

土壤中總石油碳氫化合物檢測方法－氣相層析儀 火焰離子化偵測器法 (NIEA S703.63B)總說明

為配合環保法規管制之檢測需求，援引美國環保署分析方法(U.S. EPA Method 8015D - Nonhalogenated Organics Using GC/FID)與德克薩斯州自然資源保護委員會分析方法(TNRCC Method 1005 - Total Petroleum Hydrocarbons)，因文獻大多引用美國環保署分析方法(U.S. EPA Method 8015D)，故以美國環保署分析方法(U.S. EPA Method 8015D)為主，爰依土壤及地下水污染整治法第十條第三項，訂定「土壤中總石油碳氫化合物檢測方法－氣相層析儀火焰離子化偵測器法(NIEA S703.63B)」，其要點如下：

- 一、 本方法適用於土壤中總石油碳氫化合物之（含碳數六至碳數五十）石油系污染檢測。
- 二、 本方法係樣品經前處理後，以氣相層析儀火焰離子化偵測器檢測總石油碳氫化合物含量。

土壤中總石油碳氫化合物檢測方法－氣相層析 儀火焰離子化偵測器法 (NIEA S703.63B)

公 告	說 明
主旨：訂定「土壤中總石油碳氫化合物 檢測方法－氣相層析儀火焰離 子化偵測器法 (S703.63B)」，並 自中華民國一百十三年六月十 五日生效。	方法名稱及生效日期。
依據：土壤及地下水污染整治法第十條 第三項。	法源依據。
公告事項：方法內容詳如附件。	方法內容。

土壤中總石油碳氫化合物檢測方法

— 氣相層析儀火焰離子化偵測器法

中華民國 113 年 3 月 7 日環部授研字第 1135102858 號公告

自中華民國 113 年 6 月 15 日生效

NIEA S703.63B

一、方法概要

本方法分析土壤中總石油碳氫化合物(Total petroleum hydrocarbon, TPH)含量，其涵蓋範圍為含碳數 C_6 至 C_{50} 等之石油碳氫化合物。樣品先以適當溶劑萃取，經氣相層析儀火焰離子化偵測器(Gas chromatograph flame ionization detector, GCFID)篩選分析判別高低碳數範圍後，分析低碳數範圍之樣品(C_6 至 C_9 ，如汽油類)，採用吹氣捕捉(Purge & Trap)或平衡狀態頂空(Equilibrium headspace)等方式導入 GCFID 中分析其含量。分析高碳數範圍之樣品(C_{10} 至 C_{50} ，如柴油、燃料油、機油等重質油類)，以索氏萃取法、超音波萃取法或其他適當萃取方法前處理，再予濃縮定量至適當體積後，使用耐 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上高溫之層析管柱，以 GCFID 分析其含量。

二、適用範圍

本方法適用於土壤中總石油碳氫化合物（含碳數 C_6 至 C_{50} 範圍）的含量檢測。

三、干擾

- (一) 分析高濃度總石油碳氫化合物樣品後，接著分析低濃度樣品，會產生污染現象。為避免交互污染，樣品注射針或吹氣裝置在各樣品間必須以適當的溶劑潤洗。當分析到不尋常的高濃度樣品時，於潤洗後應隨之注入溶劑空白以查核是否仍有交互污染情形。
- (二) 火焰離子化偵測器為非選擇性偵測器，樣品中一些非石油類之有機碳氫化合物均可能會干擾分析。
- (三) 因受到風化(Weathering)或生物分解而影響到圖譜型態之研判時，建議再以氣相層析質譜儀(Gas chromatograph mass spectrometer, GC/MS)確認之。
- (四) 高碳數油品層析圖中的基線上升或隆丘，這是在石油系碳氫化合物分析中特有的現象，非油品有機化合物可能造成檢測之干擾。

四、設備與材料

(一) 氣相層析儀

- 1.完整的氣相層析儀分析系統，應具備樣品注入及導入系統以及所有需要之配件，包括偵測器、氣相層析管柱、數據處理系統、氣體以及注射器。
- 2.氣相層析管柱
管柱 1：DB-1 (HT)，長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。
管柱 2：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₁₀ 至 C₅₀ 範圍之層析管柱。
管柱 3：DB-624，長度 30 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 3 μm 或同級品及其他可分離碳數從 C₆ 至 C₉ 範圍之層析管柱。
- 3.偵測器：火焰離子化偵測器。
- 4.氮氣：純度為 99.999 % 以上。
- 5.氫氣：純度為 99.999 % 以上。

(二) 進樣裝置：

- 1.吹氣捕捉設備。
- 2.平衡狀態頂空處理設備。
- 3.自動注射樣品裝置。
- 4.其他適當之進樣裝置。

(三) 前處理設備：

- 1.索氏萃取裝置。
- 2.超音波萃取裝置。
- 3.濃縮裝置(如減壓濃縮、吹氮濃縮、KD (Kuderna-Danish)裝置或其他適宜之濃縮裝置)。
- 4.水浴裝置或加熱包裝置：需可提供穩定熱源控制功能。
- 5.離心機：轉速可達 3000 rpm 以上。(註1)
- 6.篩選用震盪萃取裝置：如混合震盪器(Vortex mixer)或其他具相同功能者。

(四) 分析天平：可精稱至 0.1 mg。

五、試劑

- (一) 試劑水：不含待測物之去離子水。
- (二) 空白土壤：以不含有待測物之壤土、砂土、黏土等相似基質製備或購買市售經確認之空白土壤。
- (三) 甲醇：殘量級或同級品。
- (四) 正己烷：殘量級或同級品。
- (五) 二氯甲烷：殘量級或同級品。
- (六) 丙酮：殘量級或同級品。
- (七) 正戊烷：殘量級或同級品。
- (八) C₆ 至 C₅₀ 篩選用烷類標準溶液：標準品可使用包含同一系列的正烷類（至少包含 C₆ 至 C₅₀）標準溶液，用以建立層析始末滯留時間，及分別配製成 C₆ 至 C₉ 低碳數範圍及 C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數範圍各約相當於土壤管制標準 1/10 濃度的標準溶液，做為篩選定量濃度比對之用。
- (九) C₆ 至 C₉ 低碳數儲備標準溶液：可用市售之汽油或購買經確認濃度之標準溶液，做為 C₆ 至 C₉ 定量標準溶液，儲存於 -10 °C 以下。
- (十) C₆ 至 C₉ 低碳數滯留時間標定標準溶液：含有 2-甲基戊烷(2-Methylpentane)及 1,2,4-三甲基苯(1,2,4-Trimethylbenzene)之標準溶液。
- (十一) C₁₀ 至 C₅₀ 高碳數烷類標準品：標準品可使用包含同一系列的正烷類（至少包含 C₁₀ 至 C₅₀）標準溶液，用以建立高碳數始末滯留時間，及含有 C₁₀、C₁₆、C₃₄ 成分做為定量標準品用。
- (十二) 儲備標準溶液：儲備標準溶液可由純油品類標準品配製或購買經確認濃度之標準溶液。
- (十三) 中間標準溶液：低碳數油品類中間標準溶液是使用低碳數油品類儲備標準溶液以甲醇為溶劑來配製中間標準溶液，高碳數烷類中間標準溶液是使用烷類儲備標準溶液以二氯甲烷或正己烷為溶劑來配製中間標準溶液。中間標準溶液濃度的配製須對應五、(十四)中的檢量線標準溶液所欲分析之工作範圍。低碳數油品中間標準溶液貯存時應保持最小瓶端空間，也應時常查核是否有分解或揮發，尤其是在用來配製檢量線標準溶液之前。
- (十四) 檢量線標準溶液：由中間標準溶液配製至少五種濃度之檢量線標準溶液，低碳數油品檢量線標準溶液以不含待測物之去離子水為溶劑來配製，烷類檢量線標準溶液以二氯甲烷或正己烷為

溶劑來配製，其最低一點之濃度宜接近且高於方法定量極限，其餘的濃度須涵蓋實際樣品的預期濃度或 GCFID 的檢量範圍。

六、採樣與保存

參考公告之「土壤採樣方法(NIEA S102.6)」(註2)，採集足夠樣品量，其中一個可做為篩選分析，其餘樣品做為低碳數(C_6 至 C_9)與高碳數(C_{10} 至 C_{50})之總石油碳氫化合物分析。採樣後之樣品低碳數(C_6 至 C_9)總石油碳氫化合物樣品於 $>0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 之下冷藏，並在 14 天內完成分析；高碳數(C_{10} 至 C_{50})總石油碳氫化合物樣品於 $>0^{\circ}\text{C}$ 至 $\leq 6^{\circ}\text{C}$ 下冷藏，並在採樣後 14 天內完成萃取，萃取後 40 天內完成分析。

七、步驟

樣品先進行篩選分析(如圖一)。若已知污染樣品來源，且有足夠之證據證明其屬於何類油品洩漏或碳數範圍，則可不先做此篩選，而直接進行低碳數或高碳數方法檢測。對於不確定之樣品，如不進行篩選分析，則應同時進行低碳數(C_6 至 C_9)及高碳數(C_{10} 至 C_{50})之方法檢測。

(一) 篩選：(註3)

1. 篩選分析方法如下：於附墊片之螺旋蓋玻璃試管內，以天平稱取 5 g 或適量土壤樣品至少三瓶，各加入 10 mL 之適當溶劑（如二氯甲烷、丙酮、正戊烷或三者適當比例）後蓋緊，以篩選用震盪萃取裝置(如 Vortex mixer)，調整至最大功率 75 % 以上，激烈震盪萃取至少 5 分鐘，於離心機離心後靜置分層，取出上層萃液（必要時須濃縮），以 GCFID 進行篩選分析，選擇其中最大溶解度之溶劑，做為篩選定量用，分析條件可參考七、(三)之管柱1，以 C_6 至 C_{50} 標準品確認，層析圖譜滯留時間，可明顯鑑別低碳數及高碳數之層析條件，若 GCFID 分析圖譜是分布在 C_{10} 以前，表示是屬於低碳數總石油碳氫化合物污染，若 GCFID 分析圖譜是分布在 C_{10} 至 C_{50} 之間，則表示是屬於高碳數總石油碳氫化合物污染。若篩選結果發現其低碳數 C_6 至 C_9 間之基線以上尖峰累積感應強度或高碳數 C_{10} 至 C_{50} 間之基線以尖峰累積感應強度相對低於相當於土壤中 TPH 之管制標準 1/10 濃度時，則篩選分析結果可用未檢出表示，為達到篩選的目的，至少須評估篩選條件（適當樣品取量萃取及濃縮），應分別建立相當於高、低碳數標準品最低篩選定量極限（TPH 濃度低於於管制標準 1/10 以下），方可出具篩選未檢出之報告，否則仍須依七、(二)進行檢測分析。

2.依七、步驟（一）1.流程：（樣品不確定油品屬性，先進行做篩選高、低碳數總石油碳氫化合物分析）

(1)可明確鑑別高、低碳數圖譜且加總感應值相對於高、低碳數標準品濃度均大於相當土壤中TPH之管制標準 1/10 濃度時，依再依八、（三）、2方式處理報告。

(2)可明確鑑別高碳數圖譜且加總感應值相對於高碳數標準品濃度大於相當土壤中TPH之管制標準 1/10 濃度時，低碳數圖譜加總感應值相對低於相當土壤中TPH之管制標準 1/10 濃度時，依七、步驟流程分別高碳數總石油碳氫化合物分析：

TPH 測值 (mg/kg)=高碳數測值+低碳數篩選限值（為土壤中 TPH 之管制標準 1/10）

(3)可明確鑑別低碳數圖譜加總感應值且相對於低碳數標準品濃度大於相當土壤中TPH之管制標準 1/10 濃度時，高碳數圖譜加總感應值相對低於高碳數標準品濃度相當土壤中TPH之管制標準 1/10 濃度時，依七、步驟流程分別低碳數總石油碳氫化合物分析：

TPH測值 (mg/kg)=低碳數測值+高碳數篩選限值（為土壤中 TPH 之管制標準 1/10）

(4)可明確鑑別高、低碳數圖譜且加總感應值相對於高、低碳數標準品濃度各均小於相當土壤中TPH之管制標準1/10時：

TPH測值 (mg/kg)=篩選未檢出(小於篩選限值，為土壤中 TPH 之管制標準 1/5)

（上述即為高、低碳篩選限值，分別相當土壤中TPH之管制標準 1/10之加總）

（二）樣品進樣方式及前處理方法：

1.進行低碳數總石油碳氫化合物分析時，可使用公告之「NIEA M155.0」或「NIEA M157.0」等方法，將樣品導入至GCFID分析。

2.進行高碳數總石油碳氫化合物分析時，可使用公告之「NIEA M165.0」、「NIEA M167.0」或其他適當前處理方法前處理後，將萃液濃縮定量，再直接注入GC的注射埠，以耐 400 °C 以上高溫之層析管柱經GCFID分析。

（三）氣相層析(建議參考條件)(註4)

1.高碳數 C₁₀ 至 C₅₀ 總石油碳氫化合物

管柱 1：DB-1(HT)，長度 30 m × 0.32 mm 內徑，膜厚為 0.1 μm 或同級品。

載流氣體(He)流率：2 mL/min

輔助氣體(N₂)流率：25 mL/min

注射口溫度：370 °C

偵測器溫度：380 °C

起始溫度：40 °C，持續 5 分鐘

升溫速度：40 °C 以每分鐘 10 °C 升溫至 380 °C

最終溫度：380 °C，持續 10 分鐘

氫氣流率：35 mL/min

空氣流率：350 mL/min

2.高碳數 C₁₀ 至 C₅₀ 總石油碳氫化合物

管柱 2：CP-SimDist，長度 5 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 0.09 μm 或同級品。

載流氣體(He)流率：3 mL/min

輔助氣體(N₂)流率：25 mL/min

注射口溫度：370 °C

偵測器溫度：380 °C

起始溫度：35 °C，持續 2.5 分鐘

升溫速度：35 °C 以每分鐘 10 °C 升溫至 380 °C

最終溫度：380 °C，持續 10 分鐘

氫氣流率：35 mL/min

空氣流率：350 mL/min

3.低碳數 C₆ 至 C₉ 總石油碳氫化合物

管柱 3：DB-624，長度 30 m × 0.53 mm 內徑，膜厚為 3 μm 或同級品。

載流氣體(He)流率：5 mL/min 至 7 mL/min

輔助氣體(N₂)流率：30 mL/min

注射口溫度：200 °C

偵測器溫度：250 °C

起始溫度：40 °C，持續 6 分鐘

升溫速度：40 °C 以每分鐘 8 °C 升溫至 240 °C

最終溫度：240 °C，持續 0 分鐘

氫氣流率：30 mL/min

空氣流率：300 mL/min

(四) 檢量線製備

1. 低碳數(C_6 至 C_9)檢量線製備，以不含有機物試劑水來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液導入氣相層析儀，選取代表低碳數範圍(C_6 至 C_9)所在層析滯留時間，以2-甲基戊烷為第一個析出成分起始滯留時間，至1,2,4-三甲基苯最後一個析出成分滯留時間結束（如圖二）時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和(A_L)與其不同濃度之標準品重量(W_L)，計算校正因子(Calibration factor, CF)，其公式如下：

$$CF = A_L / W_L$$

CF：校正因子

A_L ：時窗內之基線以上之所有尖峰面積總和

W_L ：不同濃度之標準品重量，單位 ng

2. 高碳數 (C_{10} 至 C_{50}) 檢量線製備，以二氯甲烷或正己烷為溶劑來配製，由中間標準溶液或標準溶液，分別配製至少五種濃度，將配製好檢量線標準溶液注入氣相層析儀，選取代表性高碳數烷類標準品 C_{10} 、 C_{16} 、 C_{34} （如圖三）三成分之尖峰面積(A_h)與其不同濃度之標準品重量(W_h)，分別計算校正因子(Calibration factor, CF)，其公式如下：

$$CF = A_h / W_h$$

CF：校正因子

A_h ：個別成分之尖峰面積

W_h ：不同濃度之標準品重量，單位 ng

3. 建立之起始檢量線，最低一點濃度宜與方法定量極限之濃度相當，其餘的濃度須涵蓋實際樣品的預測濃度或在偵測器之工作範圍內。
4. 計算平均校正因子：

$$\overline{CF} = \frac{\sum_{i=1}^n CF_i}{n}$$

\overline{CF} ：平均校正因子

CF_i ：個別的校正因子

n ：檢量線標準品點數

若校正因子在檢量範圍內之相對標準偏差(Relative standard deviation, RSD)小於或等於 20 %，則可假設檢量線為通過原點之直線，以平均校正因子進行定量分析。若 RSD 大於 20 %，則必須矯正系統或重新製作檢量線。

除上述要求外，以高碳數烷類標準品 C_{10} 、 C_{16} 、 C_{34} 製作之檢量線，須計算三成分之平均校正因子(\overline{CF})，其 RSD 須小於或等於 20 %，否則須特別檢查 C_{34} 之感應強度可能有偏低之情形，矯正系統或重新製作檢量線。

5. 檢量線製作之同時，須配製第二來源之檢量線中間濃度標準品進行檢量線之確認，所得校正因子之相對誤差在 $\pm 15\%$ 以內，則此檢量線有效，否則必須矯正系統或重新製作檢量線。

(五) 樣品分析及分析的品質管制

1. 低碳數(C_6 至 C_9)樣品稱取約 1 g 至 5 g 依七、(二)1. 進行分析，儀器條件參考七、(三)管柱3。高碳數(C_{10} 至 C_{50})樣品稱取約 10 g 依七、(二)2. 進行分析，儀器條件參考七、(三)管柱1和管柱2。
2. 查核樣品可用相似樣品基質之空白土壤添加檢量線中間濃度之標準溶液或油品（市售汽油或柴油等）濃度進行查核樣品分析；添加樣品分析則配製適當標準溶液或油品濃度添加於適當量之土壤樣品進行分析。

(六) 水分測定

執行本方法時應同時進行土壤水分含量測定；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 S280.6)」，測定乾重為基礎之水分含量百分比(W_{H_2O} (m/m, %))。

(七) 計算(註5)

1. 低碳數(C_6 至 C_9)總石油碳氫化合物樣品(如圖四)定量方式：以2-甲基戊烷為起始滯留時間至1,2,4-三甲基苯滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上之尖峰面積加總，相對於低碳數(C_6 至 C_9)油品類標準品，上述滯留時窗範圍內之所有基線以上尖峰面積加總之平均CF值計算而得。
2. 高碳數 C_{10} 至 C_{50} 總石油碳氫化合物樣品(如圖五、圖六)定量方式：以 C_{10} 起始滯留時間至 C_{50} 滯留時間結束之時窗範圍內，所有基線以上尖峰面積加總，相對於以 C_{10} 、 C_{16} 、 C_{34} 三成分之平均CF值計算而得。

八、結果處理

- (一) 外標準品校正法：樣品中待測物之濃度可依據建立之平均校正因子及待測物之尖峰面積總和計算之。

計算方式如下：

$$C_x = (A_x \times V_t \times D) / (\overline{CF} \times V_i \times W_{dry})$$

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

C_x ：土壤樣品濃度 (mg/kg)。

A_x ：樣品中待測物之尖峰面積總和。

V_t ：樣品之總體積 (mL)。

D ：樣品之稀釋倍數（樣品萃液在分析前之稀釋倍數）。

\overline{CF} ：待測物之平均校正因子(面積/ng)。

V_i ：樣品注入量 (μL)。

W_{dry} ：樣品乾基重量 (g，稱至小數點第三位(含)以下)。

W_{wet} ：樣品濕基重量 (g，稱至小數點第三位(含)以下)。

W_{H_2O} ：乾重為基礎之水分含量百分比 (m/m , %)。

(二) 樣品分析結果若同時存在低碳數 (C_6 至 C_9) 及高碳數 (C_{10} 至 C_{50}) 總石油碳氫化合物時，須將低碳數 (C_6 至 C_9) 分析結果及高碳數 (C_{10} 至 C_{50}) 分析結果加總起來，即為本方法所測定之樣品中總石油碳氫化合物的含量。

(三) 報告處理：

1. 依七、步驟流程：（樣品已知油品洩漏來源）

(1) 已知屬高碳數油品污染樣品：

TPH 測值 (mg/kg) = 高碳數測值

(2) 已知屬低碳數油品污染樣品：

TPH 測值 (mg/kg) = 低碳數測值

2. 依七、步驟流程：（樣品不確定油品屬性，不做篩選，直接進行高、低碳數總石油碳氫化合物分析）

(1) 高、低碳數均有測值時：

TPH 測值 (mg/kg) = 高碳數測值 + 低碳數測值

(2) 高碳數有測值、低碳數低於偵測極限時：

TPH 測值 (mg/kg) = 高碳數測值 + 低碳數 MDL 值

(3) 低碳數有測值、高碳數低於偵測極限時：

TPH 測值 (mg/kg) = 低碳數測值 + 高碳數 MDL 值

(4) 高、低碳數均無測值時（低於偵測極限時）：

TPH 測值 (mg/kg) = ND. 【小於（高碳數 MDL 值 + 低碳數 MDL 值）】

九、品質管制

(一) 檢量線查核：每批次樣品或每 12 小時，須查核檢量線之適用性，所測得濃度之相對誤差值應在 $\pm 15\%$ 以內。

(二) 空白樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少應執行 1 個空白樣品分析，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 個樣品至少應執行 1 個重複樣品分析，其相對差異百分比應在 30% 以內。

(四) 查核樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少應執行 1 個查核樣品分

析，其回收率範圍應在 70 % 至 130 % 。

- (五) 添加樣品分析：每批次或每 20 個樣品至少應執行 1 個添加樣品分析，其回收率範圍應在 60 % 至 140 % 。

十、精密度與準確度

- (一) 單一實驗室驗證之柴油類樣品分析結果之精密度與準確度如表一。
- (二) 單一實驗室驗證之機油類樣品分析結果之精密度與準確度如表二。
- (三) 單一實驗室驗證之土壤標準參考樣品 (Certified reference material, CRM) 中之 TPH 含量，篩選測試結果如表三。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，土壤及事業廢棄物中非鹵有機物檢測方法—氣相層析儀/火焰離子化偵測法 (GC/FID) NIEA M611.02C，中華民國92年。
- (二) 行政院環境保護署，土壤、底泥及事業廢棄物中揮發性有機物檢測之樣品製備與萃取方法—密閉式吹氣捕捉法 NIEA M155.02C，中華民國109年。
- (三) 行政院環境保護署，樣品製備與萃取方法—平衡狀態頂空處理法 NIEA M157.01C，中華民國105年。
- (四) 行政院環境保護署，索氏萃取法 NIEA M165.01C，中華民國105年。
- (五) 行政院環境保護署，超音波萃取法 NIEA M167.01C，中華民國101年。
- (六) 行政院環境保護署，層析檢測方法總則 NIEA M150.00C，中華民國91年。
- (七) 行政院環境保護署，土壤檢測方法總則 NIEA S103.61C，中華民國98年。
- (八) 行政院環境保護署，水中總石油碳氫化合物檢測方法—氣相層析儀／火焰離子化偵測器法 NIEA W901.50B，中華民國103年。
- (九) Reference Method for the Canada-Wide Standard for Petroleum Hydrocarbons in Soil, Tier 1 Method, Canadian Council of Ministers of the Environment, 2001. Table 1 Revised January 2008.

- (十) Total Petroleum Hydrocarbons TNRCC Method 1005 , Revision 03
Texas Natural Resource Conservation Commission, June 1, 2001.
- (十一) Total Petroleum Hydrocarbons Draft TNRCC Method 1006, Texas
Natural Resource Conservation Commission, May 1, 2000.
- (十二) U.S.EPA, Nonhalogenated Organics Using GC/FID. Method
8015D, 2003.

註1：rpm 為離心機每分鐘轉速(Revolution per minute)。

註2：本文引用之所有公告方法名稱及編碼，以環境部最新公告者為準。

註3：不同性質土壤樣品（如黏土、砂土等）應考量篩選溶劑之最大溶解度及含水分的問題，溶劑層析峰圖譜應不干擾 C_6 至 C_{50} ，例如二氯甲烷、丙酮、正戊烷或三者適當比例。

註4：高溫條件下宜注意注射口墊片之劣化與管柱之雜訊，須適時更換。氣相層析儀條件應選擇能在 C_{10} 滯留視窗之前，圖譜有清晰的基線(Baseline)。

註5：由儀器設定自動積分條件，若無法獲得良好水平基線時，而影響積分面積之偏差，再以手動積分方式調整基線，以獲得正確積分面積；當分析高碳數樣品時，若圖譜無 C_{28} 以上層析峰存在且基線已降至水平時，可以 C_{10} 至 C_{28} 之基線做為樣品定量基準。

表一 單一實驗室土壤中柴油 TPH 精密度及準確度分析結果

分析值	平均值	平均回收率	標準偏差	精密度	準確度
mg/kg	mg/kg	X (%)	mg/kg	RSD (%)	X ± 2 RSD (%)
67.3					
73.8					
57.9	68	90.7	6.53	± 9.60	71.1 至 110.1
67.2					
73.8					

配製值：75.0 mg/kg，標準品來源：中油柴油

表二 單一實驗室土壤中機油 TPH 精密度及準確度分析結果

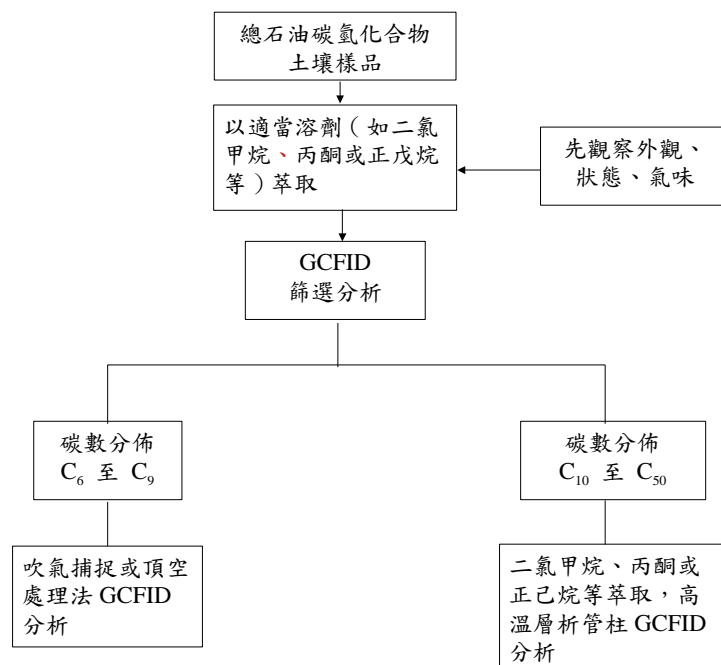
分析值	平均值	平均回收率	標準偏差	精密度	準確度
mg/kg	mg/kg	X (%)	mg/kg	RSD (%)	X ± 2 RSD (%)
0.00213					
0.00215					
0.00199	0.00208	101.7	0.000072	± 3.47	94.6 至 108.7
0.00201					
0.00210					

配製值：0.00204 mg/kg，標準品來源：ESSO 10W/40 機油

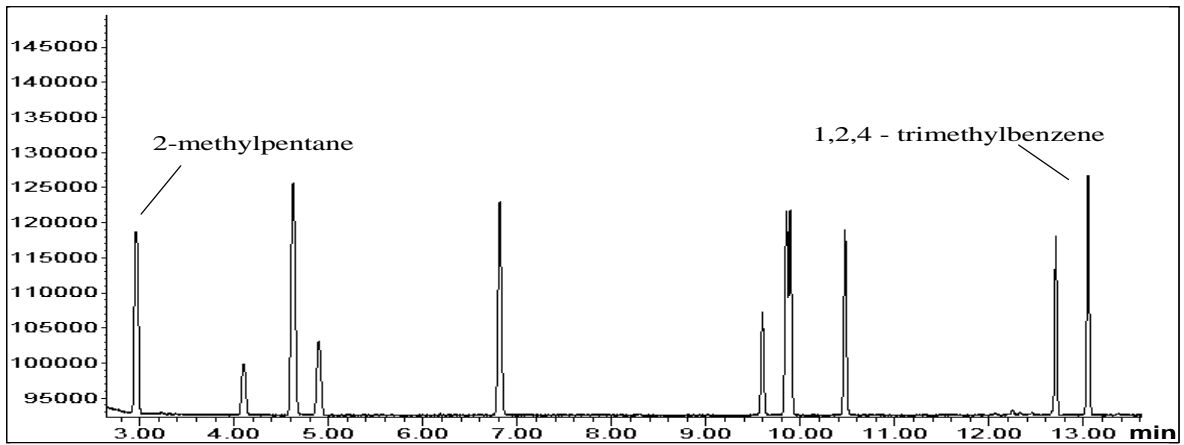
表三 單一實驗室土壤標準參考樣品(CRM)中之 TPH 含量，以不同溶劑萃取篩選測試之回收率驗證結果（僅供參考）

萃取溶劑	分析濃度 mg/kg	TPH 確認濃度 mg/kg	回收率 (%)
Pentane	244.1	750	32.60
Dichloromethane	400.7	750	53.40
Dichloromethane /Acetone (1:1)	659.7	750	88.00
Acetone	897.5	750	119.70

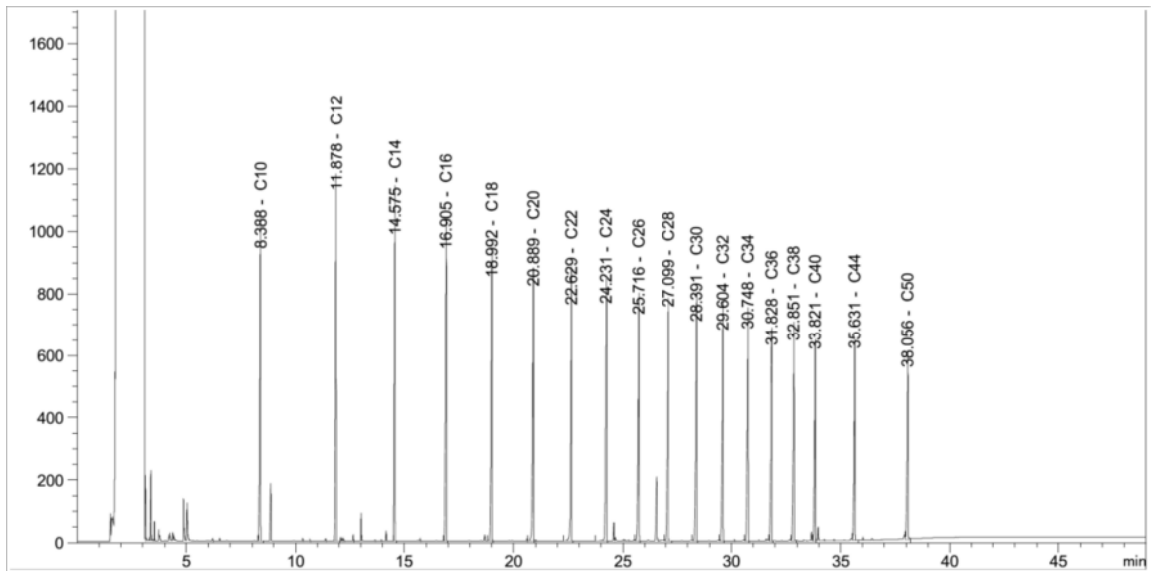
- 1.取 1 g CRM（RTC CRM360-100 Lot # L17），置於 4 mL 樣品瓶中，加入 1 mL 溶劑，加蓋鎖緊後以 Vortex 混合器將樣品旋轉萃取 5 分鐘。
- 2.將萃取完之樣品以離心機離心。
- 3.取上層澄清液至 1.8 mL 樣品瓶。
- 4.上機分析。



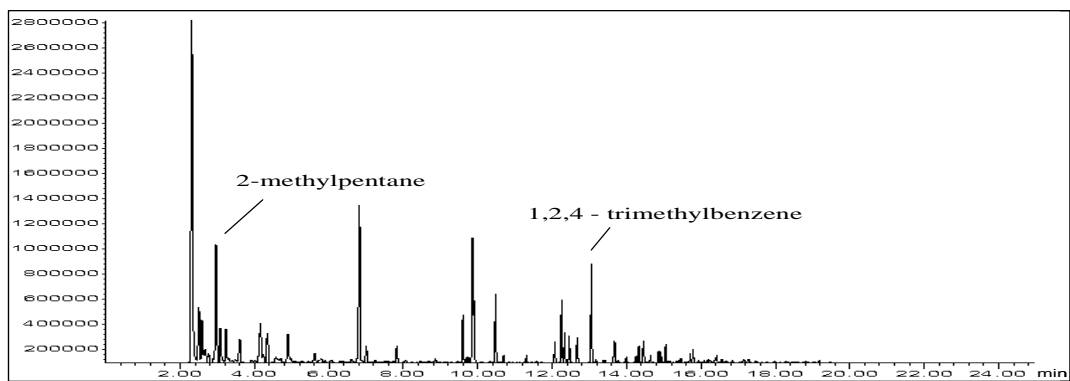
圖一 總石油碳氫化合物分析篩選流程



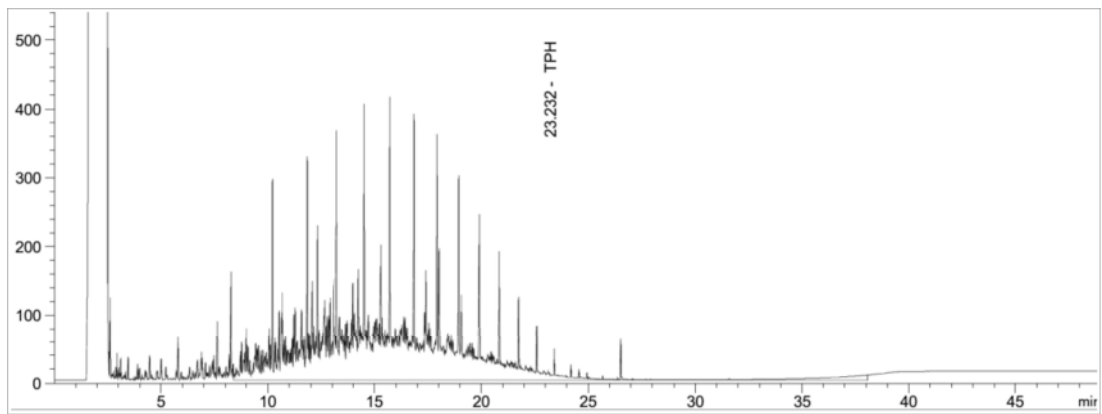
圖二 低碳數(C₆ 至 C₉)之兩個特定成分 2-甲基戊烷及 1,2,4-三甲基苯滯留時窗圖例



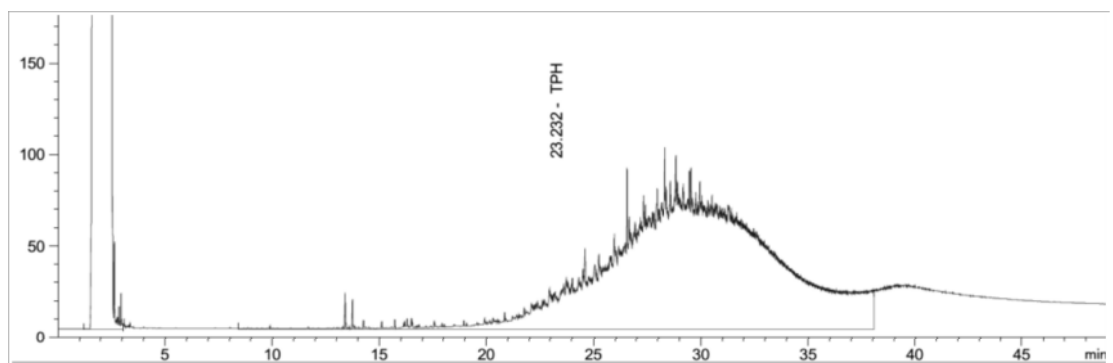
圖三 C₁₀ 至 C₅₀ 之氣相層析圖例



圖四 市售汽油之氣相層析圖例



圖五 市售柴油之氣相層析圖例



圖六 機油氣相層析圖例