

一、方法概要

水樣以氫氧化鈉或硫酸溶液調整 pH 值大於 11 及（或）小於 2 後，以二氯甲烷萃取，萃取液經去水、濃縮及定量後，以氣相層析質譜儀分析；萃取液中半揮發性有機化合物的定性分析，可以其滯留時間及數個特性離子的相對強度進行確認，定量分析則可採內標準品定量法，以待測物與內標準品的主要離子相對強度及所建立之檢量線來定量待測物。

二、適用範圍

本方法適用於飲用水、飲用水水源、地面水體、地下水及放流水之檢測，可檢測的化合物及單一實驗室所測得之方法偵測極限如表一。

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的硬體設備含有污染物時，將會造成方法的干擾，其結果可能為單一的污染物或導致總離子圖譜的基線上升；檢驗室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，應以溶劑淋洗，然後以清潔劑清洗，再以自來水、試劑水或有機溶劑淋洗。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) 採用殘量分析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) 鹼／中性的萃取過程會大幅降低酚、2-甲基酚及 2,4-二甲基酚的回收率，分析員應了解，在使用本方法敘述的條件下，所得到的分析結果為樣品中此類化合物的最低濃度。
- (七) 分析過程如遇到濃度特別高的樣品，可緊隨著分析空白溶劑樣品以確認系統是否有跨次污染。
- (八) 萃取過程中發生乳化現象時，可加入適量氯化鈉、攪拌或進行連續式液-液萃取等方式去除乳化。

四、設備及材料

- (一) 採樣瓶：1 L，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) 分液漏斗：2 L，硼矽玻璃材質，附鐵氟龍活栓，不得使用潤滑油脂。

- (三) 圓底燒瓶：500 mL，硼矽玻璃材質。
- (四) 濃縮裝置：可使用 K.-D. 濃縮裝置、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。
- (五) 水浴裝置：可加熱至 90°C，溫度控制在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以內者。
- (六) 量瓶：10.0 mL，棕色，硼矽玻璃材質。
- (七) 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- (八) 注射針或微量移液管。
- (九) 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) 氮氣吹乾裝置。
- (十一) pH 計。
- (十二) 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。
- (十三) 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 \times 0.25 mm (內徑) \times 0.25 μm (膜厚) 之 Rtx-5MS 毛細管柱 (或同級品)。
 - 3、質譜儀：當 50 ng 或更小量 DFTPP (Decafluorotriphenylphosphine) 注入氣相層析儀內，此系統必須能以每 1 秒或更短時間內掃描質量 35-500 amu，在 70 eV 能量下，以電子撞擊 (EI) 離子化方式，得到一完全符合表二要求的質譜特徵。
 - 4、如果 Ion-Trap MS 能產生符合 EPA/NIST Library 相似的電子碰撞質圖譜，Ion-Trap MS 亦可使用於本方法。
 - 5、氣相層析儀／質譜儀之界面：凡是能使每次注入量為 50 ng 之待測物得到良好的校正效果，且能符合績效要求 (七、步驟(三)) 之界面均可使用。
 - 6、數據處理系統：電腦系統必須有界面與質譜儀連接，且可持續在整個層析過程中，收集並儲存所有質譜資料。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。
 - 7、前置管柱 (可視需要而定) (J&W 公司 0.25 mm ID \times 6m 或其它相似之去活化熔矽管柱) 可用管柱連接器連接注射器及分離管柱。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含有機物之去離子水，或符合前述規格之市售純水。
- (二) 氫氧化鈉溶液，10 M：溶解 40 g 氫氧化鈉於少量試劑水中，定容至 100 mL。
- (三) 硫代硫酸鈉：顆粒狀，試藥級。
- (四) 硫酸溶液 (1+1)：緩慢將 50 mL 濃硫酸 (比重 1.84) 加入於 50 mL 試劑水中。
- (五) 丙酮、甲醇、二氯甲烷：殘量級或同級品。
- (六) 無水硫酸鈉：試藥級。
- (七) 氯化鈉：試藥級。
- (八) 儲備標準溶液：標準溶液可用高純度標準品配製或市售經認可之溶液。
- 1、精確稱取約 0.0100 g 之高純度標準品，以二氯甲烷或適當溶劑溶解此標準品於 10 mL 的定量瓶中，並定容至刻度；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。任何濃度之市售標準品，經製造商確認過，皆可使用。
- 2、將儲備標準溶液移至襯有鐵氟龍墊片之螺旋蓋樣品瓶中，貯存在 -10°C 以下，並避免光線照射；分析員應經常檢查儲備標準溶液有無衰退或溶劑蒸發的跡象，尤其是每次在使用此標準溶液建立檢量線前應格外注意。
- (九) 中間標準溶液之配製：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。
- (十) 擬似標準品添加溶液：依檢測項目要求，選用表三中酸性或 (及) 鹼性擬似標準品，以丙酮或適當溶劑配製擬似標準品添加溶液，添加適量體積於水樣中，使其中每一擬似標準品濃度相當於 $100\ \mu\text{g/L}$ (建議配製濃度)。
- (十一) DFTPP 標準溶液：以二氯甲烷或適當溶劑，配製濃度為 $50\ \text{mg/L}$ 或更低濃度的 DFTPP 溶液。
- (十二) 內標準品溶液：將表三所列之內標準品，以二氯甲烷或適當溶劑，配製為 $4000\ \text{mg/L}$ (建議濃度值)，檢量標準溶液及樣品於上機前，每 1 mL 加入 $10\ \mu\text{L}$ (建議添加量) 內標準溶液，各化合物對應之內標準品請參考表四。
- (十三) 系統績效查核化合物 (System performance check compound, SPCC) 包括 N-Nitroso-di-n-propylamine, Hexachlorocyclopentadiene, 2,4-Dinitrophenol 及 4-Nitrophenol，其配製方法與儲備標準品相同。
- (十四) 校正查核化合物 (Calibration check compound, CCC)：如表五所列，其配製方法與儲備標準品相同；若儀器能達到較低之方法偵測極限時，亦可使用較低的濃度。
- (十五) 檢量線標準溶液：以二氯甲烷或適當溶劑稀釋中間標準溶液。

六、採樣與保存

- (一) 以乾淨之棕色玻璃採樣瓶收集水樣 1 L 以上 (採樣瓶不得以擬採之水預洗)。

(二) 所有樣品在採集後到萃取前，必須冷藏在 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 下；如樣品中含有餘氯，可將採樣瓶裝滿樣品後，每公升樣品加入 80 mg 硫代硫酸鈉，並混合均勻；餘氯可採環保署公告方法之方法檢測，市面上亦可購得現場量測餘氯的整組套裝設備。

(三) 所有樣品必須在採集後 7 天之內萃取，並在萃取後 40 天之內完成分析，萃取液裝於密閉玻璃瓶，要避光並儲存於 -10°C 以下。

七、步驟

(一) 氣相層析質譜儀分析條件如下（僅供參考，可視實際需要適當調整之）：

1、層析管：30 m \times 0.25 mm（內徑） \times 0.25 μm （膜厚）之 Rtx-5MS 毛細管柱（或同級品）。

注入器溫度： 280°C （非分流，注入 1 μL ）。

傳輸管溫度： 280°C 。

層析管溫度：最初 40°C 保持 4 分鐘，以每分鐘 10°C 從 40°C 升溫至 160°C ，保持 1 分鐘；次以每分鐘 10°C 從 160°C 升溫至 280°C ，保持 4 分鐘；再以每分鐘 10°C 從 280°C 升溫至 300°C ，最後保持 10 分鐘。

載流氣體（氦氣）流速：0.8 mL/分鐘。

2、質譜儀績效可參考下列儀器參數進行測試

質譜掃描範圍（Scan range）：35~500 amu

掃描時間：每個波峰至少有 5 筆掃描數據，且每次掃描不超過 1 秒鐘

離子化方式：電子撞擊法（70 eV EI）

(二) 樣品前處理

1、萃取（若僅分析鹼性/中性半揮發性有機化合物，則可省略酸性萃取過程；若僅分析酸性半揮發性有機化合物，則可省略鹼性萃取過程。表六及表七列出鹼性/中性及酸性之半揮發性有機化合物）

(1) 在水樣瓶上標示水平刻度（俾以試劑水推算分析水樣之體積），將全量水樣倒入 2L 之分液漏斗中，添加適當濃度之擬似標準品，以 10 M 之氫氧化鈉調 pH 值大於 11 後，量取 60 mL 二氯甲烷，倒入採樣瓶內沖洗之，然後將洗液倒入分液漏斗，搖動一分鐘，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角瓶，重覆二氯甲烷萃取步驟二次，有機層合併收集於三角瓶中。（此為鹼性/中性半揮發性有機化合物之萃取液）

(2) 剩餘之水層再以 (1+1) 硫酸調 pH 值小於 2 後，量取 60 mL 二氯甲烷，倒入分液漏斗，搖動一分鐘，靜置，俟水樣分層後，收集有機層於三角瓶，重覆二氯甲烷萃取步驟二次，有機層合併收集於三角瓶中。（此為酸性半揮發性有機化合物之萃取液）

2、去水（擇一使用）：鹼性／中性半揮發性有機化合物之萃取液與酸性半揮發性有機化合物之萃取液，分別以下述方式除水後，再合併於濃縮瓶中。

(1) 無水硫酸鈉去水管柱除水：

置少許玻璃棉於去水玻璃管柱底部，然後加入 5 至 10 cm 高之無水硫酸鈉，將有機萃取液通過此去水玻璃管，收集於圓底燒瓶；再以 20 至 30 mL 之二氯甲烷沖洗三角瓶及玻璃管，合併洗液於濃縮瓶。

(2) 除水膜去水：如 Goretex 除水膜。

(3) 其他類似除水功能之材料或裝置。

3、濃縮萃取液

以適當濃縮裝置濃縮萃取液至近乾，以二氯甲烷定容至適當體積。

4、前處理流程如圖一所示。

(三) 績效測試及建立檢量線

1、DFTPP 績效測試：以氣相層析質譜儀進行分析前，應先分析 50 ng 或更小量之 DFTPP，確定其質譜能符合表二之要求，若不符合要求，則須重新調整儀器狀態，至符合為止。此一分析應每 12 小時執行乙次。

2、系統績效查核測試：系統績效查核可確保達到最小的平均感應因子。在建立檢量線前，應先執行系統績效查核工作，即針對半揮發性物質有四種系統績效查核化合物 (SPCC)，這些化合物可接受之最小平均感應因子為 0.050。這些績效查核化合物，通常有較低的感應因子 (0.1~0.2)，且在層析系統或標準物質衰退時，最先出現降低的現象，因此當它們出現不正常時，便須重新校正系統。並於進行樣品分析時，每 12 小時查核一次系統績效查核化合物。依下式計算感應因子 (Response factor, RF)：

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

其中： A_s = 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)

C_s = 化合物之濃度 (mg/L)

3、檢量線製作

(1) 以二氯甲烷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應宜與方法定量極限 (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（如：40 mg/L）的內標準品。注入 1 μ L（建議值）於氣相層析質譜儀中，以尖峰感應訊號面積或高度對化合物濃度及內標準品濃度計算感應因子。在工作之濃度範圍內，若感應因子之相對標準偏差小於 25%，則可以平均感應因子作定量分析。

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

其中 RSD：相對標準偏差

\overline{RF} ：檢量線標準溶液中每一個化合物的平均感應因子

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

RF_i ：檢量線標準溶液中，每一種濃度的感應因子

SD：每一化合物平均感應因子的標準偏差

(2) 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/A_{is}) 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。

(3) 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%。

4、校正查核化合物查核測試：進行校正查核化合物 (Calibration check compound, CCC) 查核，以檢校起始檢量線之續用性，依下式計算相對誤差值 (D%)。

$$D(\%) = \left| RF - \overline{RF} \right| \div \overline{RF} \times 100$$

\overline{RF} ：起始校正查核化合物之平均感應因子

RF ：校正查核化合物之感應因子

若每一校正查核化合物之相對誤差值小於 20%，則起始校正檢量線仍可使用，若有任一校正查核化合物相對誤差值大於 20%，便須採取修正動作；若採取修正措施後，仍無法找出問題，則須重新製作檢量線，並於進行樣品分析時，每 12 小時查核一次校正查核化合物。

(四) 樣品分析

1、建議所有樣品分析前，先以相同層析管柱之 GC/FID 或 GC/PID 加以篩檢，此動作可減少氣相層析質譜儀，因高濃度有機化合物導致之污染。

- 2、樣品上機前，先將定容之萃取液，回復至室溫，取適量體積，添加一定量（如：40 mg/L）的內標準品。
- 3、以和建立檢量線相同之操作條件分析樣品。
- 4、若樣品分析之濃度超過檢量線濃度範圍，則應將定容之萃取液稀釋後，加入內標準品並重新分析。
- 5、樣品分析流程如圖二所示。

八、結果與處理

（一）定性分析

1、定性分析之原則，是以樣品與標準品之特性離子圖譜比較，且須符合下列條件：

- （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。

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

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（參考表四）。

- （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。

2、當同分異構物具相當類似的質譜時，則應視兩者在標準品分析圖譜的解析度是否可以接受，作為確認的依據；如果基線到峰谷間的高度小於兩波峰高度總和的 25%，則認為此兩異構物解析度，可接受且可分別定量；否則應判定其為所有異構物之總量。

（二）定量分析

當確認一化合物後，可用表一中所列化合物之主要特性離子來對其 EICP（Extracted ion current profile）圖譜積分定量，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：

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

其中：

A_s = 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 = 萃取水樣之體積 (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）：

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

其中：

C_{ex} = 一次或高次迴歸曲線計算出之萃取液濃度 (mg/L)

V_o = 萃取水樣之體積 (L)

V_{ex} = 定容體積 (mL)

九、品質管制

- (一) 品管計畫：任何使用本方法之檢驗室，均應有一正式之品質管制計畫，此計畫的最低要求為檢驗室，應證實其具有能力以此方法分析樣品。實驗室可以在試劑水中添加適當濃度之待測物，建立其準確度及精密度的要求，並在後續分析中證實其一貫能力，這些記錄都應予以保存。
- (二) 儀器調整及校正：層析質譜儀必須能達到第七(三)節所述之品管要求。
- (三) 樣品分析：
 - 1、空白樣品分析：每批次樣品（當該批樣品少於 10 個時）或每 10 個樣品至少執行一個空白分析，空白樣品分析值應小於 2 倍方法偵測極限。
 - 2、查核樣品分析：分析以空白樣品為基質，且加入適量的標準溶液及擬似標準溶液，計算其回收率；其頻率為每一批次或每 10 個樣品執行一個查核樣品分析。
 - 3、重複樣品分析：每一批次或每 10 個樣品執行一個重複樣品分析。
 - 4、添加樣品分析：添加適量標準溶液及擬似標準溶液到真實樣品中，其頻率為每一批次或每 10 個樣品中應做一個樣品添加，並計算其回收率。
 - 5、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。表八為國內單一實驗室驗證所得擬似標準品回收率與美國環保署 CLP 管制範圍的比較表。

6、內標準品監測：在同一 12 小時批次內，樣品中每一個內標準品的滯留時間與檢量線標準溶液中間濃度之內標準品滯留時間比較，差異應在 $\pm 0.4\%$ 以內，而其離子尖峰面積變異，則應在 $-50\% \sim +100\%$ 之間。當發現超出標準時，須立即尋找原因並加以修正。採取修正動作後，應再重新分析樣品。

十、準確度及精密度

表九為單一實驗室檢測之精密度及準確度。半揮發性有機化合物之氣相層析圖如圖三所示。

十一、參考資料

- (一) USEPA, Method 625, Method for Organic Chemical Analysis of Municipal and Industrial Wastewater, 1982.
- (二) 翁英明等，1994，廢污水中半揮發性有機污染物先期調查，環保署環境檢驗所調查研究年報第二號。
- (三) 翁英明等，1995，廢污水中半揮發性有機污染物調查研究（二），環保署環境檢驗所調查研究年報第三號。
- (四) USEPA, SW-846, Method 8270D, Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography /Mass Spectrometry (GC/MS), 2008.
- (五) USEPA Contract Laboratory Program Statement of Work for Organic Analysis, Multi-Media, Multi-Concentration. Document OLM01.0-OLM01.8, August 1991.

註：本檢驗相關樣品廢液，依含鹵素有機溶劑廢液處理。

表一

半揮發性有機化合物之方法偵測極限及特性離子

化合物中文名稱	化合物英文名稱	CAS No.	滯留時間 (分)	方法偵測 極限 ($\mu\text{g/L}$)	主要 離子 (amu)	次要 離子 (amu)
1) 1,4-二氯苯-d ₄ (IS)	1) 1,4-Dichlorobenzene-d ₄ (IS)		12.52	--	152	150,115
2) N-亞硝基二甲胺	2) N-Nitrosodimethylamine	55-18-5	4.61	10.1	74	42
3) 2-氟酚 (surr.)	3) 2-Fluorophenol (surr.)	367-12-4	8.57	8.94	112	64
4) 苯胺	4) Aniline	62-53-3	11.61	14.6	93	66,65
5) 酚-d ₆ (surr.)	5) Phenol-d ₆ (surr.)		11.75	5.78	99	71,42
6) 酚	6) Phenol	108-95-2	11.79	5.75	94	66,65
7) 2-氯酚	7) 2-Chlorophenol	95-57-8	11.94	12.2	128	64,130
8) 雙-2-氯乙醚	8) Bis(2-chloroethyl)ether	111-44-4	11.92	13.2	93	63,95
9) 1,3-二氯苯	9) 1,3-Dichlorobenzene	541-73-1	12.37	13.4	146	148,111
10) 1,4-二氯苯	10) 1,4-Dichlorobenzene	106-46-7	12.57	12.9	146	148,111
11) 1,2-二氯苯	11) 1,2-Dichlorobenzene	95-50-1	13.21	12.9	146	148,111
12) 苯甲醇	12) Benzyl alcohol	100-51-6	13.24	14.3	108	79,107
13) 2-甲基酚	13) 2-Methylphenol	95-48-7	13.84	11.4	108	107,77
14) 雙-2-氯異丙基 醚	14) Bis(2-chloroisopropyl) ether	108-60-1	13.84	12.8	45	77,79
15) 六氯乙烷	15) Hexachloroethane	67-72-1	14.27	13.2	117	201,199
16) 4-甲基酚	16) 4-Methylphenol	106-44-5	14.39	9.52	108	107,77
17) N-亞硝基二丙基 胺	17) N-Nitroso-di-n-propylamine	621-64-7	14.34	11.8	70	130
18) 萘-d ₈ (IS)	18) Naphthalene-d ₈ (IS)		17.13	--	136	108,68
19) 硝基苯-d ₅ (surr.)	19) Nitrobenzene-d ₅ (surr.)		14.63	106.9	82	54,128
20) 硝基苯	20) Nitrobenzene	98-95-3	14.69	9.68	77	123,65
21) 異佛爾酮	21) Isophorone	78-59-1	15.60	9.68	82	138,95
22) 2-硝基酚	22) 2-Nitrophenol	88-75-5	15.88	8.98	139	65,109
23) 2,4-二甲基酚	23) 2,4-Dimethylphenol	105-67-9	16.29	10.6	122	107
24) 雙-2-氯乙氧基 甲烷	24) Bis(2-chloroethoxy) methane	111-91-1	16.63	9.65	93	95,123
25) 苯甲酸	25) Benzoic acid	65-85-0	16.84	5.44	105	122,77
26) 2,4-二氯酚	26) 2,4-Dichlorophenol	120-83-2	16.80	9.59	162	164,98
27) 1,2,4-三氯苯	27) 1,2,4-Trichlorobenzene	120-82-1	17.04	11.1	180	182,145
28) 萘	28) Naphthalene	91-20-3	17.20	10.6	128	127,129
29) 4-氯苯胺	29) 4-Chloroaniline	106-47-8	17.67	10.4	127	65,129
30) 六氯丁二烯	30) Hexachlorobutadiene	87-68-3	18.03	11.8	225	227,223
31) 4-氯-3-甲基酚	31) 4-Chloro-3-methylphenol	59-50-7	19.73	9.65	142	107,144
32) 2-甲基萘	32) 2-Methylnaphthalene	91-57-6	18.87	11.9	142	141,115
33) 蒽-d ₁₀ (IS)	33) Acenaphthene-d ₁₀ (IS)		23.91	--	164	160
34) 六氯環戊二烯	34) Hexachlorocyclopentadiene	77-47-4	20.81	11.2	237	235,272
35) 2,4,6-三氯酚	35) 2,4,6-Trichlorophenol	88-06-2	21.18	7.20	196	198,200

36) 2,4,5-三氯酚	36) 2,4,5-Trichlorophenol	95-95-4	21.31	12.7	196	198,200
37) 2-氟二苯(surr.)	37) 2-Fluorobiphenyl (surr.)	321-60-8	21.49	8.07	172	171
38) 2-氯萘	38) 2-Chloronaphthalene	91-58-7	21.70	8.39	162	165,127
39) 2-硝基苯胺	39) 2-Nitroaniline	88-74-4	22.39	7.42	65	138
40) 萘烯	40) Acenaphthylene	208-96-8	23.29	6.90	152	76,151
41) 鄰苯二甲酸二甲酯	41) Dimethylphthalate	131-11-3	23.39	8.77	163	194,164
42) 2,6-二硝基甲苯	42) 2,6-Dinitrotoluene	606-20-2	23.56	2.96	165	89,121
43) 3-硝基苯胺	43) 3-Nitroaniline	88-74-4	24.02	6.07	138	65
44) 萘	44) Acenaphthene	83-32-9	24.03	6.14	153	154,152
45) 2,4-二硝基酚	45) 2,4-Dinitrophenol	51-28-5	24.43	8.73	184	63,154
46) 二苯聯呋喃	46) Dibenzofuran	132-64-9	24.69	6.93	168	139
47) 4-硝基酚	47) 4-Nitrophenol	100-02-7	25.04	3.34	139	65,109
48) 2,4-二硝基甲苯	48) 2,4-Dinitrotoluene	121-14-2	25.11	5.89	165	63,182
49) 芴	49) Fluorene	86-73-7	26.14	5.09	166	165,167
50) 4-氯苯基苯基醚	50) 4-Chlorophenyl-phenylether	7005-72-3	26.34	6.11	204	206,141
51) 鄰苯二甲酸二乙酯	51) Diethylphthalate	84-66-2	26.36	3.57	149	177,150
52) 4-硝基苯胺	52) 4-Nitroaniline	100-01-6	26.57	7.56	138	65
53) 菲-d ₁₀ (IS)	53) Phenanthrene-d ₁₀ (IS)		29.32	--	188	189
54) 4,6-二硝基-2-甲基酚	54) 4,6-Dinitro-2-methylphenol	534-52-1	26.72	5.28	198	77,182
55) N-亞硝基二苯胺	55) N-nitrosodiphenylamine	86-30-6	26.86	4.50	169	168,167
56) 偶氮苯	56) Azobenzene	103-33-3	26.90	4.38	77	51,182
57) 2,4,6-三溴酚(surr.)	57) 2,4,6-Tribromophenol (surr.)	118-79-6	27.15	12.5	330	332
58) 壬基酚*	58) Nonylphenol	25154-52-3 84852-15-3	17.21~17.65 (註四)	--	135	107,121
59) 4-溴苯基苯基醚	59) 4-Bromophenyl-phenylether	101-55-3	28.06	4.78	248	250,141
60) 六氯苯	60) Hexachlorobenzene	118-74-1	28.40	6.04	284	142,249
61) 五氯酚	61) Pentachlorophenol	87-86-5	29.05	5.33	266	268,264
62) 菲	62) Phenanthrene	85-01-8	29.39	2.88	178	176,179
63) 蔥	63) Anthracene	120-12-7	29.53	4.23	178	176,179
64) 咔唑	64) Carbazole	86-74-8	30.13	7.82	167	166,168
65) 鄰苯二甲酸二丁酯	65) Di-n-butylphthalate	8474-2	31.53	8.64	149	150,104
66) 苯駢芴	66) Fluoranthene	206-44-0	32.73	5.69	202	200,101
67) 蒽-d ₁₂ (IS)	67) Chrysene-d ₁₂ (IS)		36.33	--	240	236,120
68) 聯苯胺	68) Benzdine	92-87-5	33.22	38.9	184	185,183
69) 芘	69) Pyrene	129-0-0	33.28	5.37	202	200,101
70) 雙酚A*	70) Bisphenol A	80-05-7	19.74	--	213	228
71) 三聯苯-d ₁₄ (surr.)	71) Terphenyl-d ₁₄ (surr.)		33.86	4.64	244	122,245
72) 鄰苯二甲酸丁基酯	72) Butylbenzylphthalate	85-68-7	35.28	6.53	149	91,206

73) 苯(a)苯駢萸	73) Benzo(a)anthracene	56-55-3	36.29	4.04	228	226,229
74) 3,3'-二氯聯苯胺	74) 3,3'-Dichlorobenzidine	91-94-1	36.36	6.78	252	254
75) 蒽	75) Chrysene	218-01-9	36.39	3.50	228	226,229
76) 鄰苯二甲酸乙己酯	76) Bis(2-ethylhexyl)phthalate	117-81-7	36.79	--	149	167,150
77) 菲-d ₁₂ (IS)	77) Perylene-d ₁₂ (IS)		40.20	--	264	265,260
78) 己二酸二(2-乙基己基)酯*	78) Bis(2-ethylhexyl)adipate	103-23-1	20.57	--	129	147,241
79) 鄰苯二甲酸二辛酯	79) Di-n-octylphthalate	117-84-0	38.33	6.31	149	150
80) 苯(b)苯駢萸	80) Benzo(b)fluoranthene	205-99-2	39.03	3.23	252	253,125
81) 苯(k)苯駢萸	81) Benzo(k)fluoranthene	207-08-9	39.11	3.49	252	253,125
82) 苯(a)駢芘	82) Benzo(a)pyrene	50-32-8	40.02	3.60	252	253,125
83) 芘(1,2,3-cd)芘	83) Indeno(1,2,3-cd)pyrene	193-39-5	43.72	4.65	276	138,277
84) 二苯(a,h)駢萸	84) Dibenzo(a,h)anthracene	53-70-3	43.83	4.08	278	139,279
85) 苯(g,h,i)菲	85) Benzo(g,h,i)perylene	191-24-2	44.50	4.76	276	138,277

註 1：IS 代表內標準品；surr.代表擬似標準品。

註 2：沒有*標註的化合物，其分析條件：請參考七、步驟(一)中所示。

註 3：有*化合物所得數據，其分析條件如下（僅供參考，可視實際需要適當調整之）：

層析管柱：DB-5MS 30 m × 0.25 mm（內徑）× 0.25 μm（膜厚）。

注入器溫度：280°C（分流比 1:1，注入 1 μL）。

傳輸管溫度：280°C。

層析管柱溫度：最初 40°C 保持 3 分鐘，以每分鐘 10°C 從 40°C 升溫至 100°C，保持 2 分鐘；

次以每分鐘 20°C 從 100°C 升溫至 300°C，保持 9 分鐘。

載流氣體（氮氣）流速：1.0 mL/分鐘。

註 4：壬基酚具多個結構異構物，GC/MS 分析層析圖為一個寬帶，積分時，將壬基酚滯留時間範圍內之 m/z 為 135 的定量離子面積加總，依七、(三)2、計算得 RF 值。

表二

DFTPP 質量強度要求標準

Mass	m/z Abundance Criteria
51	30-60 percent of Mass 198
68	Less than 2 percent of Mass 69
70	Less than 2 percent of Mass 69
127	40-60 percent of Mass 198
197	Less than 1 percent of Mass 198
198	Base peak, 100 percent relative abundance
199	5-9 percent of Mass 198
275	10-30 percent of Mass 198
365	Greater than 1 percent of Mass 198
441	Present but less than Mass 443
442	Greater than 40 percent of Mass 198
443	17-23 percent of Mass 442

表三

半揮發性有機物之內標準品及擬似標準品

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

表四

半揮發性有機物參考對應之內標準品

1,4-Dichlorobenzene-d ₄	Naphthalene-d ₈	Acenaphthene-d ₁₀
Aniline	Acetophenone	Acenaphthene
Benzyl alcohol	Benzoic acid	Acenaphthylene
Bis(2-chloroethyl)ether	Bis(2-chloroethoxy)methane	1-Chloronaphthalene
Bis(2-chloroisopropyl)ether	4-Chloroaniline	2-Chloronaphthalene
2-Chlorophenol	4-Chloro-3-methylphenol	4-Chlorophenyl phenyl ether
1,3-Dichlorobenzene	2,4-Dichlorophenol	Dibenzofuran
1,4- Dichlorobenzene	2,6-Dichlorophenol	Diethyl phthalate
1,2- Dichlorobenzene	α, α -Dimethylphenethylamine	Dimethyl phthalate
Ethyl methanesulfonate	2,4-Dimethylphenol	2,4-Dinitrophenol
2-Fluorophenol (surr)	Hexachlorobutadiene	2,4-Dinitrotoluene
Hexachloroethane	Isophorone	2,6-Dinitrotoluene
Methyl methanesulfonate	2-Methylnaphthalene	Fluorene
2-Methylphenol	Naphthalene	2-Fluorobiphenyl (surr)
4-Methylphenol	Nitrobenzene	Hexachlorocyclopentadiene
N-Nitrosodimethylamine	Nitrobenzene-d ₈ (surr)	1-Naphthylamine
N-Nitroso-di-n-propylamine	2-Nitrophenol	2-Naphthylamine
Phenol	N-Nitrosodi-n-butylamine	2-Nitroaniline
Phenol-d ₆ (surr)	N-Nitrosopiperdine	3-Nitroaniline
2-Picoline	1,2,4-Trichlorobenzene	4-Nitroaniline
		4-Nitrophenol
		Pentachlorobenzene
		1,2,4,5-Tetrachlorobenzene
		2,3,4,6-Tetrachlorophenol
		2,4,6-Tribromophenol (surr)
		2,4,6-Trichlorophenol
		2,4,5-Trichlorophenol

表四

半揮發性有機物參考對應之內標準品（續）

Phenanthrene-d ₁₀	Chrysene-d ₁₂	Perylene-d ₁₂
4-Aminobiphenyl	Benzidine	Benzo(b)fluoranthene
Anthracene	Benzo(a)anthracene	Benzo(k)fluoranthene
4-Bromophenyl phenyl ether	Bis(2-ethylhexyl)phthalate	Benzo(g,h,i)perylene
Di-n-butyl phthalate	Butyl benzyl phthalate	Benzo(a)pyrene
4,6-Dinitro-2-methyl-phenol	Chrysene	Dibenz(a,j)acridine
Diphenylamine	3,3' -Dichlorobenzidine	Dibenz(a,h)anthracene
Fluoranthene	p-Dimethylaminoazobenzene	Ideno(1,2,3-cd)pyrene
Hexachlorobenzene	Pyrene	Bis(2-ethylhexyl) adipate
N-Nitrosodiphenylamine	Terphenyl-d ₁₄ (surr)	
Pentachlorophenol	7,12-Dimethylbenz(a)anthracene	
Pentachloronitrobenzene	Di-n-octyl phthalate	
Phenacetin	3-Methylcholanthrene	
Phenanthrene	Bisphenol A	
Pronamide		
Nonylphenol		

表五

校正查核化合物（CCC）

鹼性／中性半揮發性有機物之校正查核化合物	酸性半揮發性有機物之校正查核化合物
Acenaphthene	4-Chloro-3-methylphenol
1,4-Dichlorobenzene	2,4-Dichlorophenol
Hexachlorobutadiene	2-Nitrophenol
Fluoranthene	Phenol
Benzo (a)pyrene	Pentachlorophenol
	2,4,6-Trichlorophenol

表六

鹼性／中性半揮發性有機化合物

Acenaphthene	2,6-Dinitrotoluene
Acenaphthylene	Di-n-Octylphthalate
Anthracene	Fluoranthene
Benzo(a)anthracene	Fluorene
Benzo(b)fluoroanthene	Hexachlorobenzene
Benzo(k)fluoroanthene	Hexachlorobutadiene
Benzo(ghi)perylene	Hexachlorocyclopentadiene
Benzo(a)pyrene	Hexachloroethane
Benzidine	Indeno(1,2,3,-cd)pyrene
Butyl benzyl phthalate	Isophorone
Bis(2-chloroethoxy)methane	Naphthalene
Bis(2-chloroethyl)ether	Nitrobenzene
Bis(2-chloroisopropyl)ether	N-Nitrosodi-n-propylamine
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	N-Nitrosodiphenylamine
4-Bromophenyl phenyl ether	N-Nitrosodimethylamine
2-Chloronaphthalene	Phenanthrene
4-Chlorophenyl phenyl ether	Pyrene
Carbazole	Aniline
Chrysene	Azobenzene
Dibenzo(a,h)anthracene	Benzyl alcohol
Di-n-butyl phthalate	4-Chloroaniline
1,2-Dichlorobenzene	Dibenzofuran
1,3-Dichlorobenzene	2-Methylnaphthalene
1,4-Dichlorobenzene	2-Nitroaniline
3,3' -Dichlorobenzidine	3-Nitroaniline
Diethylphthalate	Nitroaniline
Dimethyl phthalate	1,2,4-Trichlorobenzene
2,4-Dinitrotoluene	

表七

酸性半揮發性有機化合物

4-Chloro-3-methylphenol	2-Methyl-4,6-dinitrophenol
2-Methylphenol	4-Nitrophenol
2-Chlorophenol	2-Nitrophenol

4-Methylphenol	Pentachlorophenol
2,4-Dichlorophenol	Phenol
2,4,5-Trichlorophenol	2,4,6-Trichlorophenol
2,4-Dimethylphenol	Nonylphenol
Benzoic Acid	Bisphenol A
2,4-Dinitrophenol	Bis(2-ethylhexyl) adipate

表八

擬似標準品在試劑水中的回收率及 CLP 檢驗品管範圍

擬似標準品	驗證品管範圍 (%)	CLP 品管範圍* (%)
2-Fluorophenol	34~105	21~110
Phenol-d ₆	29~95	10~110
Nitrobenzene-d ₅	37~163	35~114
2-Fluorobiphenyl	49~149	43~116
2,4,6-Tribromophenol	86~117	10~123
Terphenyl-d ₁₄	52~132	33~141

*資料取自參考資料四。

表九

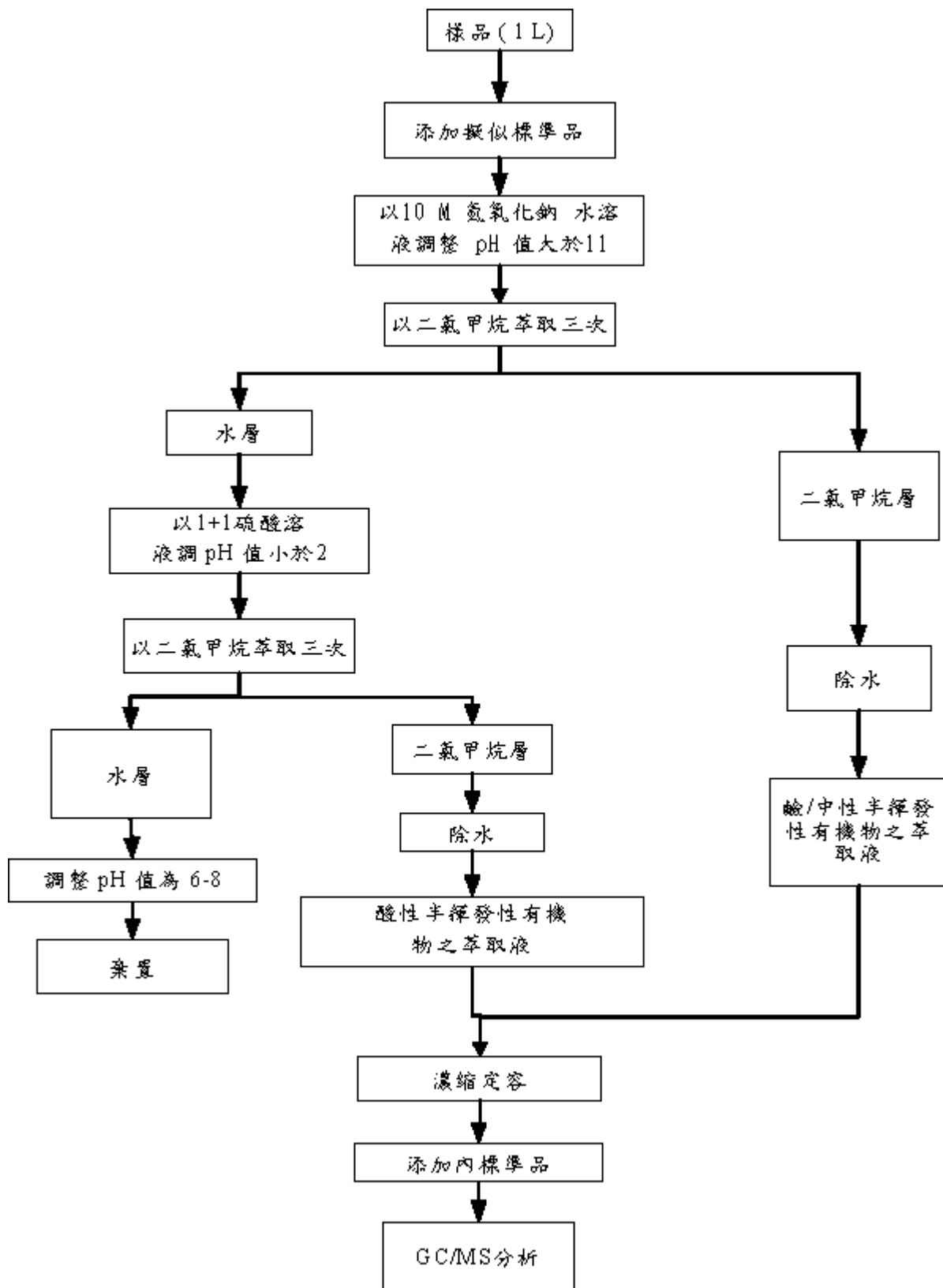
單一實驗室添加半揮發性有機物標準品於試劑水之精密度與準確度

化合物	添加濃度 ($\mu\text{g/L}$)	平均回收 率 (%)	百分標準 偏差 (%)	回收率 (%)	分析次數
1) 1,4-Dichlorobenzene-d ₄ (IS)	--	--	--	--	10
2) N-Nitrosodimethylamine	100	51.8	13.2	30~65	10
3) 2-Fluorophenol (surr.)	100	57.9	20.7	34~105	10
4) Aniline	100	71.5	19.2	37~106	10
5) Phenol-d ₆ (surr.)	100	44.9	20.5	29~95	10
6) Phenol	100	45.3	15.4	29~82	10
7) 2-Chlorophenol	100	83.5	10.6	68~95	10
8) Bis(2-chloroethyl)ether	100	86.1	12.9	67~104	10
9) 1,3-Dichlorobenzene	100	77.7	14.4	44~98	10
10) 1,4-Dichlorobenzene	100	81.9	17.5	46~112	10
11) 1,2-Dichlorobenzene	100	81.5	14	51~99	10
12) Benzenemethanol	100	81.3	13.5	65~93	10

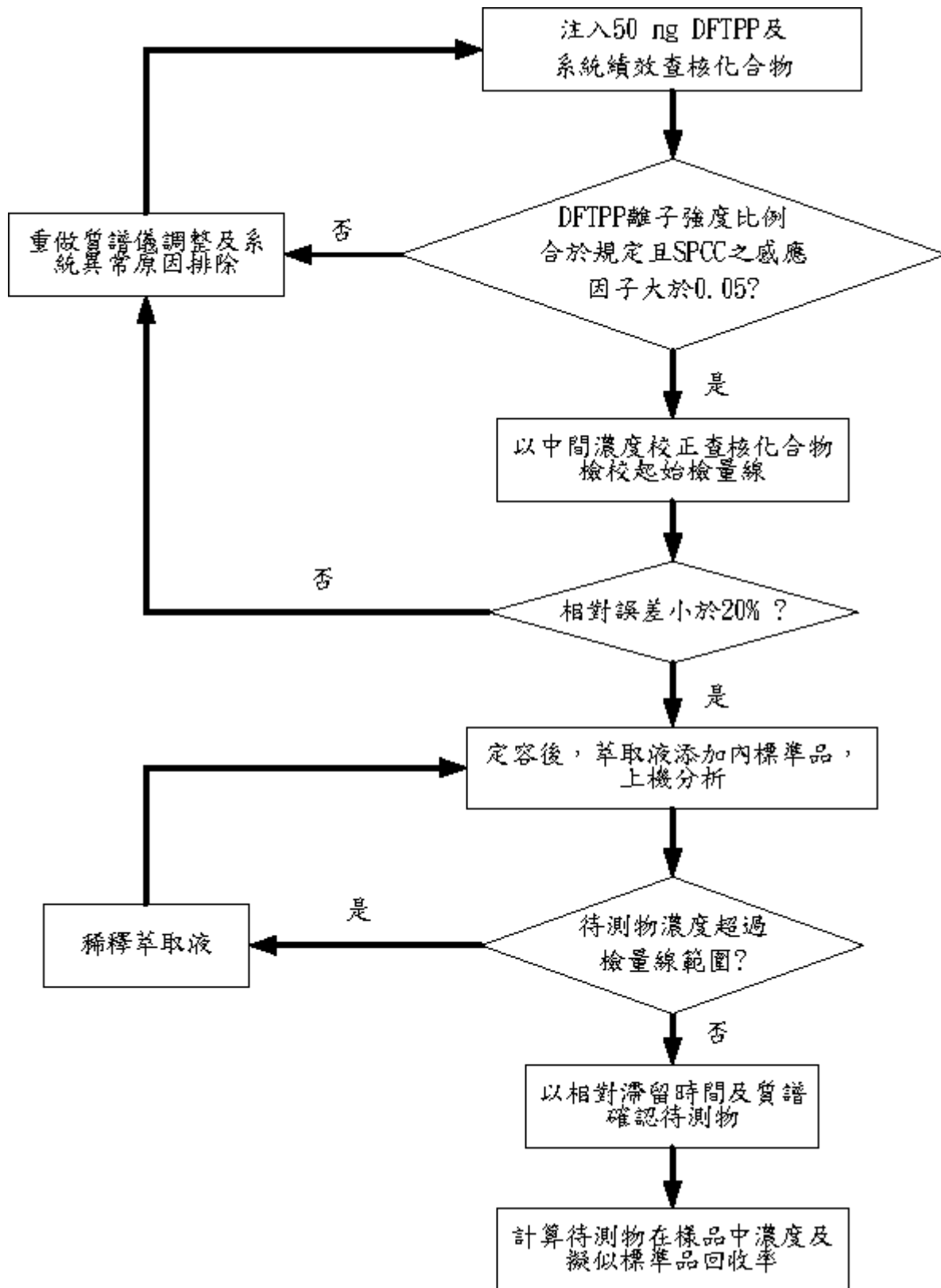
13) 2-Methylphenol	100	74.2	16.4	36~90	10
14) Bis(2-chloroisopropyl)ether	100	66.5	37.2	ND~95	10
15) Hexachloroethane	100	78.5	16.3	43~99	10
16) 4-Methylphenol	100	74.5	23.7	28~107	10
17) N-Nitroso-Di-n-propylamine	100	89.7	12	67~101	10
18) Naphthalene-d ₈ (IS)	--	--	--	--	10
19) Nitrobenzene-d ₅ (surr.)	100	85.6	43.8	37~163	10
20) Nitrobenzene	100	89.1	11.9	71~112	10
21) Isophorone	100	90.9	10.8	74~109	10
22) 2-Nitrophenol	100	91.3	17.2	60~117	10
23) 2,4-Dimethylphenol	100	70.6	30.8	5~89	10
24) Bis(2-chloroethoxy)methane	100	90.8	12.4	68~113	10
25) Benzoic acid	100	28.2	34.1	ND~91	10
26) 2,4-Dichlorophenol	100	90.8	13.3	71~113	10
27) 1,2,4-Trichlorobenzene	100	85.9	15.4	69~113	10
28) Naphthalene	100	92.2	16.9	64~110	10
29) 4-Chloroaniline	100	83.8	18.8	54~105	10
30) Hexachlorobutadiene	100	78.7	18.4	52~112	10
31) 4-Chloro-3-methylphenol	100	88.8	16.3	65~109	10
32) 2-Methylnaphthalene	100	104.5	28.5	68~153	10
33) Acenaphthene-d ₁₀ (IS)	--	--	--	--	10
34) Hexachlorocyclopentadiene	100	69.8	21.2	39~102	10
35) 2,4,6-Trichlorophenol	100	94.9	7.7	85~105	10
36) 2,4,5-Trichlorophenol	100	100	8.2	84~114	10
37) 2-Fluorobiphenyl (surr.)	100	85	37	49~149	10
38) 2-Chloronaphthalene	100	97	10.3	75~114	10
39) 2-Nitroaniline	100	96.5	10.8	82~119	10
40) Acenaphthylene	100	95.8	13.1	66~111	10
41) Dimethylphthalate	100	95.1	23.7	66~130	10
42) 2,6-Dinitrotoluene	100	102	10.5	80~119	10
43) 3-Nitroaniline	100	99	14	75~122	10
44) Acenaphthene	100	95.9	11.5	70~110	10
45) 2,4-Dinitrophenol	100	80.8	25	33~96	10
46) Dibenzofuran	100	96	11.1	74~110	10
47) 4-Nitrophenol	100	47	29	ND~91	10
48) 2,4-Dinitrotoluene	100	101	13.6	86~117	10
49) Fluorene	100	102	14.3	73~121	10
50) 4-Chlorophenyl-phenylether	100	96.6	12	73~113	10
51) Diethylphthalate	100	96	13.4	72~112	10
52) 4-Nitroaniline	100	102	17	79~128	10

53) Phenanthrene-d ₁₀ (IS)	--	--	--	--	10
54) 4,6-Dinitro-2-methylphenol	100	98	28	50~131	10
55) N-nitrosodiphenylamine	100	102	15	70~114	10
56) Azobenzene	100	99.6	17.7	76~138	10
57) 2,4,6-Tribromophenol (surr.)	100	104	10.7	86~117	10
58) Nonylphenol*	40	74	9.7	49~83	17
59) 4-Bromophenyl-phenylether	100	97.4	12.2	71~108	10
60) Hexachlorobenzene	100	98.5	12.8	76~116	10
61) Pentachlorophenol	100	89.2	24.6	48~121	10
62) Phenanthrene	100	102	14.6	70~120	10
63) Anthracene	100	98	12.7	70~112	10
64) Carbazole	100	120	23.5	81~150	10
65) Di-n-butylphthalate	100	101.4	13.3	77~125	10
66) Fluoranthene	100	99.8	13	71~116	10
67) Chrysene-d ₁₂ (IS)	--	--	--	--	10
68) Benzidine	100	58.4	41.5	ND~125	10
69) Pyrene	100	101.8	18	70~137	10
70) Bisphenol A*	40	72	11.1	52~93	17
71) Terphenyl-d ₄ (surr.)	100	85	30.6	52~132	10
72) Butylbenzylphthalate	100	107	19	69~143	10
73) Benzo(a)anthracene	100	100	16.7	71~129	10
74) 3,3' -Dichlorobenzidine	100	99	31	57~148	10
75) Chrysene	100	103	14	73~122	10
76) Bis(2-Ethylhexyl)phthalate	100	117	35	72~198	10
77) Perylene-d ₁₂ (IS)	--	--	--	--	10
78) Bis(2-ethylhexyl) adipate*	40	84	13.1	57~108	19
79) Di-n-octylphthalate	100	107	18	70~131	10
80) Benzo(b)fluoranthene	100	95	17	66~118	10
81) Benzo(k)fluoranthene	100	98	11	80~120	10
82) Benzo(a)pyrene	100	96	13	70~115	10
83) Indeno(1,2,3-cd)pyrene	100	96.7	11.1	80~108	10
84) Dibenzo(a,h)anthracene	100	96.6	12.7	76~110	10
85) Benzo(g,h,i)perylene	100	96.8	11.3	78~111	10

相關條件同表一之備註。

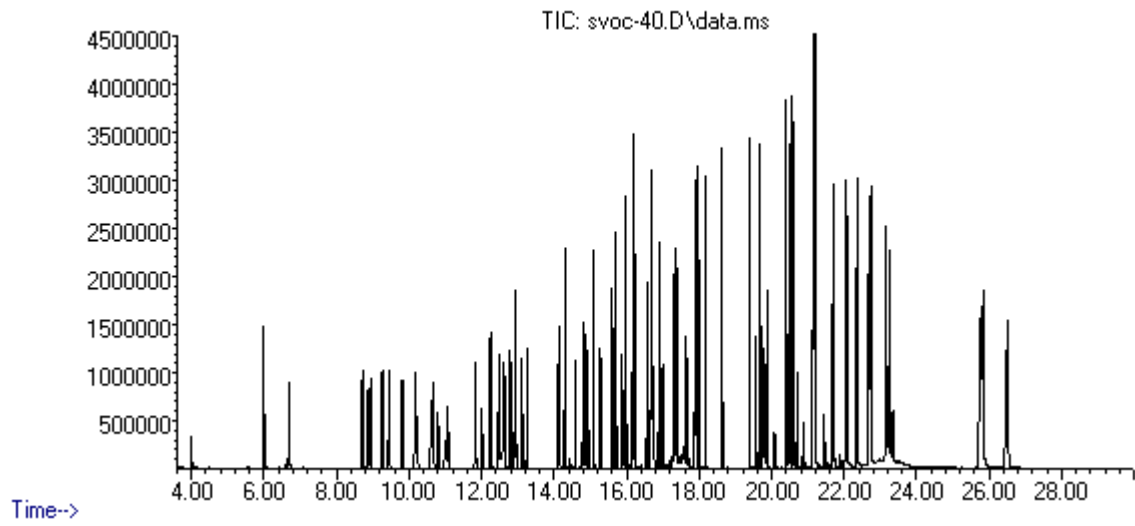


圖一 樣品前處理流程圖



圖二 樣品分析流程圖

Abundance



圖三 40 mg / L 半揮發性有機物之氣相層析圖譜

(儀器條件請參考表一、註三。)