一 <del>6m×6m</del> <u>塑膠</u> 布上。	增列單位與方法編碼及註2。
六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(2)C.剩餘垃圾…單位容積重 <u>相對</u> 差異 <u>百分比</u> 在 10…平均值 <u>相對</u> 差異 <u>百分比</u> 在 5%以內時…若否，則必須依上述樣品採集步驟(四)2.(1)，將初步之垃圾樣品重新混合採樣。	六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(2)C.剩餘垃圾…單位容積重差異在…平均值差異在 10 …平均值差異在 5%以內時…若否，則必須依上述樣品採集步驟 <del>A.→B.→C.</del> ，重新混合採樣。	修正文字。
六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(2)D.登錄 <u>合乎規定</u> 之單位容積重。	六、採樣與保存 (四)採樣方法 2.(2)D.登錄合乎規定之單位容積重。	刪除文字。

<p>六、採樣與保存 (四)採樣方法 3.濕基物理組成分類樣品…<u>濕</u>基及乾基物理組成，為避免樣品干擾產生，<u>濕</u>基物理組…。 垃圾採樣要…10.其他不<u>可</u>燃物…。 各類物理組成之細部分類如表<u>三</u>所示，分類作業步驟如下： (3)B.無法破碎者，按表<u>三</u>分類規…。 (5)分別以適當天平稱其重量，並<u>記錄各別之重量</u>。</p>	<p>六、採樣與保存 (四)採樣方法 3.濕基物理組成分類樣品…<u>溼</u>基及乾基物理組成，為避免樣品干擾產生，<u>溼</u>基物理組…。 垃圾採樣主要…10.其他不燃物…。 各類物理組成之細部分類如表<u>二</u>所示，分類作業步驟如下： (3)B.無法破碎者，按表<u>二</u>分類規…。 (5)分別以適當天平稱其重量，並<u>將數據記錄之</u>。</p>	<p>修正文字與增加文字；刪除表 2。</p>
<p>六、採樣與保存 (五) 樣品保存及運送： 4.交<u>予</u>實驗室收樣人員點收並確認樣品。 5.樣品中屬…，未能立刻乾燥者，得於 4°C±2°C 冷藏下保存 24 小時。</p>	<p>六、採樣與保存 (五) 樣品保存及運送： 4.交<u>與</u>實驗室收樣人員點收並確認樣品。 5.樣品中屬…，未能立刻乾燥者，得於 4±2°C 冷藏下保存 24 小時。</p>	<p>修正文字與新增單位 °C。</p>
<p>八、結果處理 垃圾採樣…表三 (<u>垃圾物理組成採樣數據登錄表</u>)…進行三成分分析，如元素分析…參見「一般廢棄物(垃圾)檢測方法總則(NIEA R125.0)」。</p>	<p>八、結果處理 垃圾採樣…表三 (<u>垃圾採樣及濕基物理組成分析登記表</u>)…進行三成分分析→元素分析…參見「一般廢棄物(垃圾)檢測方法總則」。</p>	<p>更新表 3 與增列方法編碼。</p>
<p>九、品質管制 (二)現場重複樣品：…重複樣品(Field <u>duplicates</u>)…將其視為兩個樣品<u>經由</u>重複樣品的單位容積重，判定採樣之正確性…單位容積重相對差異<u>百分比應在 10%以內</u>…。</p>	<p>九、品質管制 (二)現場重複樣品：…重複樣品(Field <u>Duplicates</u>)…將其視為兩個樣品<u>置入不同容器</u>。由重複樣品的單位容積重<u>及其他相關組成分析</u>，判定採樣之正確性單位容積重相對差異<u>值不得大於 10%</u>…。</p>	<p>修正文字。</p>
<p>九、品質管制</p>	<p>九、品質管制 <u>(三)樣品管制鍵</u>…。</p>	<p>刪除文字。</p>
<p>十一、參考資料 (一) 行政院環境保護署，一般廢棄物(垃圾)採樣及檢測分析技術之訂定，EPA-91-1601-02-05，<u>中華民國 91 年 12 月</u>。 (二) <u>ASTM International</u>. Standard Test Method for Determination of the Composition of Unprocessed Municipal Solid Waste, ASTM D5231-92, <u>2016</u>. (三) U.S. EPA <u>Methods</u>. Characterization of Municipal Solid Waste in the United</p>	<p>十一、參考資料 (一) 行政院環境保護署，一般廢棄物(垃圾)採樣及檢測分析技術之訂定，EPA-91-1601-02-05，民國 91 年 12 月 <u>-(2002)</u>。 (二) Standard Test Method for Determination of the Composition of Unprocessed Municipal Solid Waste, ASTM D5231-92, <u>1998</u>. (三) U.S. EPA. Characterization of Municipal Solid Waste in the United States 1996 Update, June.1997.</p>	<p>修正格式。</p>

<p>States 1996 Update, June.1997.</p> <p>(四) 日本厚生省水道環境部，廢棄物處理設施構造指針解說，日本昭和 58 年 (1983)</p> <p>(五) 行政院環境保護署，垃圾採樣分析手冊，<u>中華民國 73 年 5 月</u>。</p> <p>(六) 行政院環境保護署，事業廢棄物採樣方法 <u>NIEA R118</u>，<u>中華民國 106 年 2 月 21 日</u>。</p> <p>(七) 行政院環境保護署，一般廢棄物（垃圾）採樣標準方法，EPA-82-1107-09-03-03，<u>中華民國 82 年 6 月</u>。</p> <p>(八) <u>行政院環境保護署，一般廢棄物檢測方法總則 NIEA R125，中華民國 95 年 5 月 5 日</u>。</p> <p>(九) U.S. EPA <u>Methods</u>. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW-846. Chapter Nine “Sampling Plan”, September 1986.</p> <p>(十) <u>Japanese Industrial Standards</u>. Sampling Method of Industrial Wastes. JIS K0060, 1992</p>	<p>(四) 日本厚生省水道環境部，廢棄物處理設施構造指針解說，日本昭和 58 年 <del>(1983)</del>。</p> <p>(五) 行政院環境保護署，垃圾採樣分析手冊，民國 73 年 5 月 <del>(1984)</del>。</p> <p>(六) 行政院環境保護署，事業廢棄物採樣方法，民國 91 年 3 月 5 日 <del>(2002)</del>。</p> <p>(七) 行政院環境保護署，一般廢棄物（垃圾）採樣標準方法，EPA-82-1107-09-03-03，民國 82 年 6 月 <del>(1993)</del>。</p> <p>(八) U.S. EPA. Test Methods for Evaluating Solid Waste Physical / Chemical Methods, SW-846. Chapter Nine “Sampling Plan”, September 1986.</p> <p>(九) <del>日本規格協會，產業廢棄物採樣方法</del>. Sampling Method of Industrial Wastes. JIS K0060, 1992.</p>																			
	<p><del>表二 垃圾物理組成細項分類</del></p> 	<p>刪除，由表三取代。</p>																		
<p><del>表二 垃圾物理組成採樣數據登錄表</del> 單位容積重紀錄表：</p> <table border="1" data-bbox="194 1809 582 1848"> <tr> <td>第一次樣品</td> <td>第二次樣品</td> <td>第三次樣品</td> <td>平均值</td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </table> <p>濕基物理組成分類：</p>	第一次樣品	第二次樣品	第三次樣品	平均值					<p><del>表三 垃圾採樣及濕基物理組成分析</del> <del>登記表</del> <del>日期：地點：天氣：</del> 單位容積重：</p> <table border="1" data-bbox="705 1908 1125 1944"> <tr> <td>第一次樣品</td> <td>第二次樣品</td> <td>第三次樣品</td> <td>平均值</td> <td>單位容積重</td> </tr> <tr> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> <td> </td> </tr> </table>	第一次樣品	第二次樣品	第三次樣品	平均值	單位容積重						<p>刪除文字與底線及表格；依據環境部資源循環署建議新增垃圾物理組成採樣數</p>
第一次樣品	第二次樣品	第三次樣品	平均值																	
第一次樣品	第二次樣品	第三次樣品	平均值	單位容積重																

採樣日期： 採樣地點： 天氣狀況： 單位容積量(3g/m <sup>3</sup> ):		採樣地點： 重量(公斤) 比率(%)		
可回收物	紙類	紙張		
		紙筒		
		紙盒類		
		紙盒具		
		其他		
	其他紙類	小計		
		紙尿布		
		看護墊		
		其他		
		小計		
	塑膠類	PVC 容器		
		PE 容器		
		PP 容器		
		PET 容器		
		PS (保麗龍)		
PS (未發泡)				
生質塑膠容器				
一次性的塑膠製膠袋				
一次性的塑膠				
手板包材				
其他				
其他				
其他				
其他				
小計				
項目		重量(公斤)	比率(%)	
可回收物	纖維布類			
	木、竹、稻草、落葉類			
	廚餘類 (依各類市會廚餘分類方式分類)			
	皮革類、橡膠			
	其他可回收物			
合計				
不可回收物	金屬	鐵	鐵容器	
			其他	
			小計	
		鋁	鋁容器	
			其他	
	其他金屬			
	其他			
	其他			
	玻璃	玻璃容器		
		其他		
		其他		
		其他		
		小計		
	陶瓷類			
	深顆度 7000 以上土砂			
其他不可回收物				
項目		重量(公斤)	比率(%)	
不可回收物	乾電池	鋰和型電池		
		鎳鎘電池		
		二次乾電池		
	其他			
	小計			
其他				
其他				
其他				
合計				

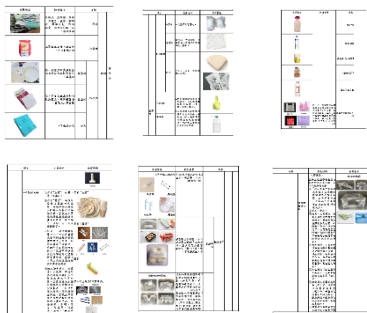
濕基物理組成分類：

物理組成 (濕基)	可燃物	紙類						
		纖維布類						
		木竹、稻草、落葉類						
		樹幹類						
		塑膠類						
		皮革、橡膠類						
		其他(含 5mm 以下之雜物)						
		合計						
		不可燃物	鐵金屬類					
			非鐵金屬類					
			玻璃類					
			其他不可燃物(陶瓷、砂土類)					
			合計					
		總計						100.0%

據登錄表。

採樣人員：

表三 一般垃圾組成採樣分析項目之定義說明及參考圖樣



依據環境部資源循環署建議新增一般垃圾組成採樣分析項目之定義說明及參考圖樣

		
<p><u>註 2: 本文引用之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。</u></p>		<p>新增註 2。</p>

# 土壤及底泥中得克隆檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析高解析 或串聯式質譜儀技術文件草案

環研文件 O-YY-Z-0000-00-00

## 一、方法概要

本技術文件針對土壤及底泥中得克隆(Dechlorane Plus)等化合物經由萃取、淨化及濃縮等前處理後，以氣相層析高解析質譜儀(Gas chromatograph high-resolution mass spectrometer, GC/HRMS) 或氣相層析串聯式質譜儀 (Gas chromatograph tandem mass spectrometer, GC/MS/MS)分析，測定三種得克隆濃度。

## 二、適用範圍

本技術文件適用於土壤及底泥樣品中得克隆-601 (Dechlorane-601)、順式-得克隆 (*syn*-Dechlorane plus) 及反式-得克隆 (*anti*-Dechlorane plus)之含量，待測物及相關標準品資料如表一所示。

## 三、干擾

- (一) 本方法干擾來源可能來自於溶劑、試劑、玻璃器皿及樣品處理過程中使用的硬體設備之污染，干擾物質會導致層析圖基線之飄移，須執行方法空白樣品測試，以確認無干擾情形。
- (二) 儀器分析時，需選擇適當之層析管柱及條件避免得克隆-601 及順式-得克隆產生共析(Co-elution)干擾。

## 四、設備及材料

- (一) 玻璃棉：使用前依序以二氯甲烷及正己烷浸泡淋洗後，以氮氣吹乾後置於棕色瓶內備用，亦可使用市售清洗過之玻璃棉。
- (二) 丟棄式玻璃移液管： 10 mL、 5 mL、 1 mL 或其他適當體積。
- (三) 洗瓶：鐵氟龍材質， 500 mL 或其他適當體積。
- (四) 樣品瓶：內容量分別 24 mL、 16 mL 及 12 mL 或其他適當體積，附鐵氟龍內襯螺旋蓋。
- (五) 篩網：孔徑 $\leq 2$  mm ( 10 mesh )。
- (六) 篩網：孔徑 $\leq 1$  mm ( 18 mesh )。

第 1 頁，共 23 頁

- (七) 圓(平)底燒瓶：Pyrex 材質或同等品，1,000 mL 及 500 mL，接口處規格 24 mm / 40 mm，或其他適當尺寸。
- (八) 濾筒：43 mm × 123 mm、25 mm × 90 mm 玻璃纖維、纖維素材質或同級品。
- (九) 鐵氟龍沸石。
- (十) 銅粒。
- (十一) 索氏萃取管：Pyrex 材質或同等品，下端接口處規格 24 mm / 40 mm，上端接口處規格 50 mm / 50 mm，或其他適當尺寸。
- (十二) 冷凝管：Pyrex 材質或同等品，接口處規格 50 mm / 50 mm，或其他適當尺寸。
- (十三) 矽膠軟管：8 mm (內徑) × 12 mm (外徑)，或其他適當尺寸。
- (十四) 尖底玻璃管：16 mm × 300 mm，或其他適當尺寸。
- (十五) 藥勺：不銹鋼材質或其他適當材質。
- (十六) 玻璃血清瓶：Pyrex 材質或同等品，附鐵氟龍內襯螺旋蓋。
- (十七) 拋棄式玻璃滴管。
- (十八) 矽膠帽：1 mL 或其他適當體積。
- (十九) 天平：可精稱至 0.0001 g。
- (二十) 微波輔助萃取設備：具微波加熱、控溫、控壓之功能者。
- (二十一) 吹氮濃縮裝置：附流量調整閥。
- (二十二) 減壓濃縮機：具控溫、控壓之功能者。
- (二十三) 烘箱：溫度可達 400 °C。
- (二十四) 乾燥器(Desiccator)。
- (二十五) 氣相層析儀：須包含下列部分：

1.配置可設定升溫程式功能之氣相層析儀，並整合注射針、

氣相層析管柱及氣體供應模組等必須配件。

## 2.毛細管層析管柱：

HT8-PCB， 10 m（長）× 0.10 mm（內徑），膜厚度 0.1 μm 的毛細管柱或同級品。

- （二十六）高解析質譜儀：解析度 10,000 以上（10% 波谷），可執行選擇性離子監測(Selected ion monitoring, SIM)。
- （二十七）串聯式質譜儀：三重四極柱串聯質譜解析度設定需等於或優於單位質量解析度（能夠分離 1 個原子質量單位(Atomic mass unit)差異的 2 支質譜峰）。

## 五、試劑

- （一）正己烷：殘量級或同級品。
- （二）二氯甲烷：殘量級或同級品。
- （三）正壬烷：殘量級或同級品。
- （四）丙酮：殘量級或同級品。
- （五）硫酸：濃度為 98%，試藥級或同級品。
- （六）無水硫酸鈉：粒狀，試藥級或同級品。
- （七）矽膠：100 mesh 至 200 mesh 或同級品。使用前，以 180 °C 至少加熱 30 min 活化之，於乾燥器中冷卻至室溫後儲存於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶備用。
- （八）酸性矽膠(Acid silica gel)：將 30 g 經活化後之矽膠與 20 g 之濃硫酸置於附鐵氟龍內襯螺旋蓋之玻璃瓶內，並充分震盪攪拌，使其完全混合。
- （九）固相萃取管匣：
  - 1.矽酸鎂(Florisil)， 2,000 mg / 12 mL ；或同級品。
  - 2.GCB/PSA， 250 mg / 250 mg / 6 mL ；或同級品。
- （十）氮氣：純度 99.99% 以上。

(十一) 氫氣：純度 99.9995 % 以上。

(十二) 氫氣：純度 99.9995 % 以上。

(十三) 同位素標幟標準溶液 (註 1)：

1. 內標準溶液 (Internal standard solution)：以正壬烷配製含如表二所示參考濃度之同位素標幟內標準品的儲備標準溶液。亦可使用市售已製備好之標準溶液。

2. 回收標準溶液 (Recovery standard solution)：以正壬烷配製含如表二所示參考濃度之得克隆同位素標幟回收標準品的儲備標準溶液，亦可使用市售已製備好之標準溶液。

(十四) 檢量線標準溶液：以正壬烷配製內含表三所示參考濃度之所有待測物、內標準品及回收標準品之檢量線標準溶液，亦可使用市售之標準溶液。表三所示之參考濃度亦可依儀器之靈敏度，配製適當濃度之檢量線標準溶液。

## 六、採樣及保存

(一) 土壤及底泥可參考本部公告「土壤採樣方法(NIEA S102.6)」及「底泥採樣方法(NIEA S104.3)」等相關採樣方法採樣 (註 2)，採得之樣品裝入棕色玻璃樣品瓶內，保存在 10 °C 以下運送至實驗室。

(二) 實驗室萃取後 45 天內完成分析，萃取後至完成分析期間，應將萃取液存放安全無虞之區域，避免遭撞擊而破損。

## 七、步驟

本方法為效能基準(Performance-based)分析方法，對於特殊基質之樣品，分析人員可適當修改本方法七、步驟之程序，以克服干擾物質對分析結果的影響，惟修改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。

(一) 檢量線製備：

1. 建立待測物分析操作條件時，其待測物所對應定量之同位素標幟物參考如表四。

2. 起始檢量線製備：配製至少 5 種不同濃度之標準品，各待測物對應之內標準品如表四，配置濃度可參考表三，亦可依儀

器廠牌的感度及線性範圍作適當的修正。每一待測物及內標準品之平均相對感應因子的相對標準偏差都應小於或等於 25 %。

### 3. 檢量線查核：

- (1) 檢量線查核：分析檢量線中間濃度之標準溶液（1  $\mu\text{L}$  至 2  $\mu\text{L}$ ），計算每項待測物與內標準品之相對感應因子，所測得之相對誤差不得超過  $\pm 25\%$ 。此外，離子強度比必須符合表五或表六之理論比值  $\pm 15\%$  以內。
- (2) 每批次或每 10 個樣品，應執行檢量線查核一次，計算每項待測物之相對感應因子，並與起始檢量線之相對應的平均感應因子比較，並符合檢量線查核規範。

### （二）樣品前處理：

土壤及底泥樣品放置於乾淨的玻璃器皿中或鋁箔紙上置於乾淨區域，先剔除石礫、樹枝等雜物後，自然風乾（註 3）（約需 7 天至 10 天）或冷凍乾燥。風乾過程需偶爾將團粒（如粒徑大於 15 mm）剝散，並有利於乾燥速度。風乾完成後以木鎚或適當工具敲碎，用 2 mm (10 mesh) 標準篩網過篩，再經過研磨使其通過 18 mesh（即孔徑小於或等於 1 mm）標準篩，再充分混合均勻裝入樣品瓶，待進行萃取處理程序（註 4）。另取乾燥前之樣品依土壤及底泥水分含量測定方法—重量法(NIEA S280.6)（註 2）進行含水率測試。

### （三）樣品萃取：

樣品進行萃取時可選用索氏萃取或微波輔助萃取，惟萃取前應先添加內標準溶液，如表二 10  $\text{pg}/\mu\text{L}$  添加 10  $\mu\text{L}$ 。

#### 1. 索氏萃取（註 5）

稱取約 10 g（或適量）已研磨之樣品置入纖維濾筒，移入索氏萃取裝置中。並將鐵氟龍沸石及丙酮：正己烷混合溶劑 (1:1, v/v) 250 mL 加入燒瓶，承接索氏萃尿管進行萃取迴流，若樣品含有硫干擾成分則需另外添加適量銅粒於燒瓶中進行除硫。調整熱源令其每小時至少迴流 4 次，萃取至少 8 小時，萃取後冷卻至室溫並將樣品與萃液分離，後續萃液以吹氮濃縮至約 1 mL。

## 2.微波輔助萃取

稱取約 10 g (或適量) 已研磨之樣品及丙酮：正己烷混合溶劑 (1:1, v/v) 30 mL 置入微波消化管中，後續設定微波功率 1500 W、萃取溫度程序由 20 °C 以 10 °C/min 升溫至 120 °C 並保持 20 min，萃取後冷卻至室溫並將樣品與萃液分離，後續萃液以吹氮濃縮至約 1 mL。

### (四) 樣品淨化步驟：

樣品之淨化步驟可參考下述進行之。

#### 1.酸性矽膠淨化：

##### (1) 淨化管柱製備：

A. 管柱配置：取尖底玻璃管底部填充適量玻璃棉，再填裝約 10 g 酸性矽膠。

B. 管柱活化：以 20 mL 之正己烷活化酸性矽膠管柱。

##### (2) 管柱淨化：

將七、(三)之萃取濃縮溶液直接轉移至活化後之酸性矽膠管柱，並以正己烷重複潤洗原容器三次，潤洗液一併併入管柱內。隨後以 40 mL 正己烷沖提淨化管柱，收集於玻璃器皿中。收集液最終以吹氮濃縮至約 0.5 mL 並編號儲存待進行固相萃取管柱淨化。

#### 2.固相萃取管柱淨化：

依樣品特性使用矽酸鎂管柱或 GCB/PSA 管柱，下方步驟以矽酸鎂管柱說明。

##### (1) 淨化管活化：

先以 12 mL 二氯甲烷流經矽酸鎂管匣，隨後再以 12 mL 正己烷進行活化，全程維持自然重力滴流。

##### (2) 管柱淨化：

A. 將酸性矽膠淨化濃縮液移入已活化的固相萃取管匣，並以正己烷潤洗原容器後一併併入管匣淨化。

- B. 萃取管匣以 5 mL 正己烷流洗並棄置，後續以二氯甲烷：丙酮混合溶劑 (1:1, v/v) 10 mL 沖提並收集之。
- C. 沖提液吹氮濃縮至約 0.1 mL，後續轉移至樣品瓶持續吹氮至近乾，最終加入 10  $\mu$ L (註 6) 如表二所示之回收標準溶液，完成上機液之前處理。待進行七、(五)之儀器分析。

(五) 上機分析：

使用 GC/MS/MS 或 GC/HRMS 分析樣品，分析條件如下所述，GC/MS/MS 層析圖譜如圖一；GC/HRMS 層析圖譜如圖二。

1. 氣相層析操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 樣品注射量：1  $\mu$ L。
- (2) 注射口：非分流模式，280  $^{\circ}$ C。
- (3) 載流氣體：氦氣，0.3 mL/min。
- (4) 管柱：HT8-PCB，10 m (長)  $\times$  0.10 mm (內徑)，膜厚度 0.1  $\mu$ m。
- (5) 管柱溫度：150  $^{\circ}$ C (2 min) 以 33  $^{\circ}$ C/min 升溫至 280  $^{\circ}$ C (0 min)，隨後以 5  $^{\circ}$ C/min 升溫至 325  $^{\circ}$ C (2 min)。

2. 串聯式質譜儀操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 碰撞氣體：氬氣。
- (2) 離子化模式：電子撞擊式(Electron impact ionization, EI)。
- (3) 離子源溫度：300  $^{\circ}$ C。
- (4) 監測模式：多重反應監測(Multiple reaction monitoring, MRM)，兩監測離子對如表七及表八所列。

3. 高解析質譜儀操作條件，可視實際需要適當調整：

- (1) 參考標準品：Perfluorokerosene, PFK 或 Perfluorotributyl amine, PFTBA。
- (2) 解析度：10,000 (10% 波谷)。

- (3) 離子化模式：電子撞擊式 (EI 28 eV 至 40 eV)。
- (4) 離子源溫度：280 °C。
- (5) 監測模式：選擇性離子監測 (Selected ion monitoring, SIM)，監測離子如表九所列。

4. 鑑定準則：鑑定待測物係用於下列定性準則。

- (1) 離子強度比須在理論比值  $\pm 15\%$  以內，GC/MS/MS 理論比值詳如表五；GC/HRMS 理論比值詳如表六。
- (2) 待測物之滯留時間須落在對應內標準品之滯留時間 3 秒範圍內。
- (3) 表七及表九所列待測物之兩監測離子（對）之滯留時間差在 3 秒範圍內。
- (4) 得克隆-601 並無  $^{13}\text{C}$  取代之得克隆-601 作為內標準品，故選擇滯留時間相近之內標準品計算相對滯留時間 (Relative retention time, RRT)，RRT 落在連續檢量線查核時所得之相對滯留時間的 0.05 RRT 內，則可鑑定其存在。
- (5) 樣品中待測物之兩監測離子（對）S/N 須為 2.5 以上。

5. 定量準則：

- (1) 每一待測物之二監測離子（對）之電流積分值和可用以代表該待測物的含量。當樣品待測物濃度超過檢量校正曲線時，可先考慮再添加適量之正壬烷溶液，重新上機分析，使其待測物之二監測離子（對）之電流積分值和可在檢量校正曲線範圍內，否則應再稱取適量樣品重新進行萃取分析。
- (2) 用內標準品定量待測物；用  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl 計算內標準品之回收率，回收率須落在 30% 至 130% 範圍內。

## 八、結果處理

(一) 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$$RRF_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{A_{cij}/A_{cij}^*}{M_{cij}/M_{ci}^*}$$

$RRF_i$ ：檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$A_{cij}$ ：第  $j$  濃度檢量校正標準溶液中，待測物  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$A_{cij}^*$ ：第  $j$  濃度檢量校正標準溶液中，內標準品  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$M_{cij}$ ：第  $j$  濃度檢量校正標準溶液中，待測物  $i$  注入儀器的質量(pg)

$M_{ci}^*$ ：檢量校正標準溶液中，內標準品  $i$  注入儀器的質量(pg)

## (二) 待測物之濃度

$$C_i = \frac{A_i \times M_i^*}{A_i^* \times RRF_i \times W}$$

$C_i$ ：樣品中待測物的濃度

$A_i$ ：樣品中待測物  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$A_i^*$ ：樣品中內標準品  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$M_i^*$ ：樣品中內標準品  $i$  之添加量(pg)

$RRF_i$ ：檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$W$ ：樣品分析量(g)

## (三) 內標準品相對於回收標準品之平均相對感應因子

$$RRF_{IS} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{A_{ci}^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_{ci}^*}$$

$RRF_{IS}$ ：內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

$A_{ci}^*$ ：檢量校正標準溶液中，內標準品  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$A_{rs}$ ：回收標準品的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$M_{rs}$ ：回收標準品注入儀器的質量(pg)

$M_{ci}^*$ ：檢量校正標準溶液中，內標準品  $i$  注入儀器的質量(pg)

(四) 內標準品之回收率：

$$R^* = \frac{A_i^* \times M_{rs}}{A_{rs} \times M_i^* \times RRF_{IS}} \times 100\%$$

$R^*$ ：內標準品回收率（回收率須落在 30% 至 130%）

$A_i^*$ ：樣品中內標準品  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$A_{rs}$ ：回收標準品的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$M_{rs}$ ：回收標準品注入儀器的質量(pg)

$M_i^*$ ：樣品中內標準品  $i$  之添加量(pg)

$RRF_{IS}$ ：內標準品相對於回收標準品之相對感應因子

(五) 得克隆 601 相對滯留時間(RRT)

$$RRT = \left| \frac{Rt_{Dec601}}{Rt_{13C10-syn-DP}} - \frac{Rt'_{Dec601}}{Rt'_{13C10-syn-DP}} \right|$$

$Rt_{Dec601}$ : 樣品得克隆 601 滯留時間

$Rt_{13C10-syn-DP}$ : 樣品順式-得克隆內標準品滯留時間

$Rt'_{Dec601}$ : 檢量線查核樣品得克隆 601 滯留時間

$Rt'_{13C10-syn-DP}$ : 檢量線查核樣品順式-得克隆內標準品滯留時間

(六) 最低可偵測極限(Minimum detectable limit, MinDL)

$$M_{in}DL = \frac{2.5 \times A_{ai} \times M_i^*}{A_{ci}^* \times RRF_i}$$

或

$$M_{in}DL = \frac{2.5 \times N_x \times M_i^*}{H_{is} \times RRF_i}$$

$A_{ai}$ : 待測物滯留時間出現之雜訊的離子電流積分值

$A_{ci}^*$ : 檢量校正標準溶液中，內標準品  $i$  的兩監測離子（對）的離子電流積分值之和

$M_i^*$ : 樣品中內標準品  $i$  之添加量(pg)

$RRF_i$ : 檢量校正標準品相對於內標準品之平均相對感應因子

$N_x$ : 待測物滯留時間附近出現之背景雜訊高度

$H_{is}$ : 樣品中內標準品  $i$  的兩監測離子（對）高度之和

任何待測物其結果低於  $M_{in}DL$  時，則將其結果以零計算（或依相關規定採  $M_{in}DL$  或二分之一  $M_{in}DL$  計算）。另當  $M_{in}DL$  為 0 時，則以實驗室方法偵測極限之值替代。

## 九、品質管制

(一) 檢量線查核：每批次或每 10 個樣品，需查核檢量線之適用性，待測物及內標準品測得相對感應因子，其相對誤差不得超過  $\pm$

25 %。

- (二) 空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品，應執行空白樣品分析，空白樣品分析應小於方法偵測極限之 2 倍。
- (三) 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品，應執行查核樣品分析，待測物回收率須落在 70 % 至 130 % 範圍內。

#### 十、精密度與準確度

單一實驗室空白、查核樣品及真實樣品分析之精密度與準確度的結果如表十、表十一及表十二。

#### 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，戴奧辛及呋喃檢測方法—同位素標幟稀釋氣相層析／串聯式質譜儀法 (NIEA M805.01B)，中華民國 108 年。
- (二) 行政院環境保護署，六溴聯苯檢測方法—氣相層析高解析或串聯式質譜儀法 (NIEA M503.60B)，中華民國 111 年。
- (三) 李俊璋、田倩蓉等，113 年化學物質環境流布背景調查專案工作計畫，113 年度環境部化學物質管理署委託研究，計畫編號：113DA001，中華民國 113 年。
- (四) Shuai Zhu; Yating Shen; Meng Pan; Jing Jia; Zhipeng Yang; Jianhua Cao; Yu Wang. Determination of Dechlorane Plus Compounds in Complex Matrix Sludge by GC-MS/MS with Microwave-Assisted Extraction and Evaluation of Treatment Efficiency. *Rock and Mineral Analysis* 2025,44(2), 290-304.
- (五) Inas Abdel Malak; Ronan Cariou; Anaïs Vénisseau; Gaud Dervilly-Pinel; Farouk Jaber; Marc Babut; Bruno Le Bizec. Occurrence Of Dechlorane Plus And Related Compounds In Catfish (*Silurus spp.*) From Rivers In France. *Chemosphere* 2018, 207, 413-420.

註1：同位素標幟標準溶液之濃度、添加量可依樣品最終定量體積及所使用之檢量線濃度範圍而調整之。

註2：本文引用之所有公告方法編號，以環境部最新公告者為準。

- 註3：固態樣品在剔除雜物時應儘量將附著其上的樣品回收，風乾樣品厚度最好不超過 15 mm，風乾時須避免直接日曬，並使用不吸水的容器。對受有機性污染的土壤樣品應注意避免與皮膚接觸，且在乾燥過程必須注意通風與排氣等。
- 註4：乾燥、研磨、過篩等預處理工作，最好能在個別獨立的空間中進行，並避免樣品間交互污染，敲碎或研磨、過篩後，皆應將樣品重新混合。若檢測樣品量小於 2 g，則須另取經過 2 mm ( 10 mesh ) 篩的代表性樣品至少 20 g 進一步研磨，使通過 250  $\mu$ m ( 60 mesh ) 篩網後，再稱取樣品。
- 註5：以溶劑進行有機物之萃取，樣品中應避免殘留水分，如直接取濕重樣品檢測時，至少需加入 3 倍至 5 倍樣品量之無水硫酸鈉充分攪拌均勻，此時需考慮容積較大之索氏萃取裝置。
- 註6：回收標準溶液之加入量即為樣品之最終定量體積，回收標準品添加體積係配合內標準品添加體積而定，一旦內標準品添加體積固定之後，回收標準品添加體積就不可以更動，其絕對量須與檢量線之回收標準溶液一致。

表一 待測物與同位素標幟物一覽表

化合物名稱	CAS 登錄碼
待測物	
Dechlorane-601	13560-90-2
<i>syn</i> -Dechlorane plus	135821-03-3
<i>anti</i> -Dechlorane plus	135821-74-8
內標準品	
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>syn</i> -Dechlorane plus	1449479-07-5
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>anti</i> -Dechlorane plus	-
回收標準品	
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	208263-74-5

表二 同位素標幟工作標準品溶液

成份	濃度(pg/μL)
內標準溶液 (Internal standard solution)	
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10
回收標準溶液(Recovery standard solution)	
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	10

表三 起始檢量校正標準溶液組成一覽表

化合物名稱	1	2	3	4	5	6	7	8
待測物	濃度(pg/ $\mu$ L)							
Dechlorane-601	1	2	5	10	50	100	200	500
<i>syn</i> -Dechlorane plus	1	2	5	10	50	100	200	500
<i>anti</i> -Dechlorane plus	1	2	5	10	50	100	200	500
內標準品								
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	10	10	10	10	10	10	10
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	10	10	10	10	10	10	10
回收標準品								
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl	10	10	10	10	10	10	10	10

表四 內標準品與對應之檢測化合物

待測物	對應內標準品	對應回收標準品
Dechlorane-601	$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl
<i>syn</i> -Dechlorane plus	$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	
<i>anti</i> -Dechlorane plus	$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	

表五 GC/MS/MS 中離子強度比之品管範圍

產物離子 氯原子數	產物離子型態*	理論比值**	管制值	
			下限	上限
5	(M)/(M+2)	0.6251	0.5313	0.7188
5	(M+4)/(M+2)	0.6399	0.5439	0.7359
6	(M+4)/(M+2)	0.7995	0.6795	0.9194

\* 參考表八之監測離子對，如 *anti*-Dechlorane plus 270 → 235(M)，272 → 237(M+2)，計算產物離子 235 (M) 及 237 (M+2) 之離子強度比。若選擇不同的離子型態需重新計算理論比值。

\*\* 以豐度  $^{35}\text{Cl} = 75.76\%$ 、 $^{37}\text{Cl} = 24.24\%$  計算理論比值，理論比值之  $\pm 15\%$  作為管制值上下限。

表六 GC/HRMS 中離子強度比之品管範圍

氯原子數	離子型態	理論比值*	管制值	
			下限	上限
6	(M+4)/(M+2)	0.7999	0.6799	0.9199
8	(M+2)/(M+4)	0.8930	0.7590	1.027

\* 以豐度  $^{35}\text{Cl} = 75.76\%$ 、 $^{37}\text{Cl} = 24.24\%$  計算理論比值，理論比值之  $\pm 15\%$  作為管制值上下限。

表七 待測物及同位素標幟物於 GC/MS/MS 之參數

化合物	滯留時間 (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量 (eV)
待測物				
Dechlorane-601	13.65	270	235	12
		272	237	12
<i>syn</i> -Dechlorane plus	13.78	270	235	12
		272	237	12
<i>anti</i> -Dechlorane plus	14.39	270	235	13
		272	237	13
內標準品				
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>syn</i> -Dechlorane plus	13.77	277	242	10
		279	244	10
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>anti</i> -Dechlorane plus	14.39	277	242	15
		279	244	15
回收標準品				
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5'- Octachlorobiphenyl	7.94	440	370	25
		442	372	25

表八 待測物及同位素標幟物之監測離子對與元素組成(GC/MS/MS)

監測物質	m/z 型式*	前驅離子		產物離子	
		m/z	元素組成	m/z	元素組成
Dechlorane-601	M	270	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>6</sub>	235	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub>
	M+2	272	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	237	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
<i>syn</i> -Dechlorane plus	M	270	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>6</sub>	235	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub>
	M+2	272	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	237	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>syn</i> -Dechlorane plus	M+2	277	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	242	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
	M+4	279	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	244	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>3</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>
<i>anti</i> -Dechlorane plus	M	270	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>6</sub>	235	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub>
	M+2	272	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	237	C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>anti</i> -Dechlorane plus	M+2	277	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	242	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
	M+4	279	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	244	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>3</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>
<sup>13</sup> C <sub>12</sub> -2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB**	M+2	440	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>7</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	370	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>
	M+4	442	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>6</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	372	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>

\*若監測離子元素組成中氯(Cl)皆由同位素 <sup>35</sup>Cl 組成，則 m/z 型式定義為 M，例如：*syn*-Dechlorane plus 的產物離子 m/z = 235 元素組成 C<sub>5</sub><sup>35</sup>Cl<sub>5</sub>，則定義為 M； m/z = 237 元素組成為 C<sub>5</sub><sup>35</sup>Cl<sub>4</sub><sup>37</sup>Cl，含有 1 個同位素 <sup>37</sup>Cl 則定義為 M+2。

OctaCB\*\*：Octachlorobiphenyl

表九 待測物及同位素標幟物之監測離子(GC/HRMS)

監測時窗	監測物質	滯留時間 (min)	監控質量 (m/z)	離子型態	元素組成	
<u>Fn-1</u>	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> - 2,2',3,3',4,4',5, 5'-OctaCB*	8.00	439.8038	M+2	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>7</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			441.8008	M+4	<sup>13</sup> C <sub>12</sub> H <sub>2</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>6</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
			430.9729	lock	C <sub>9</sub> F <sub>17</sub>	
<u>Fn-2</u>	Dechlorane-601	14.78	271.8102	M+2	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			273.8072	M+4	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
	<i>syn</i> -Dechlorane plus	14.99	271.8102	M+2	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			273.8072	M+4	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>syn</i> -Dechlorane plus	14.95	276.8269	M+2	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			278.8240	M+4	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
	<i>anti</i> -Dechlorane plus	15.94	271.8102	M+2	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			273.8072	M+4	<sup>12</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
	<sup>13</sup> C <sub>10</sub> - <i>anti</i> - Dechlorane plus	15.92	276.8269	M+2	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>5</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>1</sub>	
			278.8240	M+4	<sup>13</sup> C <sub>5</sub> <sup>35</sup> Cl <sub>4</sub> <sup>37</sup> Cl <sub>2</sub>	
		PFK**		280.9824	lock	C <sub>6</sub> F <sub>11</sub>

OctaCB\*: Octachlorobiphenyl

PFK\*\* : Perfluorokerosene

原子量:

<sup>1</sup>H = 1.007825    <sup>12</sup>C = 12.000000    <sup>13</sup>C = 13.003355    <sup>35</sup>Cl = 34.968853    <sup>37</sup>Cl = 36.965903<sup>19</sup>F = 18.9984

表十 單一實驗室空白樣品添加  $^{13}\text{C}$ -同位素內標準品分析結果(N=5)

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	回收率平均 %	標準偏差 S %
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	47.7	6.02
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	42.7	6.44

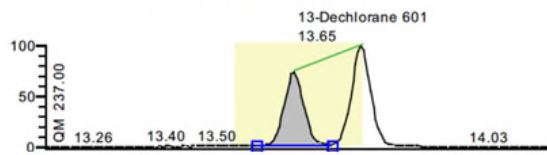
表十一 單一實驗室查核樣品分析結果(N=5)

化合物名稱	添加濃度 ng/mL	回收率平均 %	標準偏差 S %
待測物			
Dechlorane-601	10	96.4	6.12
<i>syn</i> -Dechlorane plus	10	97.7	6.93
<i>anti</i> -Dechlorane plus	10	101	11.0
內標準品			
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	62.0	5.34
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	57.6	6.03

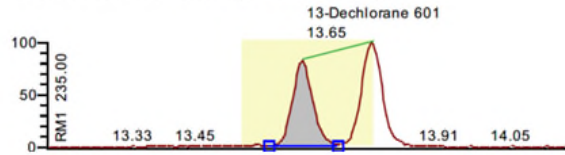
表十二 單一實驗室真實樣品添加  $^{13}\text{C}$ -同位素內標準品分析結果(N=4)

化合物名稱	添加濃度	回收率平均	標準偏差 S
	ng/mL	%	%
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>syn</i> -Dechlorane plus	10	81.4	22.0
$^{13}\text{C}_{10}$ - <i>anti</i> -Dechlorane plus	10	97.0	14.8

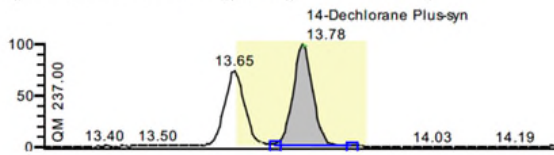
Dechlorane-601(272→237)



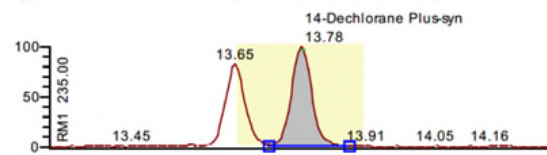
Dechlorane-601(270→235)



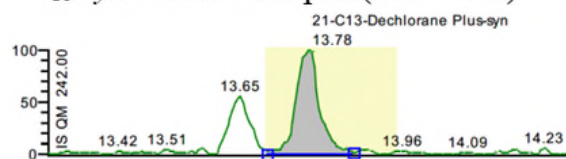
*syn*-Dechlorane plus(272→237)



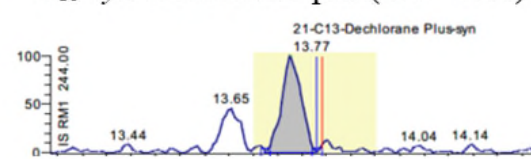
*syn*-Dechlorane plus(270→235)



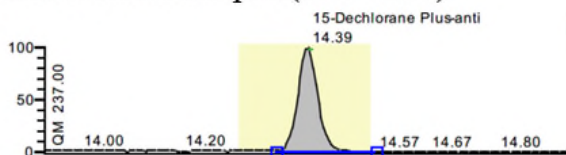
<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-*syn*-Dechlorane plus(277→242)



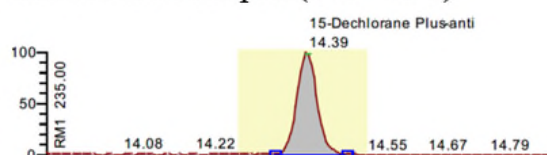
<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-*syn*-Dechlorane plus(279→244)



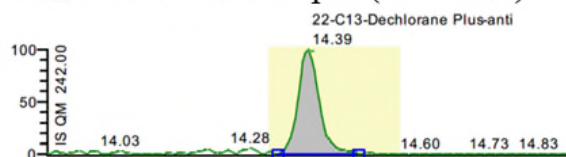
*anti*-Dechlorane plus(272→237)



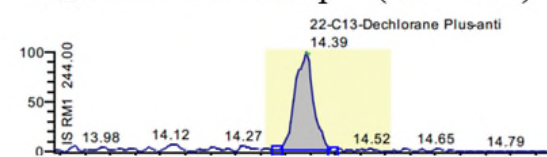
*anti*-Dechlorane plus(270→235)



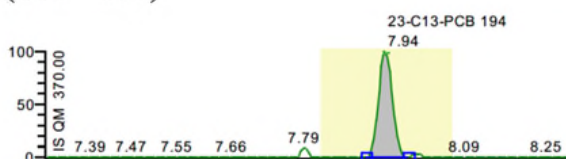
<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-*anti*-Dechlorane plus(277→242)



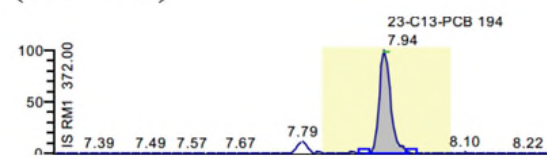
<sup>13</sup>C<sub>10</sub>-*anti*-Dechlorane plus(279→244)



<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB\*  
(440→370)



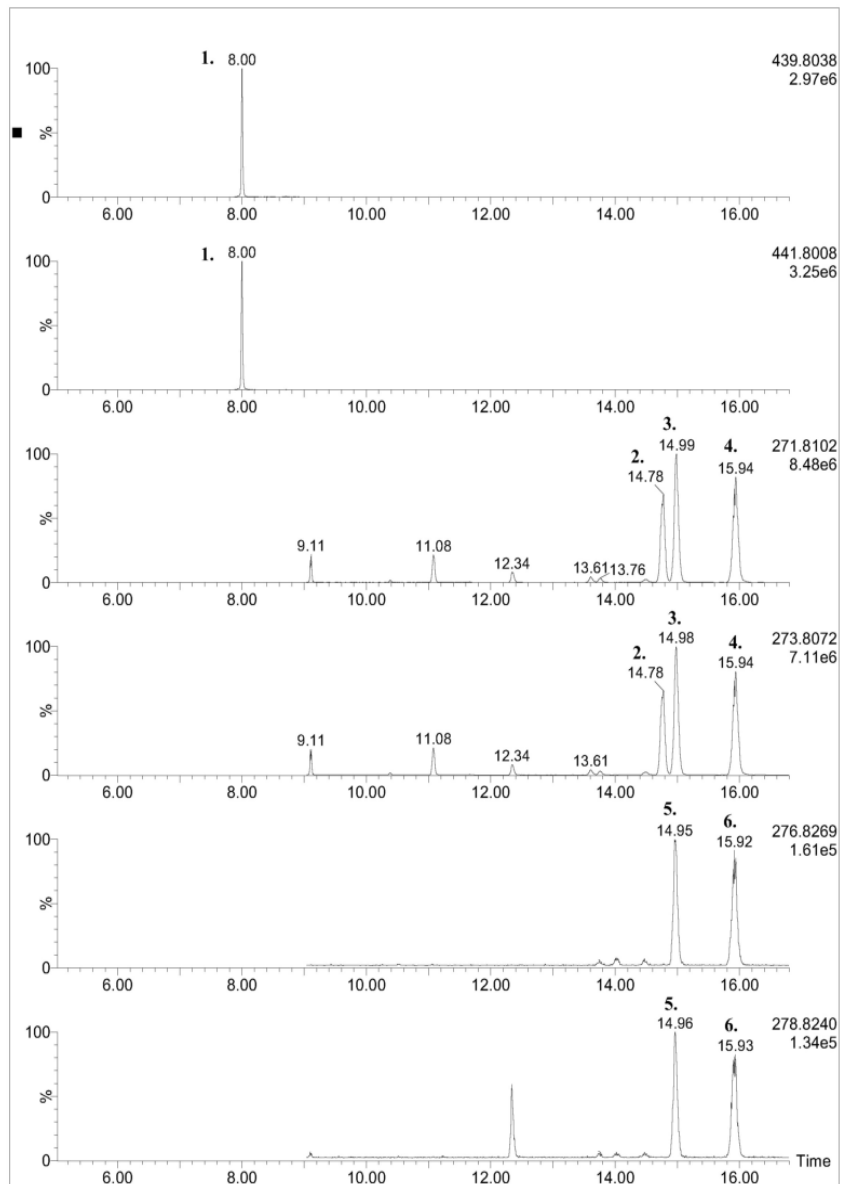
<sup>13</sup>C<sub>12</sub>-2,2',3,3',4,4',5,5'-OctaCB\*  
(442→372)



OctaCB\*. Octachlorobiphenyl

圖一 GC/MS/MS 層析圖

註：本圖譜使用氣相層析儀(Thermo Scientific TRACE 1310)；串聯式質譜儀(Thermo Scientific TSQ 9000)；管柱：HT8-PCB，10 m × 0.10 mm × 0.1 μm。



圖二 GC/HRMS 層析圖

註：

1.  $^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5,5'-Octachlorobiphenyl      2. Dechlorane-601      3. *syn*-Dechlorane plus  
 4. *anti*-Dechlorane plus      5.  $^{13}\text{C}_{10}$ -*syn*-Dechlorane plus      6.  $^{13}\text{C}_{10}$ -*anti*-Dechlorane plus

註：本圖譜使用氣相層析儀(Agilent 7890)；高解析度質譜儀(Waters AutoSpec Premier)；管柱：HT8-PCB，10 m × 0.10 mm × 0.1 μm。

# 空氣中細懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)總碳及碳成分檢測技術文件－熱光分析儀／非分散性紅外光或火焰離子化偵測法草案

環研文件 A-0Y-1-2026-00-00

## 一、方法概要

經捕集於濾紙之細懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)樣品，利用熱光加熱處理(Thermal-optical treatment)，以非分散性紅外光偵測器(Non-dispersive infrared, NDIR)或火焰離子化偵測器(Flame ionization detector, FID)進行檢測(註1)。

## 二、適用範圍

本方法適用於空氣中細懸浮微粒碳成分之總碳(Total carbon, TC)或有機碳(Organic carbon, OC)與元素碳(Elemental carbon, EC)檢測(註2)。

## 三、干擾

- (一) 採樣可能造成干擾之因素，參考空氣中懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)檢測方法－手動採樣法(NIEA A205.1)(註3)。
- (二) 空氣中之揮發性有機物可能於濾紙採樣前之生產、儲存及運送過程吸附於其中造成干擾，須進行運送空白測試及實驗室空白測試，以確認污染干擾狀況。
- (三) 標準品溶液進樣體積過多，其水氣將干擾儀器內部之雷射光學訊號穩定性，並可能導致後端檢測器之訊號異常，進而影響碳成分定量之準確度。
- (四) 熱光穿透法與熱光反射法各有適用條件，應視採樣配置、空白修正策略與儀器光學補償表現選用。例如揮發性有機物因吸附於石英濾紙內部，使分析過程濾紙內部產生揮發性有機物熱解，建議使用熱光穿透法(Thermal-optical transmittance, TOT)光學校正法

進行檢測，若使用熱光反射法(Thermal-optical reflectance, TOR)光學校正法進行檢測，則樣品數值應扣除現場空白(Filed Blank)數值。

#### 四、設備與材料

- (一) 石英濾紙：純石英無黏合劑，耐熱性達 1000 °C，0.3 μm 粒徑之濾紙捕集率需在 99.7 % 以上（註4）。
- (二) 微量注射器：氣密式 (Gas-tight) 或液體專用，容量為 10 μL、20μL 或以上，最小刻度應可辨識至全量之 1 %，亦可使用可調式微量移液吸管。
- (三) 天平：可精稱至 0.001 g。
- (四) 燒杯：硼矽玻璃材質，容量視需要而定。
- (五) 定量瓶：硼矽玻璃材質，建議容量 100 mL 或視需要而定。
- (六) 高溫爐：具備加熱溫度 850 °C 3 小時以上之功能者。
- (七) 沖孔器(Puncher)：應為銳利之不鏽鋼材質，用於從濾紙上切割出固定面積之沖片（如 1 cm<sup>2</sup> 或 1.5 cm<sup>2</sup>）。切割邊緣應平整且無毛邊，以確保分析面積之準確性。
- (八) 鑷子：應使用高純度不鏽鋼或鐵氟龍披覆材質。鑷子尖端應細緻且閉合良好，可選擇平頭、圓頭或尖頭型式，惟操作時應確保不刺穿或損傷濾紙纖維結構。夾取時限於濾紙沖片之極邊緣，以減少對分析區域之接觸（註5）。
- (九) 熱光碳分析儀(Thermal-optical carbon analyzer)：分析儀須配備一穩定之雷射光源，並至少具備熱光穿透法或熱光反射法光學修正功能，且儀器軟體必須具備自動判定分割點(Split point determination)之功能，並具備非分散性紅外光偵測器或火焰離子化偵測器。對於總碳之儀器偵測極限應低於 0.4 μgC/cm<sup>2</sup>。
- (十) 調理箱：具備控制相對濕度於 25 % 至 35 % 功能之防潮箱。

## 五、試劑

- (一) 試劑水：不含待測物。
- (二) 蔗糖：試藥級，純度應大於 99.0 % 以上（註 6）。
- (三) 碳標準儲備溶液(Stock solution, 10,000 mgC/L)：精確稱取 2.375 克之蔗糖（註 7），置於燒杯中以少量純水溶解後，完全移入 100 mL 定量瓶中，再以純水稀釋定量至刻度，或購買經濃度確認並附保存期限說明之市售產品。
- (四) 碳標準中間溶液：濃度約為 1,000 mgC/L 至 2,500 mgC/L，實驗室可依據常用採樣濾紙面積與預期樣品濃度範圍，選取適當濃度之標準溶液，以便於滴加操作。例如吸取 10 mL 之碳標準儲備溶液 (10,000 mgC/L) 至 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋至刻度，或購買經濃度確認並附保存期限說明之市售產品。
- (五) 氣體：依碳分析儀廠商建議。

## 六、採樣與保存

- (一) 採樣前準備：石英濾紙須於 850 °C 以上加熱至少 3 小時以去除空白濾紙干擾，並依 NIEA A205.1 溫度與濕度條件進行 24 小時以上調理。
- (二) 依據 NIEA A205.1 以手動採樣器進行採樣。
- (三) 樣品回收後置於保護容器中，冷藏 4 °C 至 8 °C 保存。於實驗室內，以冷藏 4 °C 至 8 °C 保存，或置於相對濕度 25 % 至 35 % 之調理箱室溫保存。採樣後 30 日內應完成分析。

## 七、步驟

### (一) 檢量線建立：

1. 檢量線工作溶液配製：使用前配製，精確吸取適量之碳標準儲備溶液(10,000 mgC/L)或碳標準中間溶液(1,000 mgC/L)，分別置於 100 mL 定量瓶中，以試劑水定容至刻度，配製成至少五種不同

濃度之檢量線標準液，其濃度建議涵蓋 1.0 至 30.0  $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$  之濾紙負載量範圍（以滴加 5  $\mu\text{L}$  於 1  $\text{cm}^2$  濾紙計），最低點接近定量極限。分別吸取適量標準品溶液置於空白濾紙上（滴加過程應確保液滴完全被濾紙吸收不得溢出），置入碳分析儀進樣分析並製作檢量線，其線性相關係數應大於 0.995（註 8）。

2. 檢量線確認：檢量線製作完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應在  $\pm 15\%$  以內。

## （二）分析：

1. 樣品準備：將樣品自調理空間取出，以潔淨沖孔器沖壓合適大小濾紙沖片後，置入樣品承載器進樣分析。每 10 個或每批次樣品應執行 1 次原位二次測定，即同一濾紙沖片於首輪分析結束後，樣品承載器應保持原位不動，隨即接續第二次分析流程。
2. 分析前先以經前處理之空白濾紙進行測試，確認儀器正常無干擾，分析結果應小於 2 倍 MDL。
3. 氣體條件：依儀器說明書調整。
4. 樣品升溫條件：如表一（註 9），樣品分析過程分為兩個主要階段：第一階段在純氦氣(He)環境下升溫，將有機碳(OC)分段釋出；第二階段在含氧氦氣混合氣(2%  $\text{O}_2$  / 98% He)環境下升溫，將元素碳分段氧化釋出。

## 八、結果處理

（一）定性分析：無機碳濃度加上有機碳濃度即為總碳濃度，故本方法將純氦無氧階段分為四個升溫階段（分別為 OC1、OC2、OC3 和 OC4），而含氧階段下則分為三個升溫階段（分別為 EC1、EC2 和 EC3），且因熱裂解會產生熱解碳，將根據光學校正結果由含氧階段下部分訊號校正回歸於無氧階段(OC4)。本方法之光學校正分割點(Split point)判定原則為：進入含氧加熱階段後，雷射透射或反射訊號回復至分析初始值 (Initial baseline)之時

間點。在實務分析中，可能遭遇異常圖譜。例如：

1. 因 IMPROVE\_A 無氧階段最高溫度設定(580 °C)限制，導致特定高濃度有機物未能完全燃燒，其殘留之有機碳於含氧階段才釋出，造成元素碳訊號被異常高估。
2. 特殊化學物質導致光學校正效果不佳，雷射訊號無法正確對應碳釋放特徵。若分析過程中出現雷射訊號提早於無氧階段回升越過初始值、至分析結束仍無法回復初始值，抑或是無氧階段波峰未完全降至基線即進入含氧階段（顯示燃燒不完全），皆應判定為光學校正或燃燒異常圖譜（代表性正常圖譜與異常圖例如圖一與圖二）。發生異常圖譜時，操作人員應檢視儀器光學系統狀態並重新取樣分析。

(二) 依公式進行結果處理。

$$F = \frac{S}{S_{\text{CH}_4}} \times m$$

$$C = F \times A \div V_s$$

F：分析碳成分濃度。此數值為儀器軟體自動積分波峰面積並比對內部校正峰後，直接輸出之濾紙單位面積碳成分（總碳或有機碳或元素碳）濃度( $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$ )

S：樣品分析之各階段波峰訊號積分面積（無因次）

$S_{\text{CH}_4}$ ：內部校正氣體（甲烷）之波峰訊號積分面積（無因次）  
（註 10）

m：檢量線斜率( $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$ )

C：空氣中碳成分（總碳或有機碳或元素碳）濃度( $\mu\text{gC}/\text{m}^3$ )

A：濾紙實際有效面積( $\text{cm}^2$ )

$V_s$ ：採氣體積( $\text{m}^3$ )

## 九、品質管制

- (一) 檢量線查核：每 10 個樣品及每批次分析結束前，執行 1 次檢量線查核，以檢量線中間濃度附近的標準溶液進行，其相對誤差值應在  $\pm 15\%$  以內。
- (二) 每批次或每 10 個樣品至少需進行 1 個實驗室空白(Laboratory blank)樣品，分析結果應小於 2 倍 MDL。
- (三) 每 10 個樣品至少需進行 1 個現場空白(Field blank)樣品，分析結果應小於 2 倍 MDL。
- (四) 每 10 個樣品至少需進行 1 個運送空白(Trip blank)樣品，分析結果應小於 2 倍 MDL。
- (五) 查核樣品分析：每 10 個或每批次樣品至少執行 1 次，回收率應在 90% 至 110% 之間。
- (六) 重複樣品分析：每 10 個或每批次樣品至少執行 1 次，相對差異百分比應在 15% 內。
- (七) 重複進樣 (Duplicate injection)：每 10 個或每批次樣品至少執行 1 次，分析結果應小於 2 倍 MDL。

## 十、精密度與準確度

依據單一實驗室驗證所得，數據如下：

- (一) 精密度：依據重複樣品分析結果，其相對差異百分比之平均值為 3.96%，如表四。
- (二) 準確度：依據查核樣品分析結果，其平均回收率為 103.13%，標準偏差為 2.98%，如表五。

## 十一、參考資料

- (一) 環境部，細懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)碳成分之分析方法評析及技術開發(2/2)計畫，NERA044114100，中華民國 114 年。
- (二) 環境部，細懸浮微粒(PM<sub>2.5</sub>)碳成分之分析方法評析及技術開發(1/2)計畫，NERA044113005，中華民國 113 年。
- (三) Chow, J. C.; Watson, J. G.; Chen, L. W. A.; Chang, M. C. O.; Robinson, N. F.; Trimble, D.; Kohl, S., "The IMPROVE\_A Temperature Protocol for Thermal/Optical Carbon Analysis: Maintaining Consistency with a Long-Term Database," Journal of the Air & Waste Management Association, Vol. 57, No. 9, pp. 1014-1023, 2007.
- (四) Cavalli, F.; Viana, M.; Yttri, K. E.; Genberg, J.; Putaud, J.-P. Toward a Standardised Thermal-Optical Protocol for Measuring Atmospheric Organic and Elemental Carbon: The EUSAAR Protocol. Atmos. Meas. Tech. Discuss. 2009, 2, 2321-2345.

註 1：若使用非分散性紅外光偵測器應具備高靈敏度之二氧化碳偵測能力，並經由校正氣體驗證其線性度。若使用火焰離子化檢測器進行檢測，則於氧化爐(Oxidation catalytic oven / converter) 後方增設甲烷反應爐(Methanator)。

註 2：不適用於非石英材質（如鐵氟龍、玻璃纖維）之濾紙採樣基材，亦不適用於未具備雷射光學補償（無法進行熱光穿透法或熱光反射法分割點判定）功能之碳分析儀器。

註 3：本文引用之所有公告方法編碼，以環境部最新公告者為準。

註 4：石英濾紙規格係參考 NIEA A205.1 與參考資料（二）。

註 5：操作人員應配戴無粉手套，且不得直接接觸鑷子尖端，以防油脂污染。每樣品（含標準品）分析間，應使用經預熱處理過之石英濾紙或不掉屑無塵布(Lint-free wiper)沾取適量試劑水或乙醇反覆擦拭鑷

子尖端確實清潔（若使用乙醇，應確保完全揮發乾燥後方可夾取樣品），以避免樣品間之交叉污染。

註 6：以蔗糖為標準品時，使用熱光穿透法較能準確反映其熱解碳訊號並進行校正；以鄰苯二甲酸氫鉀為標準品，因其熱解現象多集中於濾紙表面，易出現熱光穿透法測得之元素碳值異常高於熱光反射法之現象。

註 7：可根據以下算式計算配製之標準品碳含量。x 為稱取蔗糖重量，並以試劑水定量至 100 mL。

$$\left(\frac{x \text{ 克蔗糖}}{100 \text{ mL}}\right) \times \left(\frac{12.01 \text{ g/mol C}}{342.31 \text{ g/mol C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}}\right) \times \left(\frac{1 \text{ mL}}{10^3 \mu\text{L}}\right) \times \left(\frac{10^6 \mu\text{g}}{1 \text{ g}}\right) = x \times 0.42 \mu\text{gC} / \mu\text{L}$$

註 8：例如吸取 60.0 mL 碳標準儲備溶液，置於 100 mL 定量瓶中，以試劑水定容至刻度，此液體濃度即為 6,000 mgC/L，在滴加 5  $\mu\text{L}$  於 1  $\text{cm}^2$  濾紙的情況下，濾紙負載量即為 30.0  $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$ （等同於該濾紙沖片之總含碳量為 30.0  $\mu\text{gC}$ ）。

註 9：表一升溫條件之加熱時間具備彈性（待波峰訊號回歸基線方進行升溫），能確保有機碳完全揮發，且實際樣品分析圖譜之光學修正分界點最適切。表二升溫條件二因其無氧階段溫度設定過高，易導致部分元素碳提前釋出被誤判為有機碳，且常發生光學校正點提早於無氧階段出現而無法進行光學補償之異常現象；表三升溫條件三因其各階層加熱時間為固定值，實測發現對於高分子物質（例如海藻酸）易因加熱時間不足而無法完全分解，產生異常之元素碳訊號干擾；

註 10：非分散性紅外光偵測器無此參數。

表一 升溫條件一

溫度階層	氣體組成	加熱溫度 (°C)	加熱時間 (秒)
OC1	He	140	150 至 580
OC2	He	280	150 至 580
OC3	He	480	150 至 580
OC4	He	580	150 至 580
EC1	He/O <sub>2</sub>	580	150 至 580
EC2	He/O <sub>2</sub>	740	150 至 580
EC3	He/O <sub>2</sub>	840	150 至 580

註：資料來源為參考資料(三)

表二 升溫條件二

溫度階層	氣體組成	加熱溫度 (°C)	加熱時間 (秒)
OC1	He	250	150
OC2	He	500	150
OC3	He	650	150
OC4	He	850	160
EC1	He/O <sub>2</sub>	650	150
EC2	He/O <sub>2</sub>	750	150
EC3	He/O <sub>2</sub>	850	150

註：參照 DRI Model 2015 Series 2 (NDIR)碳分析儀內建之 DB::NIOSH 操作協議

表三 升溫條件三

溫度階層	氣體組成	加熱溫度 (°C)	加熱時間 (秒)
OC1	He	200	120
OC2	He	300	150
OC3	He	450	180
OC4	He	650	180
EC1	He/O <sub>2</sub>	500	120
EC2	He/O <sub>2</sub>	550	120
EC3	He/O <sub>2</sub>	700	70
EC4	He/O <sub>2</sub>	850	80

註：資料來源為參考資料(四)

表四 精密度測試

批次	總碳 1 ( $\mu\text{gC}/\text{m}^3$ )	總碳 2 ( $\mu\text{gC}/\text{m}^3$ )	相對差異百分比 (%)	相對差異百分比 平均值 (%)
1	8.61	8.32	3.42	3.96
2	2.78	2.60	6.49	
3	6.71	6.31	6.17	
4	5.69	5.23	8.48	
5	3.55	3.75	5.58	
6	5.63	5.75	2.11	
7	8.95	8.96	0.15	
8	5.32	5.35	0.53	
9	5.39	4.98	7.82	
10	6.00	5.74	4.46	
11	4.93	4.80	2.83	
12	4.52	4.49	0.65	
13	7.70	7.91	2.69	
14	7.29	7.50	2.78	
15	2.32	2.44	5.18	

註 1：使用 DRI 2015 Series 2 (NDIR) 碳成分分析儀進行測試

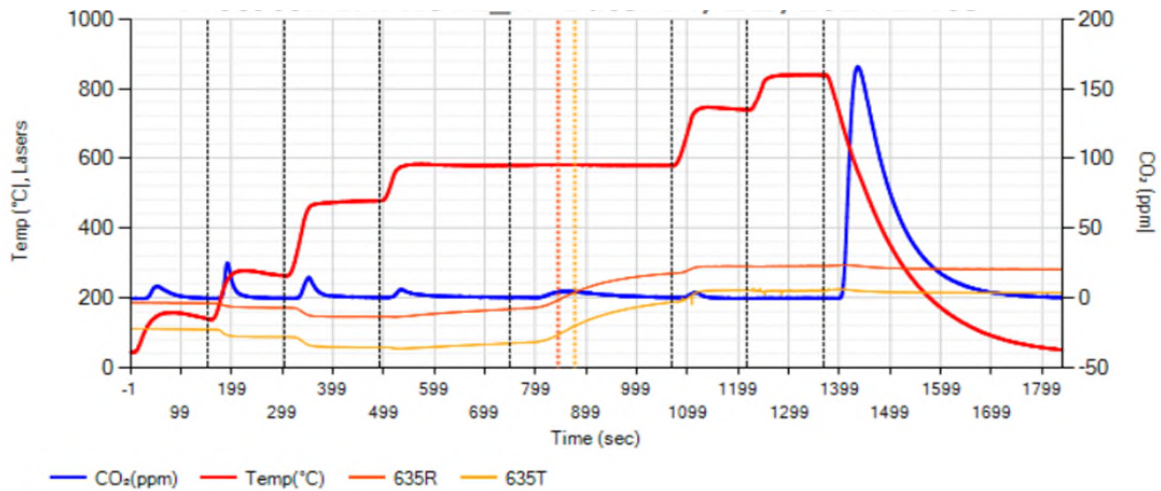
註 2：總碳 1 及總碳 2，為同一樣品進行重複分析之總碳數據。

表五 準確度測試

批次 ( $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$ )	總碳 ( $\mu\text{gC}/\text{cm}^2$ )	回收率 (%)	回收率平均值 (%)	標準偏差 (%)
1	14.91	99.40	103.13	2.98
2	16.09	107.27		
3	16.12	107.47		
4	15.84	105.63		
5	15.70	104.67		
6	15.30	102.00		
7	15.58	103.89		
8	15.67	104.44		
9	15.03	100.20		
10	15.47	103.15		
11	15.69	104.60		
12	14.46	96.40		
13	15.46	103.07		
14	15.12	100.81		
15	15.60	104.02		

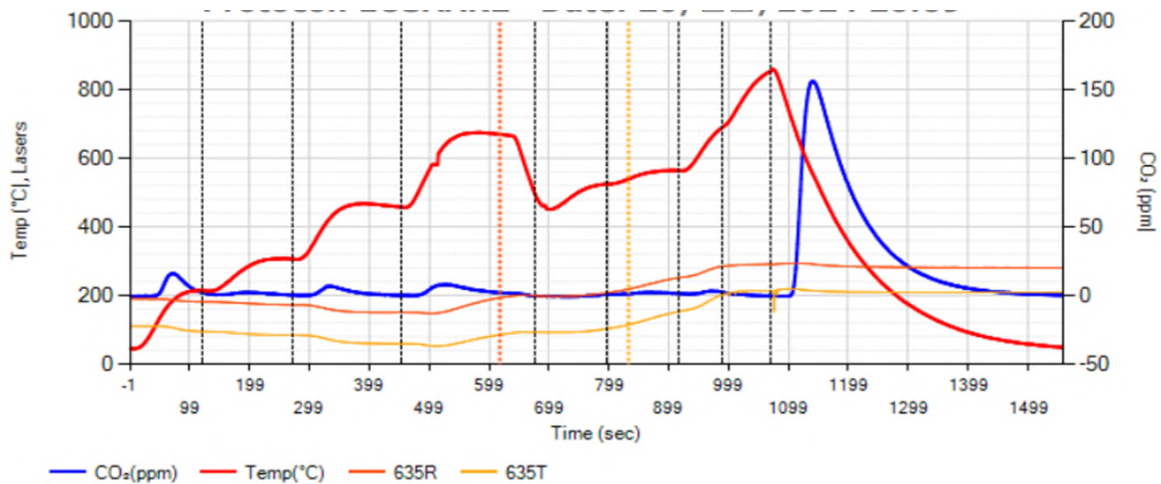
註 1：使用 DRI 2015 Series 2 (NDIR) 碳成分分析儀進行測試

註 2：標準品總碳濃度為  $15 \mu\text{gC}/\text{cm}^2$



圖一、正常熱光分析結果圖譜範例

註：雷射訊號於純氮無氧階段平穩下降，並於進入含氧階段後穩步回升至初始值，分割點明確落於含氧階段，各波峰皆適當回歸基線，屬正常光學校正圖譜。



圖二、異常熱光分析結果圖譜範例

註：若無氧階段波峰未降至基線即進入含氧階段，將使未燃燒之有機物被帶入含氧階段釋出；或雷射訊號提早於無氧階段回升越過初始值，導致分割點判定錯誤或無法正確進行光學補償，實務上應判定為異常圖譜。