

土壤中全氟與多氟化合物檢測方法—液相層析串聯式質譜儀法

中華民國109年12月31日環署授檢字第1091007411號

自中華民國110年4月15日生效

NIEA S501.60B

一、方法概要

樣品以含 0.2% 氨水之甲醇震盪萃取至少 4 小時，續將萃液離心添加於試劑水中進行固相萃取，再以甲醇及含 2% 氨水之甲醇沖提化合物，經吹氮、回溶及過濾後，以液相層析串聯式質譜儀(Liquid chromatography – tandem mass spectrometry, LC/MS/MS) 檢測全氟與多氟化合物。

二、適用範圍

本方法適用於土壤中全氟與多氟化合物(Per- and Polyfluoroalkyl Substance, PFAS)檢測，化合物如表一所示。

三、干擾

- (一) 本方法的干擾可能來自於溶劑、試劑、玻璃器皿及樣品處理過程中所使用的硬體設備之污染，干擾物質會導致層析圖基線之漂移，須執行方法空白樣品的測試，以確認無干擾情形。
- (二) 干擾物質亦可能是樣品中之其他物質，基質干擾的程度隨樣品之來源而不同。由於本方法所使用之偵測系統具選擇性，因此可降低來自基質的干擾，如果有干擾發生，可用適當的前處理程序去除。
- (三) 在 LC/MS/MS 中如層析管柱材質種類、管柱的長度、內徑、層析的流率、移動相及添加劑的選擇，都可能影響分析效果及儀器感度。而電噴灑法游離效率又和化合物、溶劑及流率的關係密切，需考量移動相本身的電導率及介電常數，以減少離子抑制的情況，以達到 MS/MS 分析效率的最佳化。
- (四) 所有實驗器皿、溶劑洗瓶及管路避免使用鐵氟龍材質，建議採用聚丙烯(Polypropylene, PP)材質。實驗器皿先用甲醇潤洗，存放於乾淨之環境自然風乾。儀器內部含鐵氟龍材質的配件，置換成其他如不銹鋼或聚醚醚酮(Polyetheretherketone, PEEK)材質，以去除來自儀器設備的背景值，必要時可裝遲滯管柱(Delay Column)，以延遲液相層析儀系統中殘留 PFAS 之滯留時間，使其與化合物的滯留時間分開而降低干擾。

四、設備與材料

- (一) 採樣瓶：聚丙烯或聚乙烯(Polyethylene, PE)材質，250 mL 或其他適當體積，使用前先用試劑水及甲醇清洗並乾燥之。
- (二) 樣品瓶：瓶身、瓶蓋為 PP 或 PE 材質，1.8 mL 以上，用於保存儲備標準品。
- (三) 離心管：瓶身、瓶蓋為 PP 或 PE 材質，15 mL 或其他體積，用於離心、收集沖提液或保存儲備標準品。
- (四) 上機樣品瓶：瓶身、瓶蓋為 PP 或 PE 材質，0.5 mL 以上。
- (五) 定量瓶：玻璃材質，10 mL、100 mL 或其他體積。
- (六) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (七) 塑膠滴管。
- (八) 液相層析串聯式質譜儀 (LC/MS/MS) 裝置。
 - 1. 液相層析儀。
 - 2. 層析管柱：ACQUITY UPLC HSS T3 管柱，1.8 μm (粒徑)，2.1 mm (內徑) \times 100 mm (長度) 或同級品。
 - 3. 遲滯管柱(視需要)：Poroshell 120，EC-C18管柱，2.7 μm (粒徑)，3.0 mm (內徑) \times 50 mm (長度) 或其他適當管柱，安裝於液相層析儀幫浦(Pump)與自動注射系統(Autosampler)之間。
 - 4. 電噴灑游離串聯式質譜儀。
 - 5. 數據處理系統：能顯示化合物的滯留時間及尖峰面積之定性及定量系統。
- (九) 研鉢與研杵：以瓷器、氧化鋯或其他不干擾分析的材質製成，口徑 90 mm 或其他適當尺寸。
- (十) 機械式研磨器。
- (十一) 篩網：孔徑 ≤ 1 mm (18 mesh)。
- (十二) 烘箱：循環送風式，附排氣設備。
- (十三) 冷凍乾燥機。
- (十四) 振盪器：速度可達 250 rpm。
- (十五) 離心機：轉速可達到 980 \times g。
- (十六) pH 試紙或 pH 測定儀：能測量 pH 值範圍 1 至 14。
- (十七) 萃取裝置
 - 1. 固相萃管匣：Oasis WAX 150mg、Oasis WAX Plus 225 mg 或

同級品。

2.固相萃取槽：附閥可調整流率。

3.真空幫浦。

4.蠕動馬達：可調整流率， Gilson Minipuls 3 型，或其他類似功能之馬達。

5.樣品載入管：不銹鋼或 PP 材質。

(十八) 氮氣吹乾裝置：可調整加熱溫度和氮氣吹出量。

(十九) 塑膠針筒及針頭：1 mL 或以上。

(二十) 針頭式過濾膜：0.22 μm 或更小孔徑，Nylon 材質。

(二十一) 冷藏設施：儲放樣品，溫度可達 4 $^{\circ}\text{C}$ 。

(二十二) 冷凍設施：儲放標準品，溫度可達 -20 $^{\circ}\text{C}$ 。

五、試劑

(一) 試劑水：不含化合物之純水。

(二) 甲醇、醋酸銨、甲酸：LC 級或 LC/MS 級。

(三) 5 mM 醋酸銨水溶液：移動相，取 0.39 g 醋酸銨加試劑水至 1 L，混合均勻。因醋酸銨具揮發性，若感度降低或滯留時間改變，可增加移動相更換頻率。

(四) 5 mM 醋酸銨之甲醇：移動相，取 0.39 g 醋酸銨加甲醇至 1 L，混合均勻。因醋酸銨具揮發性，若感度降低或滯留時間改變，可增加移動相更換頻率。

(五) 氨水：約 28% 至 30% (as ammonia)，美國化學協會標準試藥或同等級。

(六) 含 2% 氨水之甲醇：取 7 mL 氨水加甲醇至 100 mL，使用前配製。

(七) 含 0.2% 氨水之甲醇：取 100 mL 之 2% 氨水加甲醇到 1 L，使用前配製。

(八) 0.1% 甲酸水溶液：取 1 mL 甲酸加試劑水至 1 L。

(九) 標準溶液：

1. 儲備標準溶液：稱取約 10 mg PFAS 標準品，以甲醇定容至 10 mL，立即移至 PP 或 PE 材質之樣品瓶或離心管；或購買市售可追溯濃度證明文件之標準溶液，溶液可能封裝於玻璃安瓿 (Ampoule) 中，開瓶後須轉移至 PP 或 PE 材質之樣品

瓶或離心管，於 -20°C 以下保存。

2. 中間標準溶液配製：將儲備標準溶液以甲醇稀釋配製成中間標準溶液（建議配製濃度為 $200\ \mu\text{g/L}$ ），保存於 PP 或 PE 材質之樣品瓶，於 -20°C 以下保存。以此溶液使用於檢量線標準溶液之配製。

(十) 內標準品溶液：內標準品名稱如表二。

1. 儲備內標準品溶液：稱取約 $10\ \text{mg}$ 或其他適當重量之內標準品，以甲醇定容至 $10\ \text{mL}$ ，立即移至 PP 或 PE 材質之樣品瓶或離心管；或購買市售可追溯濃度證明文件之標準溶液，溶液可能封裝於玻璃安瓿中，開瓶後須轉移至 PP 或 PE 材質之樣品瓶或離心管，於 -20°C 以下保存。
2. 中間內標準品溶液配製：將儲備內標準溶液以甲醇稀釋配製成中間標準溶液（建議配製濃度為 $200\ \mu\text{g/L}$ ），保存於 PP 或 PE 材質之樣品瓶，於 -20°C 以下保存。以此溶液使用於檢量線標準溶液之配製。

六、採樣與保存

參考本署公告「土壤採樣方法 (NIEA S102.6XX)」進行採樣，過程中避免使用鐵氟龍材質的器具，採得之樣品裝入採樣瓶內，置於 $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 冷藏，28 天內完成樣品預處理與前處理，前處理後之萃液如置於 -20°C 保存，應於 28 日內完成上機分析。

七、步驟

(一) 本方法係為效能基準 (Performance-based) 分析方法，分析人員可依使用固相萃尿管匣、前處理程序、液相層析儀、層析管柱及串聯式質譜儀之不同，適當修改本方法之檢測程序，惟修改後之方法其執行檢測所有步驟及程序，應符合本方法品質管制規範。

(二) 液相層析串聯式質譜儀：

1. 層析管柱：ACQUITY UPLC HSS T3 管柱， $1.8\ \mu\text{m}$ (粒徑)， $2.1\ \text{mm}$ (內徑) \times $100\ \text{mm}$ (長度) 或同級品。
2. 遲滯管柱(視需要)：Poroshell 120，EC-C18管柱， $2.7\ \mu\text{m}$ (粒徑)， $3.0\ \text{mm}$ (內徑) \times $50\ \text{mm}$ (長度)或其他可延遲液相層析儀系統殘留化合物之滯留時間，進而與上機化合物滯留時間分離的管柱。
3. 移動相組成與梯度：

移動相 A： $5\ \text{mM}$ 醋酸銨水溶液

移動相 B：5 mM 醋酸銨之甲醇

時間(min)	移動相A (%)	移動相B (%)
0	70	30
6	70	30
12	0	100
18	0	100
20	70	30
24	70	30

4. 流率：0.4 mL/min。

5. 樣品注入量：10 μ L。

6. 管柱溫度：40 $^{\circ}$ C。

7. 負電荷模式串聯式質譜儀條件(電噴灑法)：

(1) 乾燥氣體溫度(Drying gas temperature)：290 $^{\circ}$ C。

(2) 乾燥氣體流率(Drying gas flow rate)：18 L/min。

(3) 霧化氣體壓力(Nebulizer gas pressure)：35 psi。

(4) 鞘氣溫度(Sheath gas temperature)：400 $^{\circ}$ C。

(5) 鞘氣流率(Sheath gas flow rate)：12 L/min。

(6) 毛細管電壓(Capillary voltage)：4000 V。

8. 質譜參數如表三。

(三) 檢量線製備

1. 檢量線製備：添加至少 5 種不同濃度之化合物標準品於 30% 甲醇水溶液中，濃度範圍為 0.1 μ g/L 至 10 μ g/L，內標準品濃度為 2 μ g/L，各化合物對應之內標準品如表四。

2. 檢量線確認：檢量線製備完成後，應即以第二來源標準品(若無第二來源標準品且無不同批號標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品)配製接近檢量線中點濃度，進行檢量線確認，所測得濃度之相對誤差在 $\pm 30\%$ 以內。

- 3.檢量線查核：檢量線應至少每 12 小時執行檢量線查核，所測得濃度之相對誤差值在 $\pm 30\%$ 以內。
- 4.依內、外標法，以線性迴歸法(Linear regression)製備檢量線(註 1)，其線性相關係數(Correlation coefficient, r)，必須大於或等於 0.99。

(四) 水分測定

- 1.土壤水分含量測定：取適當樣品量依據公告方法「土壤及底泥水分含量測定方法-重量法 (NIEA S280.6XX)」，測定乾重量為基礎之水分含量百分比(W_{H_2O} (m/m, %))。
- 2.若樣品前處理稱取之樣品為七、步驟 (五) 樣品預處理之風乾樣品，則可省略水份測定步驟。

(五) 樣品預處理

土壤樣品放置於乾淨的塑膠器皿或鋁箔紙上置於乾淨區域，先剔除石礫、樹枝等雜物後，以自然風乾、 $30^{\circ}\text{C} \pm 4^{\circ}\text{C}$ 之烘箱烘乾或冷凍乾燥等方式乾燥。風乾過程偶爾將團粒（如粒徑大於 15 mm）剝散，以免固態樣品因脫水而緊密膠結，並有利於乾燥速度。風乾完成後，以木錘敲碎，再經過研磨使其通過孔徑 ≤ 1 mm 的標準篩，充分混合均勻裝入採樣瓶內，待進行樣品前處理。

(六) 樣品前處理

- 1.稱取約 2 g 樣品到離心管，查核樣品與添加樣品加入 200 $\mu\text{g/L}$ 中間標準溶液 20 μL ，每個樣品添加 200 $\mu\text{g/L}$ 的中間內標準品溶液 20 μL (註2)，加入含 0.2% 氨水之甲醇 10 mL，以轉速至少 250 rpm 之震盪器萃取至少 4 小時。
- 2.離心管以轉速 980 $\times g$ 離心至少 10 分鐘，取出萃液置於新的離心管中。
- 3.取 250 mL 採樣瓶，以甲醇清洗後，再用試劑水潤洗備用。
- 4.採樣瓶加入 0.1% 甲酸水溶液 100 mL，再加入經離心之萃液 5 mL。
- 5.以 pH 試紙或 pH 測定儀量測，若 pH 值未小於 3，以甲酸或氨水調整至小於 3 後，進行固相萃取。
- 6.固相萃取：
 - (1)固相萃尿管匣以 6 mL 含 2% 氨水之甲醇與 6 mL 甲醇分別流洗，續以 6 mL 試劑水流洗，管匣未乾之前，關閉閥

門。加入 2 mL 0.1% 甲酸水溶液浸泡約 2 分鐘後進行清洗，管匣快乾之前關閉閥門，使管匣保持濕潤狀態。

- (2) 樣品以大約 3 mL/min 至 5 mL/min 之流率流經固相萃接管匣。
- (3) 續以 3 mL 之 0.1% 甲酸水溶液清洗管匣，接著加入 2 mL 試劑水清洗管匣。抽乾固相萃接管匣約 15 分鐘，以肉眼判斷管匣是否乾燥，若還有水分，續抽管匣直至管匣乾燥為止。
- (4) 固相萃接管匣加入 6 mL 甲醇沖提管匣，流率約每秒一滴，以離心管收集沖提液。續加入 6 mL 含 2% 氨水之甲醇沖提管匣，流率約每秒一滴，以前述離心管合併收集沖提液。若沖提液不易流出，可以針筒之活塞略施壓力壓出，惟壓出後流率維持約每秒一滴。
- (5) 沖提液於 50°C 下吹氮濃縮至乾(或近乾)，加入 0.3 mL 的甲醇渦旋(Vortex)後，以針頭式過濾膜過濾之，取 150 μ L 濾液至上機樣品瓶，續加入 350 μ L 試劑水(註3)，混合均勻後以液相層析串聯式質譜儀分析。

(七) 定性與定量

1. 使用液相層析串聯質譜系統之多重反應監測模式(Multiple Reaction Monitoring mode, MRM)，前驅/產物離子對如表三所示。每一種化合物監測其前驅/產物離子對兩對，以其中感度較高的前驅/產物離子對作為定量，第二前驅/產物離子對作為定性的依據。多重反應監測模式下前驅/產物離子對層析圖如圖一所示。
2. 化合物之滯留時間須落在檢量線查核標準品、檢量線確認標準品或添加樣品化合物之滯留時間 $\pm 2.5\%$ 範圍之內。
3. 化合物之兩監測前驅/產物離子對(積分面積或高度)的相對比率(Ion Ratio)須落在可接受的離子比例範圍之內(如表四所示)，其相對比率須以檢量線查核分析或品管樣品的前驅/產物離子對的比率為基準計算之。
4. PFBA 只有一前驅/產物離子對，樣品之峰型應與其同位素內標準品(MPFBA)之峰型相似，若仍有疑慮則以標準品添加後觀察峰型變化。
5. 使用內標法時，當樣品化合物濃度超過檢量線，應取較少樣品量，重新前處理後上機分析。

八、結果處理

(一) 內標法

$$C_s = (C \times IS_s) / IS_{cal}$$

$$IS_s = W_{is} / W_{dry}$$

$$W_{dry} = W_{wet} \times (100 / (100 + W_{H_2O}))$$

其中

C_s ：樣品濃度 (ng/g)

C ：由檢量線求得之化合物濃度 ($\mu\text{g/L}$)

IS_{cal} ：檢量線內標準品濃度 ($\mu\text{g/L}$)

IS_s ：樣品內標準品濃度 (ng/g)

W_{is} ：內標準品添加量 (ng)

W_{dry} ：樣品乾基重量 (g)

W_{wet} ：樣品濕基重量 (g)

W_{H_2O} ：乾重量為基礎之水分含量百分比 (m/m,%)

(二) 外標法

$$C_s = (C \times V \times V_1) / (W_{dry} \times V_2)$$

$$W_{dry} = W_{wet} \times (100 / (100 + W_{H_2O}))$$

其中

C_s ：樣品濃度 (ng/g)

C ：由檢量線求得之化合物濃度 ($\mu\text{g/L}$)

V ：定容體積 (mL)

V_1 ：萃取體積 (mL)

V_2 ：進行固相萃取時，取用之萃取體積 (mL)

W_{dry} ：樣品乾基重量 (g)

W_{wet} ：樣品濕基重量 (g)

W_{H_2O} ：乾重量為基礎之水分含量百分比 (m/m,%)

九、品質管制

(一) 空白樣品分析：每批次或每 20 個樣品，應執行空白樣品分析，空白樣品分析值應小於 2 倍方法偵測極限。

- (二) 重複樣品分析：每批次或每 20 個樣品，應執行重複樣品分析，其相對差異百分比應在 30% 以內。
- (三) 查核樣品分析：每批次或每 20 個樣品，應執行查核樣品分析，其回收率範圍 50% 至 150%。
- (四) 添加樣品分析：每 20 個樣品或每批次，應執行添加樣品分析，其回收率範圍 40% 至 160%。

十、精密度與準確度

單一實驗室查核及添加樣品分析之精密度與準確度的結果如表六。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，全氟烷酸類化合物檢測方法－固相萃取與高效液相層析／串聯式質譜儀法 NIEA W542.50B，中華民國 101 年。
- (二) 行政院環境保護署，水中極性有機物檢測方法－液相層析／串聯式質譜儀法，NIEA W547.50B，中華民國 109 年。
- (三) U.S. EPA. Determination of Per- and Polyfluoroalkyl Substances in Drinking Water by Isotope Dilution Anion Exchange Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry Method 533, 2019.
- (四) European Commission Decision of 13 March 2003 amending Decision 2002/657/EC as regards the setting of minimum required performance limits (MRPLs) for certain residues in food animal origin (2003/18/EC), Off. Eur. Commun. L71, 2003.
- (五) U.S. EPA. Determination of Selected Per-and Polyfluorinated Alkyl substances in Drinking Water by Solid Phase Extraction and Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry (LC/MS/MS) Method 537.1, 2020

註1：為避免低濃度之偏差，可使用 $1/x$ 加權進行校正，以提高低濃度數值之準確性。

註2：2 g 樣品為乾重下，樣品內標準品濃度 (IS_s) 為 2 ng/g。

註3：上機內標準品濃度為 2 µg/L，查核樣品與添加樣品化合物濃度為 2 µg/L。

表一 全氟與多氟化合物中英文名稱及簡稱

英文名稱	中文名稱	CAS No.	簡寫
Perfluorobutanoic acid	全氟丁酸	375-22-4	PFBA
Perfluoropentanoic acid	全氟戊酸	2706-90-3	PFPeA
Perfluorohexanoic acid	全氟己酸	307-24-4	PFHxA
Perfluoroheptanoic acid	全氟庚酸	375-85-9	PFHpA
Perfluorooctanoic acid	全氟辛酸	335-67-1	PFOA
Perfluorononanoic acid	全氟壬酸	375-95-1	PFNA
Perfluorodecanoic acid	全氟癸酸	335-76-2	PFDA
Perfluoroundecanoic acid	全氟十一烷酸	2058-94-8	PFUnA
Perfluorododecanoic acid	全氟十二烷酸	307-55-1	PFDoA
Perfluorotridecanoic acid	全氟十三烷酸	72629-94-8	PFTrA
Perfluorotetradecanoic acid	全氟十四烷酸	376-06-7	PFTeA
Perfluorobutanesulfonic acid	全氟丁基磺酸	375-73-5	PFBS
Perfluorohexanesulfonic acid and its branched isomers	全氟己基磺酸與其支鏈同分異構物	355-46-4	PFHxS
Perfluoroheptanesulfonic acid	全氟庚烷磺酸	375-92-8	PFHpS
Perfluorooctanesulfonic acid with branched isomers	全氟辛烷磺酸與其支鏈同分異構物	1763-23-1	PFOS
Perfluorodecanesulfonic acid	全氟癸烷磺酸	335-77-3	PFDS

表一 全氟與多氟化合物中英文名稱及簡稱(續)

英文名稱	中文名稱	CAS No.	簡寫
1H,1H,2H,2H - perfluorooctane sulfonic acid (6:2) (6:2 Fluorotelomer sulfonic acid)	全氟 1H,1H,2H,2H, 辛烷磺酸 (6:2) (6:2 氟調聚物磺酸)	27619-97-2	6:2 FTS
1H,1H,2H,2H- perfluorodecane sulfonic acid (8:2) (8:2 Fluorotelomer sulfonic acid)	全氟 1H,1H,2H,2H, 癸烷 磺酸(8:2) (8:2 氟調聚物磺酸)	39108-34-4	8:2 FTS
Perfluorooctanesulfonamide	全氟辛烷磺(醯)胺	754-91-6	FOSA

表二 內標準品中英文名稱及簡稱

英文名稱	中文名稱	簡寫
Perfluoro[¹³ C ₄]butanoic acid	全氟丁酸內標準品	MPFBA
Perfluoro[1,2,3,4- ¹³ C ₄]octanoic acid	全氟辛酸內標準品	MPFOA
Perfluoro[1,2- ¹³ C ₂]decanoic acid	全氟癸酸內標準品	MPFDA
Perfluoro[1,2- ¹³ C ₂]dodecanoic acid	全氟十二烷酸內標準品	MPFDoA
Perfluoro[1,2,3,4- ¹³ C ₄] octane sulfonic acid	全氟辛烷磺酸內標準品	MPFOS
1H,1H,2H,2H-perfluoro[1,2- ¹³ C ₂]octane sulfonic acid (6:2)	全氟 1H,1H,2H,2H,辛烷磺酸 (6:2) 內標準品	M6:2 FTS
Perfluoro[¹³ C ₈] octanesulfonamide	全氟辛烷磺胺內標準品	MFOSA
1H,1H,2H,2H-perfluoro[1,2- ¹³ C ₂]decanesulfonic acid	全氟 1H,1H,2H,2H,癸烷磺酸 (8:2)內標準品	M8:2 FTS
Perfluoro[1,2- ¹³ C ₂] tetradecanoic acid	全氟十四烷酸內標準品	MPFTeA

表三 前驅/產物離子對質譜參數

化合物	前驅離子	產物離子	Fragment voltage (V)	CE (V)
PFBA	213	169	380	8
PFBS	299	99	380	33
	299	80	380	40
PFPeA	263	219	380	5
	263	69	380	40
PFHxA	313	269	380	5
	313	119	380	21
PFHpA	363	319	380	9
	363	169	380	17
PFHxS	399	99	380	37
	399	80	380	41
6:2 FTS	427	407	380	25
	427	81	380	49
PFHpS	449	99	380	41
	449	80	380	57
PFOA	413	369	380	9
	413	169	380	15
PFOS	499	99	380	53
	499	80	380	50
PFNA	463	419	380	5
	463	169	380	21

表三 前驅/產物離子對質譜參數(續)

化合物	前驅離子	產物離子	Fragment voltage (V)	CE (V)
PFDA	513	469	380	9
	513	269	380	17
PFDS	599	99	380	50
	599	80	380	50
8:2 FTS	527	507	380	29
	527	80	380	49
FOSA	498	169	380	30
	498	78	380	45
PFUnA	563	519	380	9
	563	269	380	16
PFDoA	613	569	380	9
	613	319	380	21
PFTrA	663	619	380	9
	663	169	380	29
PFTeA	713	669	380	9
	713	169	380	30
MPFBA (IS)	217	172	380	9
MPFOA (IS)	417	372	380	9
MPFOS (IS)	503	80	380	50
M6:2FTS (IS)	429	80	380	37

表三 前驅/產物離子對質譜參數(續)

化合物名稱	前驅離子	產物離子	Fragment voltage (V)	CE (V)
MPFDA (IS)	515	470	380	9
MFOSA (IS)	506	78	380	30
MPFDoA (IS)	615	570	380	21
M8:2FTS(IS)	529	81	380	49
MPFTeA (IS)	715	670	380	9

註：CE：Collision Energy，質譜參數可依實際需要適當調整之。本方法使用儀器：液相層析儀 (Agilent 1290 Infinity II)；串聯式質譜儀 (Agilent 6495)。

表四 內標準品對應表

內標準品	化合物
MPFBA	PFBA、PFPeA
MPFOS	PFBS、PFHxS、PFHpS、PFOS
MPFOA	PFHxA、PFHpA、PFOA、PFNA
M6:2FTS	6:2 FTS
MPFDA	PFDA、PFUnA
M8:2FTS	8:2 FTS
MFOSA	FOSA
MPFDoA	PFDS、PFDoA
MPFTeA	PFTrA、PFTeA

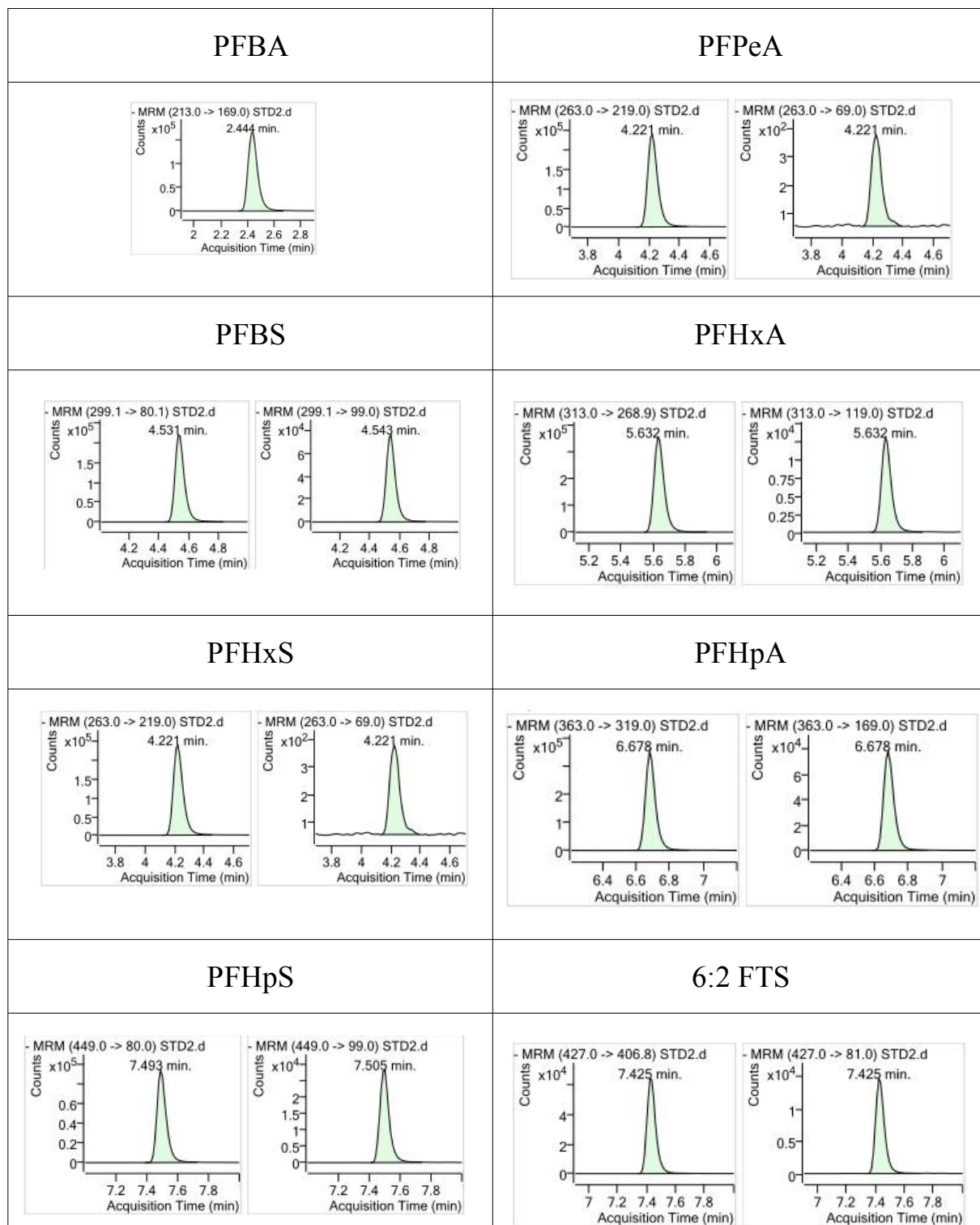
表五 LC/MS/MS前驅/產物離子對之離子強度比率 (Ion Ratio) 規範

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

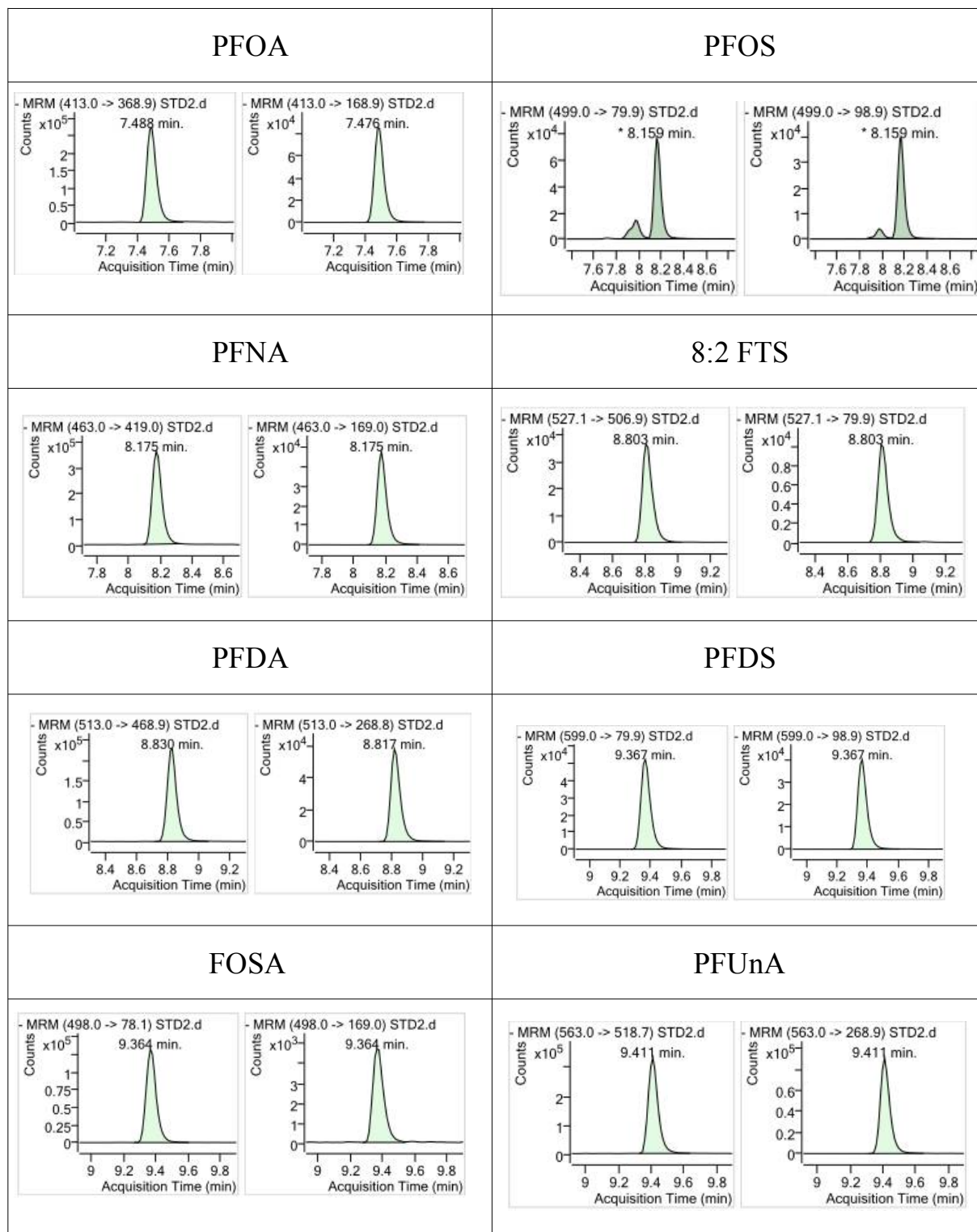
表六 單一實驗室查核及添加樣品分析之精密度與準確度

化合物	查核樣品回收率 (n=4)		添加樣品回收率 (n=4)	
	平均 (%)	標準偏差 (%)	平均 (%)	標準偏差 (%)
PFBA	90.5	1.5	95.2	4.7
PFPeA	76.2	2.2	81.5	5.1
PFBS	123.1	9.1	104.2	9.7
PFHxA	79.4	4.7	74.9	6.3
PFHxS	122.1	16.9	109.3	8.6
PFHpA	75.0	3.0	77.6	4.7
PFHpS	112.6	8.2	101.6	7.4
6:2 FTS	93.7	5.6	93.9	3.7
PFOA	92.5	2.0	99.8	5.5
PFOS	85.4	1.7	87.0	7.2
PFNA	69.3	2.9	78.6	2.6
8:2 FTS	75.7	7.8	83.9	2.1
PFDA	85.0	4.4	86.3	8.5
PFDS	73.2	5.2	57.9	2.0
FOSA	77.1	2.2	82.5	5.6
PFUnA	57.7	5.3	63.8	8.3
PFDoA	82.5	3.8	90.1	3.9
PFTTrA	66.9	7.9	66.2	3.7
PFTeA	78.7	2.4	77.4	5.6

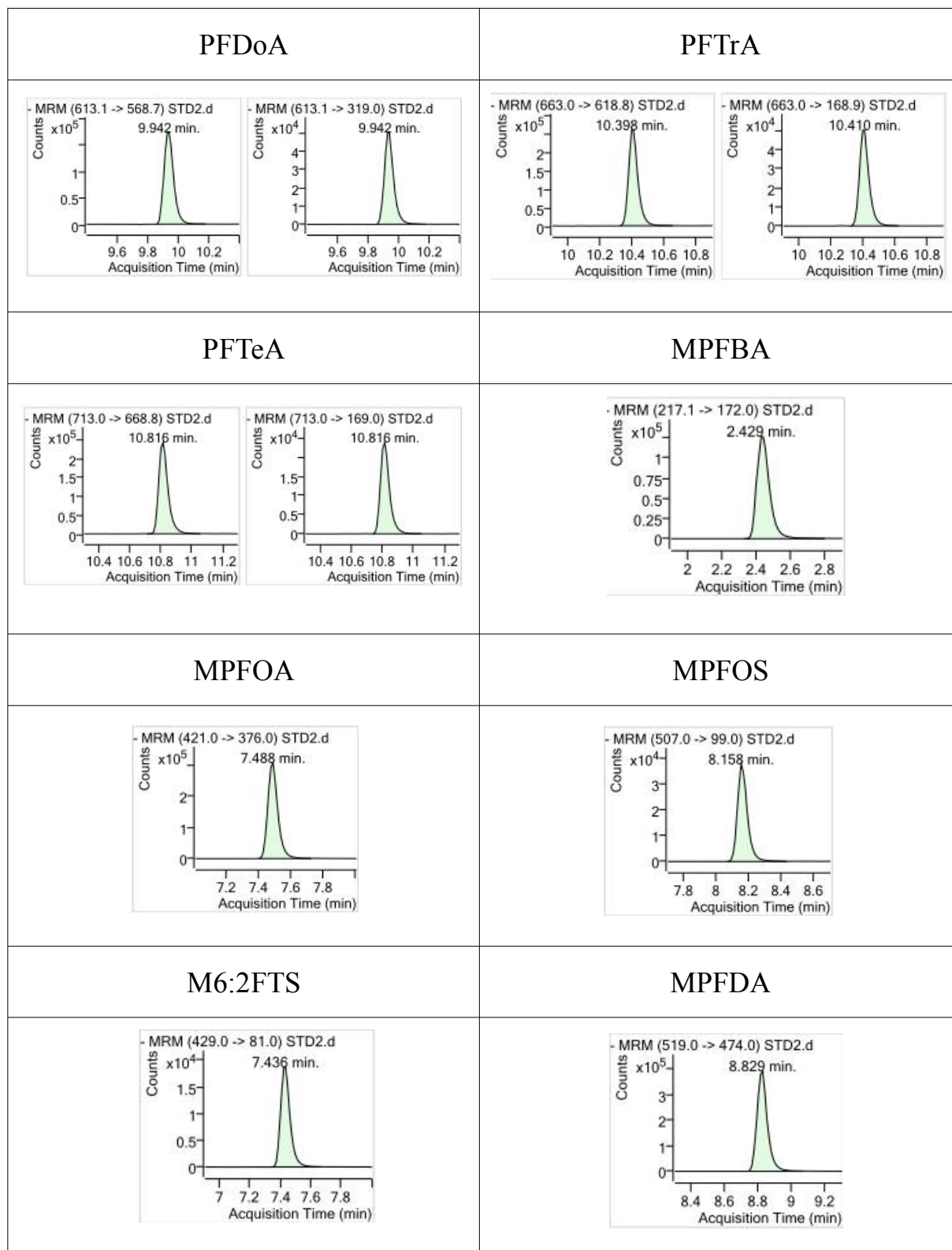
註：查核樣品與添加樣品化合物濃度為 2 ng/g



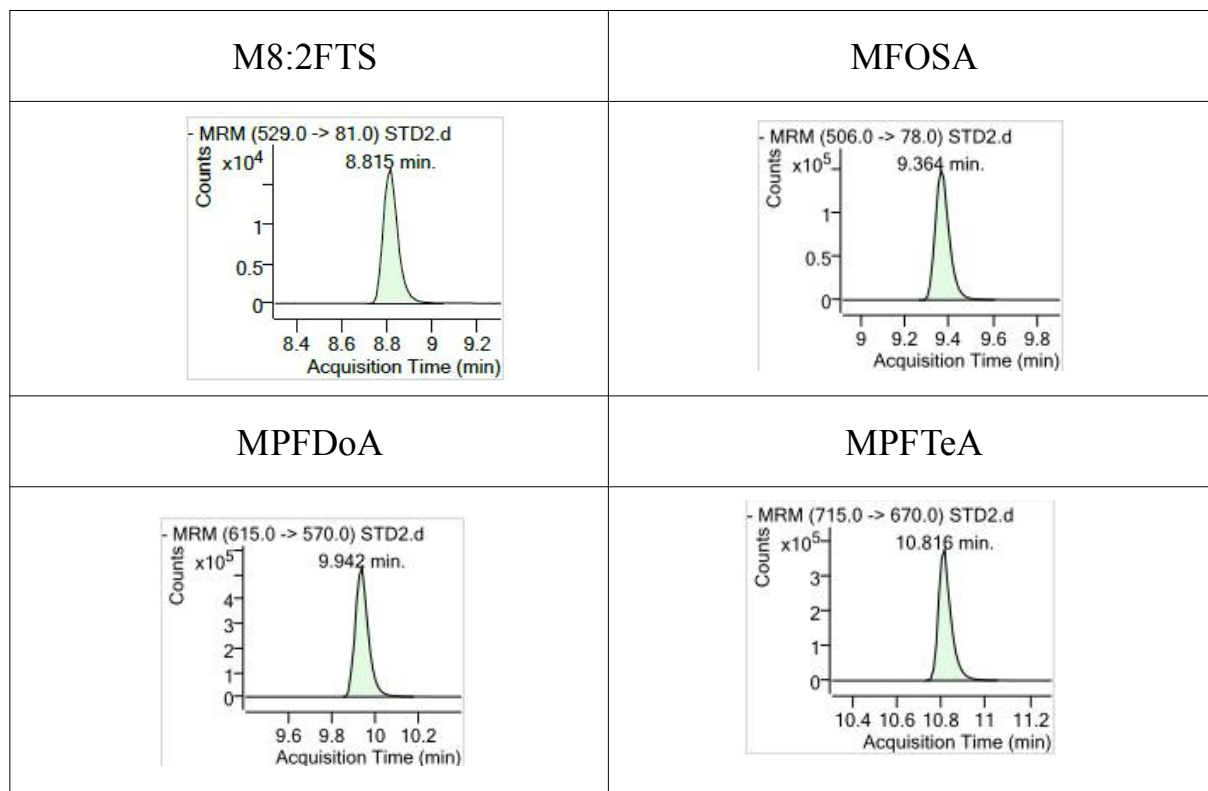
圖一 化合物及內標準品多重反應監測模式(MRM) 前驅/產物離子對之層析圖



圖一 化合物及內標準品多重反應監測模式(MRM) 前驅/產物離子對之層析圖(續)



圖一 化合物及內標準品多重反應監測模式(MRM) 前驅/產物離子對之層析圖(續)



圖一 化合物及內標準品多重反應監測模式(MRM) 前驅/產物離子對之層析圖(續)