

# 半揮發性有機化合物檢測方法—氣相層析串聯式質譜儀法

中華民國 111 年 6 月 15 日環署授檢字第 1117103494 號

自公告日生效

NIEA M806.00B

## 一、方法概要

樣品以超音波萃取或加壓流體萃取等適當萃取法取得萃取液；萃取液經濃縮及定容後，以氣相層析串聯式質譜儀(Gas chromatograph tandem mass spectrometer, GC/MS/MS)檢測半揮發性有機化合物。

## 二、適用範圍

本方法適用於事業廢棄物、土壤及底泥等基質中半揮發性有機化合物，化合物如表一所列，未在表列中的化合物，經驗證後亦可適用。

## 三、干擾

- (一) 當使用的溶劑、試藥、玻璃器皿及其他樣品處理過程中之器材與設備含有污染物時，會產生干擾，其結果可能為單一的污染物波峰或導致總離子圖譜的基線上升；必要時可進行試劑空白分析，以確認其干擾來源。
- (二) 鄰苯二甲酸酯會引起分析上嚴重之干擾，此類污染常源自塑膠器皿，故在採樣及分析過程中，不可使用塑膠器皿。
- (三) 玻璃器皿必須清洗以避免干擾；玻璃器皿使用完畢，以溶劑淋洗，再以清潔劑清洗，最後以自來水、試劑水或適當之有機溶劑淋洗。玻璃器皿晾乾或烘乾（僅限於非定容器皿）後，適當貯放，避免污染。
- (四) 採用殘量級或高純度的試藥及溶劑，有助於減少干擾的問題，必要時，可將溶劑以玻璃蒸餾裝置予以純化。
- (五) 當污染物質與待測物，同時自樣品中被萃出時，將會造成基質干擾，其干擾程度，視樣品來源的不同而有相當大的差異。
- (六) 分析過程如遇到濃度特別高的樣品，可緊隨著分析試劑空白樣品以確認系統是否有跨次污染。

## 四、設備與材料

- (一) 採樣瓶：棕色玻璃材質，附螺旋瓶蓋，瓶蓋內襯為鐵氟龍墊片。若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以避免照光。使用前，玻璃瓶及瓶蓋內襯應事先清洗乾淨，並以丙酮或二氯甲烷淋洗後晾乾，以避免污染。
- (二) 玻璃離心管：附螺旋瓶蓋，50 mL 或其它適當容積。
- (三) 玻璃試管：50 mL 或其它適當容積。
- (四) 丟棄式玻璃滴管。
- (五) 矽膠帽：1 mL 至 2 mL。
- (六) 濃縮裝置：可使用減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮定量裝置、振盪減壓濃縮裝置、離心減壓濃縮裝置或其他相似功能之裝置。
- (七) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。
- (八) 注射針或微量移液管。
- (九) 渦漩混合器(Vortex)。
- (十) 超音波萃取設備：具備最小電功率為 300 W 脈動波之分散器，並具備減低刺耳噪音的裝置。間接傳導式超音波處理 (Cup horn 或 Microplate horn 系統)，使用 2.5 吋探棒(Horn)，樣品容器放置探棒上方但不可碰到探棒，杯(Cup)中要有水才能啟動，或參閱廠商儀器操作手冊。
- (十一) 離心機(Centrifuge)：離心力可達  $900\times g$  以上 (註 1)，具冷卻系統。
- (十二) 加壓流體萃取裝置：使用適當尺寸溶劑萃取管或其他能提供足夠分析績效結果之系統設計。常用之萃取管裝填量有 10 g、20 g、30 g 等容量。萃取管材質為不銹鋼或是其他能維持方法中所需要的壓力材質者。
- (十三) 氮氣及氬氣：純度為 99.999 % 以上，可使用去水、去有機物及去氧裝置淨化之。
- (十四) 氣相層析串聯式質譜儀：

1. 氣相層析儀：具備管端注射及分流／不分流式注射口之完整配備的氣相層析儀分析系統及所有附件配備，包括注射針、層析管柱、氣體、數據處理系統。
2. 串聯式質譜儀：具電子游離化(Electron ionization, EI)離子源，四極柱質譜解析度設定須等於或優於單位質量解析度（能夠分離 1 個質量單位差異的 2 支質譜峰）。

## 五、試劑

- (一) 丙酮：殘量級或同級品。
- (二) 二氯甲烷：殘量級或同級品。
- (三) 無水硫酸鈉：試藥級。
- (四) 銅粒：除硫用，必須使用具有閃亮外觀的銅粒，銅粒表面若有氧化物必須使用稀硝酸去除，並小心移去所有微量的酸，以避免分解分析物。
- (五) 儲備標準溶液：稱取約 10 mg（精稱至 0.1 mg）之已知純度待測物標準品，個別置於 10 mL 量瓶中，以二氯甲烷或適當溶劑溶解後，定容至刻度，貯存於棕色之試藥瓶（瓶蓋須有鐵氟龍內襯）內，置於 -10 °C 以下冷凍保存。在計算儲備標準溶液之濃度時，若該化合物的純度為 96 % 或更高時，則所稱的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。若能購得市售混合標準儲備液且具備藥品追溯證明文件亦可使用。
- (六) 中間標準溶液：將儲備標準溶液以二氯甲烷或適當溶劑稀釋，配製成所需之單一或混合化合物之中間標準溶液。
- (七) 擬似標準品：依檢測項目要求，選用表二中酸性或（及）鹼性擬似標準品或選擇合適擬似標準品，以丙酮或適當溶劑配製擬似標準品儲備溶液。若能購得市售擬似標準儲備液且具備藥品追溯證明文件亦可使用。
- (八) 內標準品：將表二所列之內標準品或依檢測項目選擇適當內標準品，以二氯甲烷或適當溶劑配製內標準品儲備溶液。若能購得市售內標標準儲備液且具備藥品追溯證明文件亦可使用。各化合物對應之內標準品請參考表三。

## 六、採樣與保存

- (一) 採樣方法參考現行公告「事業廢棄物採樣方法(NIEA R118.0) (註2)」、「土壤採樣方法 (NIEA S102.6)」、「底泥採樣方法(NIEA S104.3)」。
- (二) 以乾淨之玻璃採樣瓶收集樣品 200 g 至 500 g，樣品在採集後到萃取前，必須避光冷藏在  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- (三) 所有樣品必須在採集後 14 天內完成萃取，並在萃取後 40 天內完成分析，萃取液裝於密閉玻璃瓶，要避光並儲存於  $-10^{\circ}\text{C}$  以下。

## 七、步驟

### (一) 檢量線製備

1. 以二氯甲烷或適當溶劑稀釋半揮發性有機化合物之中間標準溶液，配製至少 5 種不同濃度之檢量線標準溶液，最低一點標準品的濃度宜與方法定量極限（約為 3 倍方法偵測極限）之濃度相當。每一濃度之檢量線標準溶液，於上機前需添加一定量的內標準品。檢量線之線性相關係數  $r$  應達 0.99 以上。
2. 檢量線確認：檢量線製備完成，應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品（若無第二來源標準品時，至少應使用另一獨立配製之標準品）進行確認，其相對誤差不得超過  $\pm 30\%$ 。

### (二) 樣品前處理

樣品在上機分析前，可參考「事業廢棄物檢測方法總則 (NIEA R101.0)」選擇合適方式進行前處理。

#### 1. 超音波萃取法(可視實際需要適當調整之)

取約 5 g 樣品、適量擬似標準品與無水硫酸鈉均勻混合，形成乾燥的粉狀，置玻璃離心管，加入 20 mL 丙酮／二氯甲烷 (1:1, v/v) 混合溶劑，使用超音波以溶劑萃取三次，以  $900 \times g$  (或以上) 離心 10 分鐘，分開萃液與樣品，將萃液進行除硫及濃縮後分析，或進行淨化後分析，於上機前添加一定量的內標準品。

超音波萃取設備之設定條件包括處理時間及輸出功率，可依樣品的性質待測物的種類自行驗證建立最佳條件，波型選擇建議設在脈動（輸入脈動能量，而非連續能量）；週波效率百分比鈕設定在 50 %（能量輸入和停止的時間，各為 50 %）。

## 2. 加壓流體萃取(可視實際需要適當調整之)

取約 5 g 樣品、適量擬似標準品與無水硫酸鈉均勻混合，形成乾燥的粉狀，置入加壓流體萃取裝置之萃接管內，以丙酮／二氯甲烷(1:1, v/v)混合溶劑，於 100 °C，壓力 1500 psi 下進行萃取，將萃液進行除硫及濃縮後分析，或進行淨化後分析，於上機前添加一定量的內標準品。

### (三) 儀器分析

1. 以氣相層析串聯式質譜儀從事分析前，應先以儀器商建議之校正液(如全氟三丁胺, Perfluorotributylamine, PFTBA)確認儀器之質量解析度、準確度和靈敏度等符合要求。

2. 氣相層析儀分析條件（可視實際需要適當調整之）

(1) 層析管柱：可使用以下管柱或同級品

A. 2 支 15 m（長度）× 0.25 mm（內徑）× 0.25 μm（膜厚）DB-5MS 串接或 30 m（長度）× 0.25 mm（內徑）× 0.25 μm（膜厚）DB-5MS 或同級品。

B. 20 m（長度）× 0.18 mm（內徑）× 0.14 μm（膜厚）DB-EUPAH 或同級品。

C. 20 m（長度）× 0.18 mm（內徑）× 0.18 μm（膜厚）DB-5MS 或同級品。

(2) 注入口：分流或不分流，280 °C。

(3) 載流氣體與流率：氦氣，1.2 mL/min。

(4) 層析管柱升溫程式：可使用以下條件或依實際狀況調整

A. 起始溫度 40 °C 維持 3 分鐘，以每分鐘 10 °C 從 40 °C 升溫至 100 °C，維持 2 分鐘；再以每分鐘 20 °C 從 100 °C 升溫至 300 °C，維持 9 分鐘。

B. 起始溫度 40 °C，以每分鐘 30 °C 從 40 °C 升溫至 320 °C，維持 5 分鐘。

3. 串聯式質譜儀分析條件（可視實際需要適當調整之）

- (1) 傳輸管溫度：280 °C。
- (2) 碰撞氣體：氮氣。
- (3) 離子化模式：電子游離 (70eV)。
- (4) 離子源溫度：280 °C。
- (5) 四極柱溫度：150 °C。
- (6) 監測模式：多重反應監測 (Multiple reaction monitoring, MRM) 模式。

## 八、結果處理

### (一) 定性分析

1. 使用氣相層析串聯質譜系統之多重反應監測模式，前驅 (Precursor ion) / 產物離子 (Product ion) 對如表四所示。每一種待測物監測兩對前驅 / 產物離子對，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。
2. 待測物與標準品的相對滯留時間 (Relative retention time, RRT) 的差異必須在平均值  $\pm 0.06$  RRT (註 3) 或  $\pm 0.03$  分鐘滯留時窗 (Retention time windows) 的時間單位內。

$$RRT = RT_s / RT_{is}$$

$RT_s$ ：待測化合物之滯留時間。

$RT_{is}$ ：對應內標準品之滯留時間。

3. 待測物之兩監測前驅 / 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 (如表五所示)，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。

## (二) 定量分析

由檢量線求得待測化合物之檢出濃度 C，依下列公式計算樣品濃度：

$$\text{樣品濃度 (mg/kg)} = \frac{C \times V \times 10^{-3} \times D}{W} \times \frac{1}{1000}$$

其中

C：由檢量線求得之化合物檢出濃度 (µg/L)

V：定量體積 (mL)

W：樣品取樣量 (kg)

D：稀釋因子，無單位。若未經稀釋，D = 1。

## 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 ± 30 %。
- (二) 空白樣品分析：每批次（當該批樣品少於 20 個時）或每 20 個樣品至少執行 1 個空白分析，空白樣品分析值應小於 2 倍方法偵測極限。
- (三) 重複樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少執行 1 個重複樣品分析。
- (四) 查核樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少執行 1 個查核樣品分析。
- (五) 添加樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少執行 1 個添加樣品分析。
- (六) 內標準品監測：分析前及每 12 小時確認每一個內標準品的滯留時間與檢量線標準溶液中點濃度之內標準品滯留時間比較，差

異應在±0.4%以內，而其離子尖峰面積變異，則應在-50%至+100%之間。

- (七) 擬似標準品回收率：實驗室應評估每個樣品中擬似標準品的回收率，並與本身所建立的品管要求比較，觀察有無異常情況出現。單一實驗室驗證所得擬似標準品回收率列於表六至表八。

#### 十、精密度與準確度

- (一) 表六及表七為單一實驗室以超音波萃取檢測土壤中半揮發性有機化合物查核及添加樣品之精密度及準確度。
- (二) 表八為單一實驗室以加壓流體萃取檢測土壤中半揮發性有機化合物查核樣品之精密度及準確度。

#### 十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，半揮發性有機化合物檢測方法—氣相層析質譜儀法 NIEA M731.02C，中華民國 106 年。
- (二) 行政院環境保護署，超音波萃取法 NIEA M167.01C，中華民國 102 年。
- (三) 行政院環境保護署，加壓流體萃取方法 NIEA M189.01C，中華民國 106 年。
- (四) U.S. EPA. Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Method 8270E, 2018.
- (五) European Commission Decision of 12 August 2002 implementing Council Directive 96/23/EC concerning the performance of analytical methods and the interpretation of results (2002/657/EC), Off. Eur. Commun. L221/8-35, 2002.

註 1：離心力(g)與離心機轉速之關係，如下列公式：

$$\text{離心力(g)} = 1.118 \times (\text{rpm})^2 \times r \times 10^{-5}$$

式中 rpm 為離心機每分鐘轉速、r 為離心機半徑以公分(cm)表示。

註 2：本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以行政院環境保護署最新公

告者為準。

註 3：平均值  $\pm 0.06$  RRT 係指待測物 RRT 之間的誤差必須在 0.06 以內，例如，待測物的 RRT 平均值為 0.92，則樣品分析中待測物峰之 RRT 必須在 0.86 至 0.98 的 RRT 範圍內。

表一 半揮發性有機化合物一覽表

英文名稱	中文名稱	CAS No.
N-Nitrosodimethylamine	N-亞硝基二甲胺	62-75-9
Phenol	酚	108-95-2
Bis(2-chloroethyl) ether	雙-2-氯乙醚	111-44-4
2-Chlorophenol	2-氯酚	95-57-8
1,3-Dichlorobenzene	1,3-二氯苯	541-73-1
1,4-Dichlorobenzene	1,4-二氯苯	106-46-7
1,2-Dichlorobenzene	1,2-二氯苯	95-50-1
2-Methylphenol	2-甲基酚	95-48-7
Bis(2-chloroisopropyl) ether	雙-2-氯異丙基醚	108-60-1
N-Nitroso-di-n-propylamine	N-亞硝基二丙基胺	621-64-7
4-Methylphenol	4-甲基酚	106-44-5
Hexachloroethane	六氯乙烷	67-72-1
Nitrobenzene	硝基苯	98-95-3
Isophorone	異佛爾酮	78-59-1
2-Nitrophenol	2-硝基酚	88-75-5
2,4-Dimethylphenol	2,4-二甲基酚	105-67-9
Bis(2-chloroethoxy)methane	雙-2-氯乙氧基甲烷	111-91-1
Benzoic acid	苯甲酸	65-85-0
2,4-Dichlorophenol	2,4-二氯酚	120-83-2
1,2,4-Trichlorobenzene	1,2,4-三氯苯	120-82-1
Naphthalene	萘	91-20-3
4-Chloroaniline	4-氯苯胺	106-47-8
Hexachlorobutadiene	六氯丁二烯	87-68-3
4-Chloro-3-methylphenol	4-氯-3-甲基酚	59-50-7
2-Methylnaphthalene	2-甲基萘	91-57-6
Hexachlorocyclopentadiene	六氯環戊二烯	77-47-4
2,4,5-Trichlorophenol	2,4,5-三氯酚	95-95-4
2,4,6-Trichlorophenol	2,4,6-三氯酚	1988/6/2
2-Chloronaphthalene	2-氯萘	91-58-7
2-Nitroaniline	2-硝基苯胺	88-74-4
Dimethyl phthalate	鄰苯二甲酸二甲酯	131-11-3
2,6-Dinitrotoluene	2,6-二硝基甲苯	606-20-2
Acenaphthylene	芴烯	208-96-8
3-Nitroaniline	3-硝基苯胺	88-74-4
2,4-Dinitrophenol	2,4-二硝基酚	51-28-5
Acenaphthene	芴	83-32-9
4-Nitrophenol	4-硝基酚	100-02-7

表一 半揮發性有機化合物一覽表 (續)

英文名稱	中文名稱	CAS No.
Dibenzofuran	二苯駢呋喃	132-64-9
2,4-Dinitrotoluene	2,4-二硝基甲苯	121-14-2
Diethyl Phthalate	鄰苯二甲酸二乙酯	84-66-2
Fluorene	芴	86-73-7
4-Chlorophenyl phenyl ether	4-氯苯基苯基醚	7005-72-3
4-Nitroaniline	4-硝基苯胺	100-01-6
4,6-Dinitro-2-methyl-phenol	4,6-二硝基-2-甲基酚	534-52-1
Azobenzene	偶氮苯	103-33-3
4-Bromophenyl phenyl ether	4-溴苯基苯基醚	101-55-3
Hexachlorobenzene	六氯苯	118-74-1
Pentachlorophenol	五氯酚	87-86-5
Phenanthrene	菲	1985/1/8
Anthracene	蒽	120-12-7
Carbazole	咔唑	86-74-8
Di-n-butyl phthalate	鄰苯二甲酸二丁酯	84-74-2
Fluoranthene	苯駢芴	206-44-0
Benzidine	聯苯胺	92-87-5
Pyrene	芘	129-0-0
Bisphenol A	雙酚A	1980/5/7
Dihexyl phthalate	鄰苯二甲酸二己酯	84-75-3
Benzyl butyl phthalate	鄰苯二甲酸丁基苯甲酯	85-68-7
3,3'-Dimethylbenzidine	3,3'-二甲基聯苯胺	119-93-7
Bis(2-ethylhexyl) adipate	己二酸二(2-乙基己基)酯	103-23-1
3,3'-Dichlorobenzidine	3,3'-二氯聯苯胺	91-94-1
Chrysene	蒽	218-01-9
Di(2-ethylhexyl) phthalate	鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	117-81-7
Benzo[a]anthracene	苯(a)苯駢蒽	56-55-3
Dicyclohexyl phthalate	鄰苯二甲酸二環己酯	84-61-7
Di-n-octyl phthalate	鄰苯二甲酸二辛酯	117-84-0
Dibenzyl phthalate	鄰苯二甲酸二苄酯	523-31-9
Benzo[b]fluoranthene	苯(b)苯駢芴	205-99-2
Benzo[k]fluoranthene	苯(k)苯駢芴	207-08-9
Dinonyl phthalate	鄰苯二甲酸二壬酯	84-76-4
Benzo[a]pyrene	苯(a)駢芘	50-32-8
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	茛(1,2,3-cd)芘	193-39-5
Dibenz[a,h]anthracene	二苯(a,h)駢蒽	53-70-3
Benzo[g,h,i]perylene	苯(g,h,i)芘	191-24-2

表二 半揮發性有機化合物之內標準品及擬似標準品

內標準品	酸性半揮發性有機化合物之 擬似標準品	鹼性/中性半揮發性有機化合 物之擬似標準品
Acenaphthene-d <sub>10</sub>	2-Fluorophenol	2-Fluorobiphenyl
Chrysene-d <sub>12</sub>	Phenol-d <sub>6</sub> 、Phenol-d <sub>5</sub>	Nitrobenzene-d <sub>5</sub>
1,4-Dichlorobenzene-d <sub>4</sub>	2,4,6-Tribromophenol	Terphenyl-d <sub>14</sub>
Naphthalene-d <sub>8</sub>		
Perylene-d <sub>12</sub>		
Phenanthrene-d <sub>10</sub>		

表三 半揮發性有機化合物參考對應之內標準品

1,4-Dichlorobenzene-d <sub>4</sub>	Naphthalene-d <sub>8</sub>	Acenaphthene-d <sub>10</sub>
Bis(2-chloroethyl)ether	Benzoic acid	Acenaphthene
Bis(2-chloroisopropyl)ether	Bis(2-chloroethoxy)methane	Acenaphthylene
2-Chlorophenol	4-Chloroaniline	2-Chloronaphthalene
1,3-Dichlorobenzene	4-Chloro-3-methylphenol	4-Chlorophenyl phenyl ether
1,4- Dichlorobenzene	2,4-Dichlorophenol	Dibenzofuran
1,2- Dichlorobenzene	2,4-Dimethylphenol	Diethyl phthalate
2-Fluorophenol (surr.)	Hexachlorobutadiene	Dimethyl phthalate
Hexachloroethane	Isophorone	2,4-Dinitrophenol
2-Methylphenol	2-Methylnaphthalene	2,4-Dinitrotoluene
4-Methylphenol	Naphthalene	2,6-Dinitrotoluene
N-Nitrosodimethylamine	Nitrobenzene	Fluorene
N-Nitroso-di-n-propylamine	Nitrobenzene-d <sub>8</sub> (surr.)	2-Fluorobiphenyl (surr.)
Phenol	2-Nitrophenol	Hexachlorocyclopentadiene
Phenol-d <sub>6</sub> (surr.)	1,2,4-Trichlorobenzene	2-Nitroaniline
		3-Nitroaniline
		4-Nitroaniline
		4-Nitrophenol
		2,4,6-Tribromophenol (surr.)
		2,4,6-Trichlorophenol
		2,4,5-Trichlorophenol
Phenanthrene-d <sub>10</sub>	Chrysene-d <sub>12</sub>	Perylene-d <sub>12</sub>
Anthracene	Benzidine	Benzo[b]fluoranthene
4-Bromophenyl phenyl ether	Benzo[a]anthracene	Benzo[k]fluoranthene
Di-n-butyl phthalate	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	Benzo[g,h,i]perylene
4,6-Dinitro-2-methyl-phenol	Benzyl butyl phthalate	Benzo[a]pyrene
Fluoranthene	Dihexyl phthalate	Dibenz[a,h]anthracene
Hexachlorobenzene	Chrysene	Ideno[1,2,3-cd]pyrene
Pentachlorophenol	3,3'-Dichlorobenzidine	Bis(2-ethylhexyl) adipate
Phenanthrene	3,3'-Dimethylbenzidine	Dicyclohexyl phthalate
Carbazole	Pyrene	Dibenzyl phthalate
	Terphenyl-d <sub>14</sub> (surr.)	Dinonyl phthalate
	Di-n-octyl phthalate	
	Bisphenol A	

表四 待測物滯留時間與監測前驅/產物離子對

化合物名稱	滯留時間* (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量** (eV)
1,4-Dichlorobenzene-d <sub>4</sub> (I.S.)	2.86	150	115	15
		150	78	35
Acenaphthene-d <sub>10</sub> (I.S.)	3.97	136	108	25
		136	84	30
Chrysene-d <sub>12</sub> (I.S.)	5.48	164	162	20
		162	160	25
Naphthalene-d <sub>8</sub> (I.S.)	6.84	188	160	25
		188	158	35
Perylene-d <sub>12</sub> (I.S.)	9.21	240	236	40
		236	232	40
Phenanthrene-d <sub>10</sub> (I.S.)	10.8	264	260	40
		260	256	40
N-Nitrosodimethylamine	1.83	74	43	5
		74	42	15
2-Fluorophenol (surr.)	2.06	112	64	15
		112	63	30
Phenol-d <sub>6</sub> (surr.)	2.75	99	71	15
		99	42	40
Phenol	2.76	94	66	15
		94	65	20
1,3-Dichlorobenzene	2.8	146	111	15
		146	75	30
2-Chlorophenol	2.8	128	64	15
		128	63	30
Bis(2-chloroethyl) ether	2.86	95	65	5
		93	63	5
1,4-Dichlorobenzene	2.87	146	111	15
		146	75	30
Bis(2-chloroisopropyl) ether	3.02	121	45	5
		121	41	20
1,2-Dichlorobenzene	3.03	146	111	15
		146	75	10
Hexachloroethane	3.08	201	166	15
		119	84	35
2-Methylphenol	3.09	108	107	15
		107	77	15

表四 待測物滯留時間與監測前驅/產物離子對 (續)

化合物名稱	滯留時間* (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量** (eV)
N-Nitroso-di-n-propylamine	3.24	70	43	5
		70	41	15
4-Methylphenol	3.26	108	107	15
		107	77	15
Isophorone	3.54	138	82	5
		82	53	20
Nitrobenzene-d <sub>5</sub> (surr.)	3.55	128	98	10
		128	82	10
Nitrobenzene	3.57	123	77	10
		77	51	15
2,4-Dimethylphenol	3.64	121	77	15
		107	77	15
Hexachlorobutadiene	3.69	227	192	15
		225	190	15
2-Nitrophenol	3.73	139	109	5
		139	81	15
1,2,4-Trichlorobenzene	3.77	180	145	15
		180	109	30
Bis(2-chloroethoxy)methane	3.77	95	65	5
		93	63	5
2,4-Dichlorophenol	3.78	164	63	30
		162	63	30
Benzoic acid	3.8	122	107	15
		77	51	15
Naphthalene	4	128	102	20
		128	78	20
4-Chloroaniline	4.25	127	92	15
		127	65	20
Hexachlorocyclopentadiene	4.33	235	141	35
		235	117	35
4-Chloro-3-methylphenol	4.43	142	107	15
		107	77	15
2-Methylnaphthalene	4.49	142	141	15
		141	115	20
2,4,6-Trichlorophenol	4.71	198	97	30
		196	97	30

表四 待測物滯留時間與監測前驅/產物離子對 (續)

化合物名稱	滯留時間* (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量** (eV)
2,4,5-Trichlorophenol	4.73	198	97	25
		196	97	25
2-Fluorobiphenyl (surr.)	4.82	172	171	15
		172	170	35
2-Chloronaphthalene	4.94	162	127	20
		162	77	35
2-Nitroaniline	5.41	138	92	15
		138	65	25
Acenaphthylene	5.42	152	126	30
		152	102	30
Dimethyl phthalate	5.43	163	92	30
		163	77	20
Acenaphthene	5.52	153	127	30
		152	126	30
2,4-Dinitrophenol	5.57	154	153	20
		154	152	40
2,6-Dinitrotoluene	5.58	165	90	15
		165	63	25
Dibenzofuran	5.61	168	139	25
		139	63	35
4-Nitrophenol	5.79	139	109	5
		109	81	10
3-Nitroaniline	5.81	138	92	15
		92	65	5
4-Chlorophenyl phenyl ether	5.84	204	77	30
		141	115	20
2,4-Dinitrotoluene	5.85	165	119	5
		165	63	45
Diethyl Phthalate	5.89	149	93	15
		149	65	20
Fluorene	5.93	166	165	15
		165	163	35
Azobenzene	6.02	105	77	5
		77	51	15
4,6-dinitro-2-methyl-phenol	6.11	198	121	10
		198	53	30

表四 待測物滯留時間與監測前驅/產物離子對 (續)

化合物名稱	滯留時間* (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量** (eV)
2,4,6-Tribromophenol (surr.)	6.2	330	141	40
		141	62	25
Hexachlorobenzene	6.23	284	214	30
		249	214	15
4-Bromophenyl phenyl ether	6.3	250	141	20
		248	141	20
4-Nitroaniline	6.43	138	108	5
		108	80	15
Pentachlorophenol	6.54	266	167	25
		165	130	25
Phenanthrene	6.85	178	152	25
		176	150	25
Anthracene	6.87	178	152	25
		178	151	30
Di-n-butyl phthalate	7.07	149	121	15
		149	65	25
Carbazole	7.1	167	166	25
		167	139	40
Bis(2-ethylhexyl) adipate	7.86	129	59	20
		129	55	20
Fluoranthene	7.9	202	152	30
		201	200	15
Benzidine	8.09	184	183	20
		184	156	30
Dihexyl phthalate	8.12	149	93	20
		149	65	25
Bisphenol A	8.13	213	119	20
		213	91	35
p-Terphenyl-d <sub>14</sub> (surr.)	8.13	244	242	25
		244	240	35
Pyrene	8.15	202	151	40
		201	200	15
Di(2-ethylhexyl) phthalate	8.53	167	149	5
		167	65	35
Benzyl butyl phthalate	8.55	206	149	5
		91	65	15

表四 待測物滯留時間與監測前驅/產物離子對 (續)

0.00	滯留時間* (min)	前驅離子 (m/z)	產物離子 (m/z)	碰撞能量** (eV)
3,3-Dimethylbenzidine	8.89	212	211	10
			196	15
Dicyclohexyl phthalate	8.99	149	93	20
		149	65	25
Di-n-octyl phthalate	9.05	149	93	20
		149	65	25
Benzo[a]anthracene	9.16	228	226	30
		226	224	35
Chrysene	9.23	228	226	30
		113	112	10
3,3'-Dichlorobenzidine	9.31	252	182	30
		252	181	35
Dinonyl phthalate	9.49	149	93	20
		149	65	25
Dibenzyl phthalate	9.95	107	79	10
		91	65	15
Benzo[b]fluoranthene	10.18	252	250	35
		126	113	10
Benzo[k]fluoranthene	10.21	252	250	30
		126	113	10
Benzo[a]pyrene	10.69	252	250	35
		125	124	10
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	12.4	138	137	10
		137	136	15
Dibenz[a,h]anthracene	12.44	278	276	35
		139	138	10
Benzo[g,h,i]perylene	13.11	276	274	40
		138	137	15

\*使用層析管柱為 20 m (長度) × 0.18 mm (內徑) × 0.14 μm (膜厚) DB-EUPAH, 滯留時間供參考。

\*\*碰撞能量: 可依實際需要適當調整之。

表五 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 超音波萃取法查核樣品之精密度與準確度

化合物名稱	回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
N-Nitrosodimethylamine	66.4	5.9	9
2-Fluorophenol (surr.)	72.0	5.1	9
Phenol-d6 (surr.)	77.9	7.1	9
Phenol	75.4	5.6	9
1,3-Dichlorobenzene	66.7	5.7	9
2-Chlorophenol	71.2	4.8	9
Bis(2-chloroethyl) ether	71.5	6.7	9
1,4-Dichlorobenzene	66.9	5.7	9
Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	71.3	7.3	9
Bis(2-chloroisopropyl) ether	70.3	6.5	9
1,2-Dichlorobenzene	68.5	6.0	9
Hexachloroethane	69.3	6.0	9
2-Methylphenol	51.9	17	9
Benzyl alcohol	51.1	17	9
N-Nitroso-di-n-propylamine	73.0	7.0	9
4-Methylphenol	58.0	15	9
Isophorone	74.5	8.7	9
Nitrobenzene-d5 (surr.)	76.8	7.1	9
Nitrobenzene	74.2	6.6	9
Hexachlorobutadiene	70.3	6.9	9
2-Nitrophenol	80.0	8.9	9
1,2,4-Trichlorobenzene	70.3	6.8	9
2,4-Dichlorophenol	73.2	4.8	9
Bis(2-chloroethoxy)methane	75.9	7.7	9
Naphthalene	71.4	6.8	9
4-Chloroaniline	67.5	5.8	9
Hexachlorocyclopentadiene	64.3	7.3	9
4-Chloro-3-methylphenol	75.0	4.2	9
2-Methylnaphthalene	71.1	7.1	9
2,4,6-Trichlorophenol	64.2	10	9
2,4,5-Trichlorophenol	78.0	6.8	9
2-Fluorobiphenyl (surr.)	72.8	6.8	9
2-Chloronaphthalene	71.7	6.6	9
2-Nitroaniline	79.2	6.3	9
Acenaphthylene	71.5	6.6	9
Dimethyl phthalate	76.7	8.9	9

表六 超音波萃取法查核樣品之精密度與準確度 (續)

化合物名稱	回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
2,4-Dinitrophenol	71.9	6.8	9
Acenaphthene	71.1	6.5	9
2,6-Dinitrotoluene	76.9	6.2	9
Dibenzofuran	72.2	7.0	9
4-Nitrophenol	88.4	8.9	9
3-Nitroaniline	78.9	5.2	9
4-Chlorophenyl phenyl ether	72.2	6.1	9
2,4-Dinitrotoluene	78.2	5.7	9
Diethyl Phthalate	89.1	7.1	8
Fluorene	72.1	6.6	9
Azobenzene	72.5	6.0	9
2-methyl-4,6-dinitrophenol	104	14	7
2,4,6-Tribromophenol (surr.)	72.7	12	6
Hexachlorobenzene	74.2	4.9	9
4-Bromophenyl phenyl ether	73.5	4.9	9
4-Nitroaniline	83.7	4.7	9
Pentachlorophenol	72.0	7.4	9
Phenanthrene	77.7	4.5	9
Anthracene	75.9	6.2	9
Di-n-butyl phthalate	97.7	6.0	8
Carbazole	86.9	4.6	9
Bis(2-ethylhexyl) adipate	91.2	5.6	9
Fluoranthene	85.4	3.4	9
Dihexyl phthalate	89.0	5.0	9
Benzidine	83.2	5.0	9
p-Terphenyl-d14 (surr.)	83.4	5.2	9
Pyrene	79.3	4.7	9
Bisphenol A	56.8	19	9
Di(2-ethylhexyl) phthalate	98.9	7.4	8
Benzyl butyl phthalate	83.7	7.8	9
Dicyclohexyl phthalate	83.6	4.9	9
Di-n-octyl phthalate	83.3	5.2	9
Benzo[a]anthracene	90.6	3.8	9
Chrysene	90.3	6.1	9
3,3-Dichlorobenzidine	69.4	7.3	9
Dinonyl phthalate	92.9	5.8	9

表六 超音波萃取法查核樣品之精密度與準確度 (續)

化合物名稱	回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
Dibenzyl phthalate	88.6	4.1	9
Benzo[b]fluoranthene	86.7	4.0	9
Benzo[k]fluoranthene	87.8	4.1	9
Benzo[a]pyrene	87.7	3.9	9
Dibenz[a,h]anthracene	84.5	4.7	9
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	84.8	5.1	9
Benzo[g,h,i]perylene	84.8	4.9	9

註：查核樣品濃度為 0.04 µg/g

表七 超音波萃取法添加樣品之精密度與準確度

化合物名稱	回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
N-Nitrosodimethylamine	69.3	7.8	13
2-Fluorophenol (surr.)	80.6	9.7	13
Phenol-d6 (surr.)	87.4	9.0	13
Phenol	84.7	14	13
1,3-Dichlorobenzene	67.0	8.1	13
2-Chlorophenol	81.6	9.4	13
Bis(2-chloroethyl) ether	71.1	8.6	13
1,4-Dichlorobenzene	66.4	8.2	13
Bis(2-chloro-1-methylethyl) ether	72.2	8.9	13
Bis(2-chloroisopropyl) ether	66.5	8.2	13
1,2-Dichlorobenzene	68.1	8.2	13
Hexachloroethane	73.8	12	13
2-Methylphenol	84.5	10	13
Benzyl alcohol	85.2	10	13
N-Nitroso-di-n-propylamine	77.1	9.4	13
4-Methylphenol	91.6	11	11
Isophorone	84.0	9.1	13
Nitrobenzene-d5 (surr.)	81.1	9.8	13
Nitrobenzene	75.0	9.1	13
2,4-Dimethylphenol	87.2	12	12
Benzoic acid	86.5	12	12
Hexachlorobutadiene	70.4	8.1	13
2-Nitrophenol	78.0	18	13
1,2,4-Trichlorobenzene	70.6	8.2	13
2,4-Dichlorophenol	98.8	14	13
Bis(2-chloroethoxy)methane	77.0	8.7	13
Naphthalene	74.6	12	13
4-Chloroaniline	63.6	16	13
4-Chloro-3-methylphenol	117	9.5	13
2-Methylnaphthalene	77.2	13	13
2,4,6-Trichlorophenol	114	13	12
2,4,5-Trichlorophenol	98.5	14	12
2-Fluorobiphenyl (surr.)	70.8	6.8	13
2-Chloronaphthalene	70.0	6.6	13
2-Nitroaniline	105	7.5	13
Acenaphthylene	81.1	17	13

表七 超音波萃取法添加樣品之精密度與準確度 (續)

Dimethyl phthalate	89.4	5.6	13
2,4-Dinitrophenol	76.7	7.1	13
Acenaphthene	71.2	6.9	13
2,6-Dinitrotoluene	93.1	7.4	13
Dibenzofuran	76.0	6.8	13
3-Nitroaniline	93.8	12	13
4-Chlorophenyl phenyl ether	81.1	7.2	13
2,4-Dinitrotoluene	101	7.6	13
Diethyl Phthalate	90.5	18	11
Fluorene	83.7	7.0	13
Azobenzene	89.7	8.3	13
2-methyl-4,6-dinitrophenol	73.9	22	11
2,4,6-Tribromophenol (surr.)	112	19	8
Hexachlorobenzene	70.2	5.4	13
4-Bromophenyl phenyl ether	77.4	5.8	13
4-Nitroaniline	99.6	10	13
Pentachlorophenol	81.1	17	9
Phenanthrene	98.2	20	13
Anthracene	85.8	14	13
Di-n-butyl phthalate	138	13	11
Carbazole	108	8.0	13
Fluoranthene	108	13	12
Benzidine	86.0	7.5	13
p-Terphenyl-d14 (surr.)	88.1	6.6	13
Pyrene	83.6	10	12
Benzyl butyl phthalate	125	11	11
Benzo[a]anthracene	95.9	16	13
Chrysene	96.2	25	13
3,3-Dichlorobenzidine	107	13	13
Dibenzyl phthalate	169	18	13
Benzo[b]fluoranthene	86.8	10	10
Benzo[k]fluoranthene	72.3	11	11
Benzo[a]pyrene	89.1	13	10
Dibenz[a,h]anthracene	101	11	10
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	97.4	13	10
Benzo[g,h,i]perylene	90.2	15	10

註：添加樣品濃度為 0.04 µg/g

表八 加壓流體萃取法查核樣品之精密度與準確度

化合物名稱	回收率 (%)	標準偏差 (%)	分析次數
N-Nitrosodimethylamine	69.2	5.5	6
2-Fluorophenol(surr.)	75.9	10	6
Phenol-D6(surr.)	63.7	10	6
Phenol	76.1	10	6
Bis(2-chloroethyl) ether	74.3	9.4	6
2-Chlorophenol	86.7	9.5	6
1,3-Dichlorobenzene	73.1	7.6	6
1,4-Dichlorobenzene	74.2	8.5	6
1,2-Dichlorobenzene	76.9	9.8	6
2-Methylphenol	82.3	9.2	6
Bis(2-chloroisopropyl) ether	70.6	8.5	6
N-Nitroso-di-n-propylamine	87.6	7.0	6
4-Methylphenol	94.0	4.8	6
Hexachloroethane	86.7	6.2	6
Nitrobenzene-D5(surr.)	81.0	7.9	6
Nitrobenzene	85.9	8.0	6
Isophorone	79.6	8.8	6
2-Nitrophenol	92.2	10	6
Bis(2-chloroethoxy)methane	70.1	11	6
2,4-Dichlorophenol	104	1.4	6
1,2,4-Trichlorobenzene	73.4	9.4	6
Naphthalene	78.3	8.8	6
4-Chloroaniline	74.3	5.1	6
Hexachlorobutadiene	63.3	8.6	6
4-Chloro-3-methylphenol	62.8	13	6
2-Methylnaphthalene	62.2	8.9	6
Hexachlorocyclopentadiene	91.2	4.6	6
2,4,5-Trichlorophenol	79.3	3.6	6
2,4,6-Trichlorophenol	92.2	3.3	6
2-Fluorobiphenyl(surr.)	77.0	2.7	6
2-Chloronaphthalene	70.7	7.7	6
2-Nitroaniline	77.8	8.5	6
Dimethyl phthalate	76.6	14	6
2,6-Dinitrotoluene	83.3	6.2	6
Acenaphthylene	78.3	8.4	6
3-Nitroaniline	81.7	3.3	6

表八 加壓流體萃取法查核樣品之精密度與準確度 (續)

Acenaphthene	71.1	9.9	6
2,4-Dinitrophenol	72.6	5.2	6
Dibenzofuran	79.5	8.0	6
2,4-Dinitrotoluene	75.3	6.7	6
4-Nitrophenol	85.8	3.5	6
Fluorene	72.5	9.7	6
4-Chlorophenyl phenyl ether	68.0	7.7	6
4-Nitroaniline	76.8	4.4	6
Azobenzene	71.7	10	6
2,4,6-Tribromophenol(surr.)	95.7	3.1	6
4-Bromophenyl phenyl ether	71.9	8.5	6
Hexachlorobenzene	70.8	6.9	6
Pentachlorophenol	81.4	6.0	6
Phenanthrene	74.9	11	6
Anthracene	75.4	9.9	6
Carbazole	76.5	10	6
Di-n-butyl phthalate	78.3	18	6
Fluoranthene	75.7	10	6
Pyrene	73.1	10	6
p-Terphenyl-d14(surr.)	76.9	9.4	6
Dihexyl phthalate	81.0	20	6
Benzyl butyl phthalate	81.5	10	6
Bis(2-ethylhexyl) adipate	66.9	13	6
3,3-Dichlorobenzidine	87.9	4.9	6
Chrysene	73.1	5.8	6
Benzo[a]anthracene	80.8	8.5	6
Benzo[b]fluoranthene	73.0	10	6
Benzo[k]fluoranthene	79.4	8.5	6
Benzo[a]pyrene	78.0	7.4	6
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	80.9	5.0	6
Dibenz[a,h]anthracene	71.0	6.9	6
Benzo[g,h,i]perylene	83.7	6.8	6

註：查核樣品濃度為 0.04 µg/g