

環境用藥禁止含有成分檢測方法－氣相層析質譜儀法

中華民國115年8月26日環部授研字第1155110248號

自中華民國 115 年 12 月 15 日生效

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)進行初步定性分析，如出現疑似禁止含有成分，續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 μ L、25 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、1,000 μ L 或其他體積。

(六) 氣密式注射針：10 μ L、25 μ L、50 μ L、100 μ L、250 μ L、1,000 μ 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. 質譜儀：具每秒掃描 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 μ 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 μ 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. 質譜儀：具每秒掃描 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 μ 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功能的軟體，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) 氦氣：純度 99.999 % 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 µg/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(µg/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 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 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。
- 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)。

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

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 ± 0.06 RRT 內，或是與待測物標準品之絕對滯留時間差異在 ± 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（例如：分子離子），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與參考圖譜（來自圖譜資料庫或檢量線標準品）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點濃度的 $1/10$ 。
- （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，以未檢出禁止含有成分出具報告時，另外標示檢量線最低點濃度的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 適用非平衡狀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	α -Hexachlorocyclohexane	319-84-6
		β -Hexachlorocyclohexane	319-85-7
		δ -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 適用非平衡狀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	β -丁內酯	β -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 適用非平衡狀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 適用平衡狀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	1,4-二氧陸園	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 ₄	1,4-Dichlorobenzene-d ₄
萘-d ₈	Naphthalene-d ₈
芴-d ₁₀	Acenaphthene-d ₁₀
菲-d ₁₀	Phenanthrene-d ₁₀
屈-d ₁₂	Chrysene-d ₁₂
芘-d ₁₂	Perylene-d ₁₂

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 ₅	Chlorobenzene-d ₅

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 ₄		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 ₈		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 ₁₀		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 ₁₀		188	80	94	187
	α -蟲必死	183	181	109	219
	β -蟲必死	181	183	109	219
	δ -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 ₁₀	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 ₁₂		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
屈-d ₁₂	甲氧滴滴涕	227	228	238	152
莠-d ₁₂		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 ₅		117	-	-	-
	1,4-二氧陸圀	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
α -蟲必死	96.4	7.0
β -蟲必死	98.4	8.1
δ -蟲必死	89.2	8.2
α -可氣丹	88.8	12.7
γ -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
β-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
α -蟲必死	102.2	3.7
β -蟲必死	104.0	4.9
δ -蟲必死	105.2	5.5
α -可氣丹	91.2	12.7
γ -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 單一實驗室平衡狀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