

事業廢棄物萃出液中半揮發性有機物檢測方法－氣相層析質譜儀偵測法

中華民國 105 年 11 月 22 日環署檢字第 1050093861 號公告
自中華民國 106 年 3 月 15 日生效
NIEA R814.12B

一、方法概要

事業廢棄物樣品經過毒性特性溶出程序（NIEA R201）後，其萃出液以二氯甲烷萃取，其萃液去水濃縮定量後，注入氣相層析質譜儀，以每個化合物的相對滯留時間及尖峰特定質譜強度檢測樣品中待測化合物的含量。

二、適用範圍

本方法適用於檢測廢棄物萃出液中的吡啶（Pyridine）、鄰-，間-，對-甲酚（*o*-, *m*-, *p*-Methylphenols）、六氯乙烷（Hexachloroethane）、六氯丁二烯（Hexachlorobutadiene）、2,4,5-三氯酚（2,4,5-Trichlorophenol）、2,4,6-三氯酚（2,4,6-Trichlorophenol）、六氯苯（Hexachlorobenzene）、五氯酚（Pentachlorophenol）、硝基苯（Nitrobenzene）及 2,4-二硝基甲苯（2,4-Dinitrotoluene）等化合物（如表一所列），其他半揮發性有機化合物經驗證符合品保品管規範亦可適用。

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，為確保試藥或溶劑之適用性，必須執行空白試驗。
- （二）玻璃器皿必須清洗以避免干擾；玻璃器皿使用完畢，應立即以溶劑淋洗，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，晾乾後以鋁箔紙封口，放置於乾淨地點，避免污染。

四、設備與材料

- （一）採樣瓶：1 L，棕色玻璃製，附內襯為鐵氟龍墊片之螺旋瓶蓋；若使用無色玻璃瓶，可以鋁箔紙包於瓶外，以遮蔽光線。
- （二）分液漏斗：玻璃材質，1000 mL，附鐵氟龍活栓，活栓不得使用潤滑油脂。

- (三) 漏斗：熔板漏斗或一般漏斗，玻璃製。
- (四) 濃縮裝置：可使用 K. D. (Kuderna- Danish) 濃縮裝置、減壓濃縮裝置、加熱減壓吹氮濃縮裝置、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。
- (五) 氮氣吹除裝置。
- (六) 水浴裝置：可加熱至 65°C，溫度控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以內者。
- (七) 量瓶：10 mL、25 mL、50 mL，硼矽玻璃製附鐵氟龍瓶蓋。
- (八) 圓底燒瓶：300 mL、500 mL，硼矽玻璃製附鐵氟龍瓶蓋。
- (九) 天平：可精秤至 0.1 mg。
- (十) 微量注射器：10、25、50、100、250 μL 等。
- (十一) 氮氣及氬氣：純度為 99.999% 以上。
- (十二) 氣相層析質譜儀
 - 1. 氣相層析儀 - 具設定昇溫程式功能之氣相層析儀，以及其它必須之附件，如注射針、層析管柱及氣體等的完整分析系統。
 - 2. 層析管柱：30 m (長度) \times 0.25 mm (內徑) \times 1 μm (膜厚) 的 DB-5 MS 毛細管柱或同級品。
 - 3. 質譜儀：每 1 秒或更短時間內可由質量 35 amu 掃描至 500 amu，使用 EI 方式離子化，標準電子能量為 70 eV。
 - 4. 數據處理系統：可持續在整個層析過程中，收集並儲存所有質譜資料之電腦系統。此電腦系統應具有可自任何層析質譜資料檔案中搜尋特定離子，並以離子強度對時間或掃描數繪出圖譜的功能，此種圖譜稱為 Extracted ion current profile (EICP)；此外，系統還需具備適當的軟體進行積分。
- (十三) pH 計或 pH 試紙：pH 範圍須包括所需之萃取 pH 範圍。
- (十四) 除水裝置：無水硫酸鈉去水玻璃管柱、GoreTeX 除水膜；或其他相似具除水功能之材料或裝置。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有機化合物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。

- (二) 二氯甲烷、甲醇：殘量級或同級品，視需要以玻璃器皿蒸餾保存之。
- (三) 無水硫酸鈉 (Anhydrous Na_2SO_4)：殘量級。
- (四) 氫氧化鈉溶液 (10 M)：先以少量不含有機物的試劑水溶解 40 g 氫氧化鈉後定容至 100 mL。其他濃度之氫氧化鈉溶液亦可被用來調整樣品 pH 值，所添加體積須小於樣品總體積之 1%。
- (五) 硫酸溶液 (1:1 v/v)：緩慢加入 50 mL 硫酸 (比重 1.84) 於 50 mL 不含有機物之試劑水中。其他濃度之硫酸溶液亦可被用來調整樣品 pH 值，所添加體積須小於樣品總體積之 1%。
- (六) 化合物標準品：分析試藥級或同級品，純度 98% 以上，附純度證明文件。
- (七) 儲備標準溶液：分別稱取約 50 mg (精確稱至 0.1 mg) 待測化合物標準品，置於 10 mL 之量瓶，分別以二氯甲烷溶解後，稀釋至刻度，計算其濃度。貯存於棕色之試藥瓶 (瓶蓋需有鐵氟龍內襯)，冷凍保存於 -10°C 以下，本儲備標準溶液應至少每年配製 1 次。或使用市售可追溯濃度證明文件之標準溶液。
- (八) 內標準品溶液：購買或配製含 1,4-二氯苯- d_4 (1,4-Dichlorobenzene- d_4)、萘- d_8 (Naphthalene- d_8)、芴- d_{10} (Acenaphthene- d_{10}) 及菲- d_{10} (Phenanthrene- d_{10}) 的內標準品溶液，此溶液以二氯甲烷配製，濃度約為 4000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。檢量標準溶液及樣品上機前，每 1 mL 添加 10 μL 的內標準溶液。
- (九) 儲備擬似標準品溶液：購買或配製含酚- d_6 (Phenol- d_6)、2-氟酚 (2-Fluorophenol)、2,4,6-三溴酚 (2,4,6-Tribromophenol)、硝基苯- d_5 (Nitrobenzene- d_5)、2-氟聯苯 (2-Fluorobiphenyl) 及三聯苯- d_{14} (Terphenyl- d_{14}) 的擬似標準品溶液。此溶液以二氯甲烷配製，濃度在 1000 至 2000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之間。
- (十) 擬似標準品溶液：將儲備擬似標準溶液以甲醇或丙酮稀釋至適當濃度，此溶液應在樣品前處理之前添加於每一空白樣品、真實樣品、品管樣品中，添加量視需要而定，最後萃液中濃度為 25 至 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 為適當。

(十一) 添加標準品溶液：量取適量待測物的儲備標準溶液，混合於量瓶內，再以甲醇或丙酮稀釋到適當濃度（約 50 至 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）。

(十二) 質譜儀校正標準品溶液：以二氯甲烷配製 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的十氟三苯基磷（Decafluorotriphenylphosphine, DFTPP）溶液。

六、採樣與保存

參考「事業廢棄物毒性特性溶出程序（NIEA R201）」之第六節。以乾淨之玻璃瓶收集廢棄物萃出液約 1 至 2 L，收集之樣品需冷藏在 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ ，並於 14 天內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。

七、步驟

(一) 萃出液萃取

若萃出液判定屬非水相液態，可參考「土壤、底泥及事業廢棄物中半揮發性／非揮發性有機物檢測樣品製備方法總則（NIEA M151）」，依樣品型態執行檢測。

1. 正確量取事業廢棄物萃出液樣品約 500 mL，置於 1 L 的分液漏斗中，加入適量的擬似標準品溶液。若欲以此樣品作添加及添加重覆，則需另外再取樣品 500 mL 各一，分別加入適量的添加標準品溶液及擬似標準品溶液。

2. 調整酸鹼度並進行萃取：萃取時調 pH 次序可對調以達到酸、鹼雜質較佳的分離效果，過度調整 pH 可能造成部分成分流失。以下為敘述先調酸後調鹼程序。

(1) 以適量之硫酸溶液調整事業廢棄物萃出液樣品的 pH 值約至 2，加入 40 mL 的二氯甲烷至分液漏斗中，並劇烈搖盪，萃取約 2 分鐘後，將萃液（二氯甲烷層）由底部放出，收集至三角瓶內；在搖盪過程，應偶爾將分液漏斗的活栓打開，釋放漏斗內的二氯甲烷蒸氣。重複上述步驟二次（一共萃取三次），將所有萃液收集於同一三角瓶內（此為酸性半揮發性有機化合物之萃液）。

(2) 剩餘之水層再以氫氧化鈉溶液調整 pH 值約至 12，加入 40 mL 的二氯甲烷至分液漏斗中，並劇烈搖盪，萃取約 2 分鐘後，將萃液（二氯甲烷層）收集至三角瓶內，重複萃

取步驟二次，合併收集萃液於三角瓶中（此為鹼性/中性半揮發性有機化合物之萃液）。

- 3.除水裝置除水：酸性有機化合物之萃液與鹼性/中性有機化合物之萃液分別除水後合併萃液於濃縮瓶，或合併酸鹼萃液後再除水。
- 4.事業廢棄物萃出液樣品萃取及除水完成後之萃液，以適當濃縮裝置濃縮萃液至適當體積，再以二氯甲烷定容到 1 mL，若此樣品不立即分析，則須冷藏保存。

(二) 萃液淨化（選擇性）：上機分析前，可視狀況需要，可參考「半揮發性有機物檢測方法—毛細管柱氣相層析質譜儀法（NIEA M731）」將萃液加以淨化。

(三) 建立檢量線

- 1.分別精取適量之上述待測化合物之儲備標準溶液，混合置於量瓶中，以二氯甲烷配製至少五種不同濃度之標準溶液，並添加適量的內標準品，標準溶液濃度之一應接近化合物之方法偵測極限，另一濃度應與儀器適當操作濃度之上限或真實樣品濃度範圍相近。每一濃度的標準品溶液中也必須含有相同濃度的六個擬似標準品。
- 2.調整適當之儀器條件，以微量注射器注射 50 ng DFTPP 進入氣相層析質譜儀中，所得質譜必需符合表二的要求才能進行檢量線的建立及樣品分析工作。
- 3.確認質譜儀調整校正合乎要求後，將配製完成不同濃度的檢量線標準品溶液，注入氣相層析質譜儀分析，各化合物滯留時間參考如表三。所有標準品溶液均應在 DFTPP 注射後 12 個小時內分析完成。分析條件如下，可依實際需要適當調整：

烘箱起始溫度：35°C 維持 3 分鐘

烘箱升溫過程：每分鐘以 8°C 升溫到 150°C，然後再以每分鐘 15°C 升到 300°C 後，維持 12 分鐘

注射口溫度：280°C

傳輸管溫度：280°C

氣體及流速：高純度氮氣每分鐘流速為 1 mL

樣品注入量：1 至 2 μL

注入方法：注入時不分流，注入後 0.6 分鐘再分流
(Splitless-split injection)

分流比率：1 比 35

質譜掃瞄範圍：35 至 500 amu

掃瞄速率：每秒 1.6 次

離子化方式：電子撞擊法 (EI)

4. 分析完成後，依照表四各化合物定量離子與表五內標準品及其對應的化合物，以下列公式計算各化合物在不同濃度中的感應因子 (Response Factor, RF)。

$$RF = (A_x C_{is}) / (A_{is} C_x)$$

其中

A_x ：化合物定量離子尖峰面積

A_{is} ：對應之內標準品定量離子尖峰面積

C_x ：化合物在溶液中的濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

C_{is} ：內標準品在溶液中的濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

由上述求得之 RF 再算出每一化合物的平均感應因子 (\overline{RF})，RF 值相對偏差 (SD) 及相對標準偏差 (RSD%)，其算法如下：

$$\overline{RF} = \frac{\sum_{i=1}^n RF_i}{n}$$

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

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

線性：若每一化合物之 RSD% 小於 25% 則其相對感應因子在其校正濃度範圍內可視為常數，如此可用平均感應因子進行定量。若某一化合物之 RSD% 大於 25%，則以訊號比 (A_x/A_{is}) 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 0.99，使其定量時誤差最小。

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）進行分析作確認，其相對誤差需小於 20%。如果無法達到上述需求，則應檢查氣相層析質譜儀，找出問題來源，解決問題後，重新建立檢量線，直到符合要求為止。

- (四) 每日檢量線查核分析每次分析樣品之前，均應注入 50 ng 之 DFTPP 於氣相層析質譜儀內，確認其質譜符合規格（表二），在分析樣品過程中，此一步驟至少每隔 12 小時須重複一次。確認 DFTPP 質譜符合要求後，即可檢校起始檢量線的續用性，其方法是將 50 ng 的待測物注入氣相層析質譜儀，待分析結束，以上述方法計算每一化合物的感應因子 (RF_c)，再以下列公式計算其偏差度 (D%)。

$$D(\%) = \frac{\overline{RF} - RF_c}{\overline{RF}} \times 100$$

其中

\overline{RF} ：化合物在檢量線建立時的平均感應因子

RF_c ：化合物在查核分析時的感應因子

每一待測物的偏差度均小於 20%（五氯酚小於 25%），則檢量線仍然適用。在分析過程中，此一查核步驟，亦至少須每隔 12 小時重複一次。

- (五) 樣品分析

1. 量取部分經濃縮後的樣品萃液，加入適量的內標準品溶液，使內標準品在樣品中的濃度和在檢量線標準品中相同。

2. 使用與檢量線查核分析時相同的儀器條件來分析配製好的萃取出液樣品。如果待測物在萃液中的濃度超出了檢量線範圍，則必須將樣品稀釋，稀釋倍數的選取以使稀釋後的分析結果能在檢量線濃度範圍內且接近中間濃度為佳。

八、結果處理

(一) 定性分析

樣品與標準品之特性離子圖譜比較，須符合下列條件：

1. 同一化合物各特性離子，必須在同一掃描或正負一個掃描之下強度達到最大值。
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 ± 0.06 RRT 以內。

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

其中

RT_x ：待測物滯留時間

RT_{is} ：相對應內標準品滯留時間

3. 各特性離子的相對強度，必須與參考質譜的相對強度差異在 $\pm 30\%$ 以內。參考質譜可取自此氣相層析質譜所分析之標準品或參考資料庫。

(二) 定量分析

當確認一化合物後，可用化合物之主要特性離子積分定量，如果主要特性離子在樣品中遭受干擾，可採用次要特性離子來定量。待測物濃度計算方式如下：

1. RSD% 小於 25% 時，使用內標準法定量：

$$\text{濃度} (\mu\text{g/L}) = \frac{(A_x)(C_{is})(V_{ex})}{(A_{is})(\overline{RF})(V_o)}$$

其中

A_x = 待測化合物特性離子之感應訊號

A_{is} = 內標準品特性離子之感應訊號

C_{is} = 內標準品之濃度 (mg/L)

V_o = 萃出液之體積 (L)

V_{ex} = 定容體積 (mL)

\overline{RF} = 平均感應因子

2. RSD% 大於 25% 時，使用一次或高次迴歸之曲線定量（其相關係數需大於或等於 0.99）：

$$\text{濃度}(\mu\text{g/L}) = \frac{(C_{ex})(V_{ex})}{(V_o)}$$

其中：

C_{ex} = 一次或高次迴歸曲線計算出之萃液濃度 (mg/L)

V_o = 萃出液之體積 (L)

V_{ex} = 定容體積 (mL)

九、品質管制

(一) 儀器調整及校正：層析質譜儀必須能達到第七節所述對 DFTPP 及各待測物的品管要求。

(二) 品管樣品分析：分析樣品時，應伴隨做品管樣品並監測擬似標準品的回收以及內標準品的變化。

1. 空白樣品分析：在處理任何樣品，必須先以試劑水做 1 個方法空白，其處理過程必須和樣品一樣，以確認分析系統、玻璃器皿、試藥、溶劑均無污染，方法空白每 1 批次或每 10 個樣品應執行 1 個。

2. 內標準品監測：在同一 12 小時批次內，樣品中每 1 個內標準品的定量離子尖峰面積應在 50 至 200%。

3. 查核樣品分析：以空白萃出液為基質，加入適量的標準溶液及擬似標準溶液，計算其回收率；查核樣品分析的頻率和添

加樣品相同；當添加樣品的結果顯示有基質影響時，查核樣品的回收率可作為實驗室分析能力的依據。

4. 擬似標準品的回收率：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。

5. 添加樣品分析：添加適量的標準溶液或擬似標準溶液到萃出液樣品中，其頻率每 1 批次或每 10 個樣品中應做 1 個樣品添加及添加重複，計算待測物的回收率及兩個添加樣品間的相對差異百分比。

十、精密度與準確度

(一) 單一實驗室鄰-，間-，對- 甲酚、六氯乙烷、六氯丁二烯、2,4,5-三氯酚、2,4,6-三氯酚、六氯苯及五氯酚等化合物偵測極限如表六。

(二) 單一實驗室添加 50 µg/L 之各待測物於萃出液 A 及萃出液 B 中，重複測試七次所得的結果如表七所示。

(三) 單一實驗室以生化污泥、飛灰及土壤等三個真實樣品經過溶出試驗後，所得的萃出液進行添加分析，表八及表九分別為標準品及擬似標準品添加的分析結果。表十為三個真實樣品萃出液進行標準品添加重複分析的回收率及其相對差異百分比。

十一、參考資料

(一) 行政院環境保護署「毒性化學物質與事業廢棄物檢測方法建立與驗證—事業廢棄物溶出液中半揮發性有機物檢測方法之驗證」，EPA-85-1103-09-03，中華民國 85 年 6 月。

(二) 行政院環境保護署，事業廢棄物毒性特性溶出程序，NIEA R201.14C，中華民國 98 年 11 月 15 日。

(三) 行政院環境保護署，水中半揮發性有機化合物檢測方法—氣相層析質譜儀法，NIEA W801.52B。中華民國 100 年 11 月 16 日。

(四) 行政院環境保護署，半揮發性有機物檢測方法—毛細管柱氣相層析質譜儀法，NIEA M731.01C，中華民國 101 年 7 月 31 日。

(五) US EPA. SW-846, Method 8270D "Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS)", 1998.

- (六) US EPA Contract Laboratory Program, Statement of Work for Organics Analysis, OLM3.0, 1995.
- (七) US EPA, SW-846, Method 3510C "Separatory Funnel Liquid-Liquid Extraction", 1996.

表一、適用於本方法檢測之化合物

化 合 物	CAS No.
吡啶 (Pyridine)	110-86-1
鄰-甲酚 (<i>o</i> -Methylphenol)	109-06-8
間-甲酚 (<i>m</i> -Methylphenol)	108-39-4
對-甲酚 (<i>p</i> -Methylphenol)	106-44-5
六氯乙烷 (Hexachloroethane)	67-72-1
六氯丁二烯 (Hexachlorobutadiene)	87-68-3
2,4,6-三氯酚 (2,4,6-Trichlorophenol)	88-06-2
2,4,5-三氯酚 (2,4,5-Trichlorophenol)	95-95-4
六氯苯 (Hexachlorobenzene)	118-74-1
五氯酚 (Pentachlorophenol)	87-86-5
硝基苯 (Nitrobenzene)	98-95-3
2,4-二硝基甲苯 (2,4-Dinitrotoluene)	121-14-2

表二、DFTPP 校準要求

Mass	Ion Abundance Criteria
51	30 - 60% of mass 198
68	< 2% of mass 69
70	< 2% of mass 69
127	40 - 60% of mass 198
197	< 1% of mass 198
198	Base peak, 100% relative abundance
199	5 - 9% of mass 198
275	10 - 30% of mass 198
365	> 1% of mass 198
441	Present but less than mass 443
442	> 40% of mass 198
443	17 - 23% of mass 442

表三、各化合物的滯留時間（範例）

序號	類別	化 合 物	滯留時間(min)
1	I	1,4-Dichlorobenzene- <i>d</i> ₄	15.28
2	T	Pyridine	8.52
3	S	2-Fluorophenol	11.85
4	S	Phenol- <i>d</i> ₅	14.21
5	T	<i>o</i> -Methylphenol	15.72
6	T	<i>m</i> -, <i>p</i> - Methylphenols	16.05
7	T	Hexachloroethane	16.43
8	I	Naphthalene- <i>d</i> ₈	17.99
9	S	Nitrobenzene- <i>d</i> ₅	16.49
10	T	Hexachlorobutadiene	18.23
11	I	Acenaphthene- <i>d</i> ₁₀	21.24
12	T	2,4,6-Trichlorophenol	19.81
13	T	2,4,5-Trichlorophenol	19.89
14	S	2-Fluorobiphenyl	19.96
15	I	Phenanthrene- <i>d</i> ₁₀	23.84
16	S	2,4,6-Tribromophenol	22.61
17	T	Hexachlorobenzene	23.15
18	T	Pentachlorophenol	23.46
19	S	Terphenyl- <i>d</i> ₁₄	26.53
20	I	Chrysene- <i>d</i> ₁₂	29.44
21	I	Perylene- <i>d</i> ₁₂	36.51

I:內標準品

S:擬似標準品

T:待測化合物

表四、化合物定量離子

序號	化 合 物	主要離子	次要離子
1	1,4-Dichlorobenzene- <i>d</i> ₄	152	115
2	Pyridine	79	52
3	2-Fluorophenol	112	64
4	Phenol- <i>d</i> ₅	99	42, 71
5	<i>o</i> -Methylphenol	108	107
6	<i>m</i> - , <i>p</i> - Methylphenols	108	107
7	Hexachloroethane	117	201, 199
8	Naphthalene- <i>d</i> ₈	136	68
9	Nitrobenzene- <i>d</i> ₅	82	128, 54
10	Hexachlorobutadiene	225	223, 227
11	Acenaphthene- <i>d</i> ₁₀	164	162, 160
12	2,4,6-Trichlorophenol	196	198, 200
13	2,4,5-Trichlorophenol	196	198, 200
14	2-Fluorobiphenyl	172	171
15	Phenanthrene- <i>d</i> ₁₀	188	94, 80
16	2,4,6-Tribromophenol	330	332, 141
17	Hexachlorobenzene	284	142, 249
18	Pentachlorophenol	266	264, 268
19	Terphenyl- <i>d</i> ₁₄	244	122, 212
20	Chrysene- <i>d</i> ₁₂	240	120, 236
21	Perylene- <i>d</i> ₁₂	264	260, 265
22	Nitrobenzene	77	123, 65
23	2,4-Dinitrotoluene	165	63, 89

表五、內標準品及其對應的化合物 (參考)

1,4-Dichlorobenzene- <i>d</i> ₄	Naphthalene- <i>d</i> ₈
2-Fluorophenol (surr)	
<i>o</i> -Methylphenol	Hexachlorobutadiene
<i>m</i> -Methylphenol	Nitrobenzene
<i>p</i> -Methylphenol	Nitrobenzene- <i>d</i> ₅ (surr)
Phenol- <i>d</i> ₆ (surr)	
Pyridine	
Acenaphthene- <i>d</i> ₁₀	Phenanthrene- <i>d</i> ₁₀
2-Fluorobiphenyl (surr)	Hexachlorobenzene
2,4,6-Trichlorophenol	Pentachlorophenol
2,4,5-Trichlorophenol	2,4,6-Tribromophenol (surr)
2,4-Dinitrotoluene	Terphenyl- <i>d</i> ₁₄ (surr)

表六、方法偵測極限（單一實驗室）

化合物	偵測極限($\mu\text{g/L}$)
鄰-甲酚	4.9
間-，對-甲酚	8.7
六氯乙烷	9.3
六氯丁二烯	9.2
2,4,6-三氯酚	5.3
2,4,5-三氯酚	4.7
六氯苯	4.9
五氯酚	5.0

表七、單一實驗室分析添加標準品之結果（n=7）

化合物	平均回收濃度 ^a ($\mu\text{g/L}$)	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	相對標準偏差 (%)
鄰-甲酚	36.33	2.80	72.7	7.72
間-，對-甲酚	70.39	6.16	70.4	8.76
六氯乙烷	29.30	2.90	58.6	9.88
六氯丁二烯	28.53	3.05	57.1	10.70
2,4,6-三氯酚	42.56	3.14	85.1	7.37
2,4,5-三氯酚	44.34	3.36	88.7	7.58
六氯苯	44.60	2.17	89.2	4.87
五氯酚	44.38	3.46	88.8	7.79

化合物	平均回收濃度 ^b ($\mu\text{g/L}$)	標準偏差 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	相對標準偏差 (%)
鄰-甲酚	36.75	2.54	73.5	6.90
間-，對-甲酚	71.16	4.33	71.2	6.08
六氯乙烷	24.12	4.89	48.2	20.26
六氯丁二烯	22.84	4.85	45.7	21.22
2,4,5-三氯酚	43.78	2.69	87.6	6.15
2,4,6-三氯酚	47.12	2.29	94.2	4.85
六氯苯	44.20	2.54	88.4	5.76
五氯酚	45.99	2.61	92.0	5.67

註：1. 添加濃度為 50 $\mu\text{g/L}$ 。

2. 間,對-甲酚各添加 50 $\mu\text{g/L}$ 。

3. a：萃出液 A；b：萃出液 B（請參考「事業廢棄物毒性特性溶出程序（NIEA R201）」）。

表八、真實樣品萃出液中添加標準品分析回收率（單位：%）

化合物	污泥 ^a	飛灰 ^a	土壤 ^a	污泥 ^b	飛灰 ^b	土壤 ^b
吡啶	40.0	49.5	59.3	0.0	67.4	77.0
鄰-甲酚	22.0	48.3	67.5	0.0	47.7	85.0
間-，對-甲酚	18.5	41.5	59.1	6.9	45.2	75.0
六氯乙烷	28.5	51.8	52.5	12.7	17.6	87.8
六氯丁二烯	43.8	51.8	50.8	49.5	13.8	87.9
2,4,6-三氯酚	22.5	53.8	62.5	30.2	69.9	92.4
2,4,5-三氯酚	46.3	52.2	59.0	55.4	74.0	100.3
六氯苯	56.5	69.5	74.8	80.5	83.9	105.7
五氯酚	42.3	68.0	67.8	59.1	88.0	103.2

註：a 添加濃度為 400 µg/L，b 添加濃度為 100 µg/L。

表九、真實樣品萃出液中添加擬似標準品分析回收率（單位：%）

化合物	污泥 ^a	飛灰 ^a	土壤 ^a	污泥 ^b	飛灰 ^b	土壤 ^b
2-氟酚	14.0	45.0	62.0	8.4	42.9	71.8
酚- <i>d</i> ₅	20.0	35.0	47.0	8.9	34.7	55.6
硝基苯- <i>d</i> ₅	0.0	74.0	88.0	0.0	93.4	109.0
2-氟聯苯	72.0	82.0	94.0	81.4	68.6	108.8
2,4,6-三溴酚	21.0	71.0	82.0	28.7	70.3	89.5
Terphenyl- <i>d</i> ₁₄	76.0	94.0	100.0	98.0	99.8	109.0

註：a 添加濃度為 400 µg/L，b 添加濃度為 100 µg/L。

表十、真實樣品萃出液中標準品添加與添加重複分析回收率及其相對差異百分比

化合物	污泥			飛灰			土壤		
	添加	添加重複	相對差異百分比	添加	添加重複	相對差異百分比	添加	添加重複	相對差異百分比
吡啶	37.5	42.5	12.5	49.0	50.1	2.3	56.5	61.8	9.0
鄰-甲酚	22.7	21.2	6.8	48.6	47.7	1.8	65.2	69.8	6.8
間-, 對- 甲酚	19.0	18.0	5.4	41.7	41.4	0.8	56.7	61.5	8.1
六氯乙烷	25.7	31.0	18.7	52.3	51.0	2.6	52.3	52.9	1.1
六氯丁二烯	41.4	46.4	11.4	52.6	50.7	3.6	50.6	50.9	0.6
2,4,6-三氯酚	22.1	23.0	4.0	53.4	52.9	0.9	61.1	63.9	4.4
2,4,5-三氯酚	44.7	48.0	7.1	52.0	52.4	0.9	57.2	60.6	5.9
六氯苯	52.7	60.2	13.3	69.4	70.1	1.0	76.0	73.5	3.3
五氯酚	42.3	42.2	0.2	66.8	69.6	4.1	67.1	68.5	2.1

註：1. 單位：%。

2. 添加濃度為 400 µg/L。