

# 中華民國國家標準

## C N S

### 紡織品－以負離子化學游離氣相層析質譜 (GC-NCI-MS) 測定織物產品中短鏈氯化石蠟 (SCCP) 及中鏈氯化石蠟 (MCCP) 之測定法

Textiles – Determination of short-chain chlorinated paraffins (SCCP) and middle-chain chlorinated paraffins (MCCP) in textile products out of different matrices by use of gas chromatography negative ion chemical ionization mass spectrometry (GC-NCI-MS)

CNS (草-制 1150057):2026

中華民國 年 月 日制定公布  
Date of Promulgation: - -

中華民國 年 月 日修訂公布  
Date of Amendment: - -

本標準非經經濟部標準檢驗局同意不得翻印



## 目錄

節次	頁次
前言 .....	2
簡介 .....	3
1. 適用範圍 .....	5
2. 引用標準 .....	5
3. 用語及定義 .....	5
4. 方法概要 .....	5
5. 試劑 .....	5
5.1 正己烷：CAS No. 110-54-3。 .....	5
5.2 甲苯：CAS No. 108-88-3 .....	5
5.3 內標準溶液 A .....	5
5.4 內標準溶液 B .....	6
5.5 濃硫酸 .....	6
5.6 標準溶液 .....	6
6. 裝置 .....	6
7. 試樣製備 .....	7
8. 步驟 .....	7
8.1 試樣萃取 .....	7
8.2 硫酸淨化 .....	7
8.3 例行校正 .....	8
8.4 GC-MS 測定 .....	9
9. 結果表示 .....	11
9.1 評估 .....	11
9.2 測定內標準品的回收率 .....	12
9.3 干擾 .....	12
10. 試驗報告 .....	13
附錄 A (規定)以波峰評估法(PSE)積分 .....	14
附錄 B (參考)層析參數 .....	21
附錄 C (參考)方法可靠度 .....	23
參考資料 .....	24

# CNS (草-制 1150057):2026

## 前言

本標準係依據 2021 年發行之第 1 版 ISO 22818，不變更技術內容，制定成為中華民國國家標準者。

本標準係依標準法之規定，經國家標準審查委員會審定，由主管機關公布之中華民國國家標準。

依標準法第四條之規定，國家標準採自願性方式實施。但經各該目的事業主管機關引用全部或部分內容為法規者，從其規定。

本標準並未建議所有安全事項，使用本標準前應適當建立相關維護安全與健康作業，並且遵守相關法規之規定。

本標準之部分內容，可能涉及專利權、商標權與著作權，主管機關及標準專責機關不負責任何或所有此類專利權、商標權與著作權之鑑別。

## 簡介

氯含量大於 48 %，碳鏈為 C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub> 的短鏈氯化石蠟(SCCPs)，已列入斯德哥爾摩公約 (Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants) 之持久性有機污染物。

Short-chain chlorinated paraffins (SCCPs) (C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>; chlorine content > 48 %) are listed by the Stockholm Convention on Persistent Organic Pollutants.

在歐洲，依據 2019 年 6 月 20 日歐盟議會及歐盟高峰會之 EU 2019/1021 法規<sup>[1]</sup>，C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub> 氯化烴持久性有機污染物(SCCPs, CAS No.85535-84-8)禁止用於物品中，僅允許含有 SCCPs 重量濃度小於 0.15 % 的物品。

In Europe, according to REGULATION (EU) 2019/1021<sup>[1]</sup> of the European Parliament and of the Council of 20 June 2019 on persistent organic pollutants alkanes C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>, chloro [short-chain chlorinated paraffins (SCCPs)] (CAS no. 85535-84-8) as constituents of articles are prohibited. Articles containing SCCPs in concentrations lower than 0,15 % by weight are allowed.

另外，工業界的實務亦已將 C<sub>14</sub>-C<sub>17</sub> 烴類(即中碳鏈)氯化石蠟(MCCPs)列入限制。

Furthermore, it became industrial practice to restrict alkanes C<sub>14</sub>-C<sub>17</sub>, known as medium-chain chlorinated paraffins (MCCPs) as well.

SCCPs 與 MCCPs 在紡織品中係作為阻燃劑，在高分子中係作為塑化劑，而在皮革中則作為表面處理劑(finishing agents)。因為 SCCPs 與 MCCPs 在織物、塗層織物、塑膠印刷品、鈕扣及皮革標籤等物品中之使用，使其成為紡織品製造業與零售業的爭議。

SCCPs and MCCPs are used as flame retardants in textiles, as plasticizers in polymers and as finishing agents in leather. SCCPs and MCCPs are an issue for textile manufacturers and retailers due to their use within fabrics, coated fabrics, plastisol prints, buttons, leather patches, etc.

氯化石蠟的分析是一個巨大的挑戰，工業級的化合物通常為不同鏈長與不同氯化度的複雜混合物，該等不同碳鏈間(介於短鏈與中鏈)的混合物，其氣相層析分離會出現重疊部分，不同氯化度間亦然。不同氯化度的反應變化範圍很大。本標準規定使用氣相層析之負離子化學游離質譜法(GC-NCI-MS)步驟，以最常用混合物(59 % 氯化度的 SCCPs 及 55 % 氯化度的 MCCPs)所定義的校正標準品，採用 4 個 SCCPs 離子峰及 4 個 MCCPs 離子峰，以得到可比較的 SCCPs 與 MPPCs 結果。

The analysis of chlorinated paraffins is a great challenge. The technical compounds are always complex mixtures of substances with different chain lengths and different chlorination degrees. Gas chromatography (GC) separation of these mixtures show an overlapping part of chain length (between short and middle chained) and of chlorination degrees, too. The responses of the different chlorination degrees vary in a big range. This document describes a procedure to get comparable results for SCCPs and MCCPs with a defined calibration standard of the most typical used mixtures (59 % chlorination degree for SCCPs and 55 %

## CNS (草-制 1150057):2026

chlorination degree for MCCPs) and **using** four ion traces for SCCPs and four ion traces for MCCPs **with** gas chromatography negative ion chemical ionization mass spectrometry (GC-NCI-MS).

## 1. 適用範圍

本標準規定以溶劑萃取及氣相層析負離子化學游離質譜法(GC-NCI-MS)，測定紡織品(特別是高分子塗層的紡織品)、高分子印刷物及高分子(例：PVC)鈕扣中短鏈氯化石蠟(SCCPs: C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>)及中鏈氯化石蠟(MCCPs: C<sub>14</sub>-C<sub>17</sub>)的方法。

This document specifies a chromatographic method to determine the amount of short-chain chlorinated paraffins (SCCPs: C<sub>10</sub>-C<sub>13</sub>) and middle-chain chlorinated paraffins (MCCPs: C<sub>14</sub>-C<sub>17</sub>) in textile articles, especially in polymer of the coated fabrics, prints made of polymer and buttons made of polymer (e.g. polyvinylchloride) **by means of** solvent extraction and gas chromatography negative ion chemical ionization mass spectrometry (GC-NCI-MS).

## 2. 引用標準

下列標準因本標準所引用，成為本標準之一部分。下列引用標準適用最新版(包括補充增修)。

ISO 4787 Laboratory glassware – Volumetric instruments – Methods for testing of capacity and for use

## 3. 用語及定義

本標準並無用語及定義之規定。

## 4. 方法概要

試樣以甲苯萃取，接著以硫酸淨化，然後使用 GC-NCI-MS，以定義的校正標準品及 8 個典型的離子峰進行分析。

The test specimens are extracted with toluene, followed by a sulfuric acid clean-up. The analysis is carried out using GC-NCI-MS with a defined calibration standard and eight typical ion traces.

特別強調，此方法為慣用的方法，所有的步驟應按規定進行，步驟的改變會導致不同的結果。

It shall be emphasized that this method is a method of convention. All steps shall be performed as described. Variations in procedure induce deviant results.

## 5. 試劑

除另有規定外，應使用分析級化學品。

### 5.1 正己烷：CAS No. 110-54-3。

### 5.2 甲苯：CAS No. 108-88-3

### 5.3 內標準溶液 A

以靈丹(Lindane, CAS No. 58-89-9)作為內標準品，在正己烷中的濃度約為 100  $\mu$ g/mL。

Lindane, CAS no. 58-89-9 as internal standard in solution (IS), about  $\rho$  = 100  $\mu$ g of IS/ml in *n*-hexane.

#### 5.4 內標準溶液 B

內標準溶液 A 的 1:50 稀釋液，以靈丹(Lindane, CAS No. 58-89-9)作為內標準品，在正己烷中的濃度約為 2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

Dilute IS Solution A (5.3) 1 to 50. Lindane, CAS no. 58-89-9 as internal standard in solution (IS), about  $\rho = 2 \mu\text{g}$  of IS/ml in *n*-hexane.

#### 5.5 濃硫酸

CAS No. 7664-93-9；20 °C的濃度為 1.84 g/ml。

#### 5.6 標準溶液

譯注：這裏 ISO 有誤，全部都用正己烷，到這裡變成環己烷

5.6.1 氯化度 55.5 % 的 SCCPs：CAS No. 85535-84-8，工業級，在正己烷中的濃度為 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$

5.6.2 氯化度 63 % 的 SCCPs：CAS No. 85535-84-8，工業級，在正己烷中的濃度為 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$

5.6.3 氯化度 57 % 的 MCCPs：CAS No. 85535-85-9，工業級，在正己烷中的濃度為 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$

5.6.4 氯化度 52 % 的 MCCPs：CAS No. 85535-85-9，工業級，在正己烷中的濃度為 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$

備考：市場上有市售的溶液。

#### 6. 裝置

除下列裝置，應使用符合 ISO 4787 的一般實驗室設備及實驗室玻璃器皿。

The usual laboratory equipment and laboratory glassware, according to ISO 4787, shall be used, in addition to the following.

6.1 移液管：所要求的體積且為可調式移液管。

6.2 分析天平：精密度至少為 1 mg。

6.3 玻璃小試樣瓶：可使用適合溶劑萃取的蓋，緊密地密封(例：20 mL)。

tightly sealable with lids suitable for solvent extraction, e.g. 20 ml.

6.4 GC 用玻璃小試樣瓶：可使用適合硫酸淨化的蓋，緊密地密封(例：2 mL)。

6.5 超音波浴槽：可控制加熱，維持溫度在 60 °C 左右。

6.6. 蒸發裝置：例如，液面上方控制氣流的加熱塊，或具有控制真空度的真空旋轉蒸發器。

6.7 薄膜過濾裝置：孔寬為 0.45  $\mu\text{m}$

6.8 渦流攪拌器

6.9 振盪器：能確保所有相均勻混合。

備考：具有最低頻率為 5  $\text{s}^{-1}$ ，振幅長度為 2 cm ~ 5 cm 的水平振盪器，已證實是合適的。

Horizontal shaker with minimum frequency of 5  $\text{s}^{-1}$ , path length 2 cm to 5 cm has been found suitable

## 6.10 聯結負離子化學游離質譜選擇偵檢器的氣相層析系統(GC-NCI-MS)

備考：層析設備的說明詳見附錄 B。

## 7. 試樣製備

試樣應由單一材料型式組成(例：例：紡織品、高分子等)，其要分開測試。

The test specimen shall consist of a **single material type** (e.g. textile, polymer, etc.), which is tested separately.

考量偵測極限與定量極限，相同材料形式一起測試的試樣(或等質量)最多可達 3 份。

Up to 3 test specimens (of equal mass) of the same material type can be tested together taking into consideration the limits of detection and quantification.

## 8. 步驟

### 8.1 試樣萃取

- (a) 以分析天平稱量約(0.5±0.01) g 試樣，置入可密封的容器(6.3)中。
- (b) 加入 5 mL 甲苯(5.2)。如果試樣不能充分浸沒在萃取溶劑中，要添加更多的溶劑(5.2)，並將最終體積列入報告，供 SPPCs 與 MCCPs 含量的計算。
- (c) 緊密關閉容器，並在超音波浴槽(6.5)中，以 60 °C 萃取試樣(60 + 5) min。
- (d) 冷卻至室溫(低於 27 °C)。

About (0,50 + 0,01) g test specimen is weighed with the analytical balance (6.2) into a sealable vessel (6.3). Add 5 ml toluene (5.2). If the test specimen is not sufficiently immersed in the extraction solvent, add more solvent (5.2) and report the final volume for calculation of SCCPs and MCCPs amount. **Close** the vessel **tightly** and extract the test specimen at about 60 °C for (60 + 5) min in an ultrasonic bath (6.5). Cool down to room temperature (less than 27 °C).

### 8.2 硫酸淨化

- (a) 將 2 mL 甲苯萃出液(8.1)蒸發至乾。
- (b) 添加 2 mL 內標準溶液 B(5.4)。
- (c) 在渦流攪拌器(6.8)中攪拌 30 s，或在水平振盪器(5.9)中攪拌 5 min。
- (d) 以薄膜過濾裝置(6.7)將該溶液過濾。因內標準溶液濃度會受萃取方式的影響，且與 SCCPs/MCCPs 影響不同(因化學性質不同)，所以，內標準溶液應在過濾後再添加。
- (e) 取 1 mL 過濾液置入 GC 用玻璃小試樣瓶(6.4)中，並添加 0.5 mL 硫酸(5.5)，以水平振盪器振動 30 min，應確保所有相有效混合。
- (f) 在相分離後(亦可用離心)，取上層相(正己烷)0.5 mL 至另一個試樣瓶中。
- (g) 將試樣瓶密封，並分析該萃出液。

Evaporate 2 ml of the toluene extract ([8.1](#)) to dryness, add 2 ml IS solution B ([5.4](#)). Redissolve the residue by agitating for 30 s in the vortex agitator ([6.8](#)) or for 5 min in the horizontal shaker ([6.9](#)), filtrate the solution through a membrane filter ([6.7](#)). IS solution shall be added after extraction because its concentration can be affected

by the extraction in different ways than SCCPs/MCCPs (due to their different chemical properties). Take 1 ml of the filtrate and add 0,5 ml sulfuric acid (5.5) in a glass vial (6.4), shake for 30 min with horizontal shaker. An efficient mixing of the phases shall be ensured. After separation of the phases (optional centrifugation) put 0,5 ml of the upper phase (*n*-hexane) into another vial, seal the vial and analyse the extract.

### 8.3 例行校正

#### 8.3.1 製備 5 µg/mL 氯化度 59 % 的 SPPCs 標準溶液

將 53.3 µl 氯化度 55.5 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.1)及 46.7 µl 氯化度 63 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.2)，移入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

譯注： $(0.555 \times 53.3 + 0.63 \times 46.7) / 100 = 59.00$

Transfer 53,3 µl of SCCPs 55,5 % Cl standard solution (5.6.1) and 46,7 µl SCCPs 63 % Cl standard solution (5.6.2) into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.2 製備 50 µg/mL 氯化度 59 % 的 SPPCs 標準溶液

將 533 µl 氯化度 55.5 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.1)及 467 µl 氯化度 63 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.2)，移入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

譯注： $(533 \times 55.5 + 467 \times 63) / 1000 = 59.00$

Transfer 533 µl of SCCPs 55,5 % Cl standard solution (5.6.1) and 467 µl SCCPs 63 % Cl standard solution (5.6.2) into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.3 製備 75 µg/mL 氯化度 59 % 的 SPPCs 標準溶液

將 800 µl 氯化度 55.5 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.1)及 700 µl 氯化度 63 % 的 SCCPs 標準溶液(5.6.2)，移入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

譯注： $(800 \times 55.5 + 700 \times 63) / 1500 = 59$

Transfer 800 µl of SCCPs 55,5 % Cl standard solution (5.6.1) and 700 µl SCCPs 63 % Cl standard solution (5.6.2) into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.4 製備 5 µg/mL 氯化度 55 % 的 MPPCs 標準溶液

將 40 µl 氯化度 52 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.3)及 60 µl 氯化度 57 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.4)，置入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

譯注： $(40 \times 52 + 60 \times 57) / 100 = 55$

40 µl of MCCPs 52 % Cl standard solution (5.6.3) and 60 µl MCCPs 57 % Cl standard

solution (5.6.4) put into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.5 製備 50 µg/mL 氯化度 55 % 的 MPPCs 標準溶液

將 400 µl 氯化度 52 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.3)及 600 µl 氯化度 57 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.4)，置入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

400 µl of MCCPs 52 % Cl standard solution (5.6.3) and 600 µl MCCPs 57 % Cl standard solution (5.6.4) put into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.6 製備 75 µg/mL 氯化度 55 % 的 MPPCs 標準溶液

將 600 µl 氯化度 52 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.3)及 900 µl 氯化度 57 % 的 MCCPs 標準溶液(5.6.4)，置入 2 mL 的量瓶中，添加 40 µl 內標準溶液 A (5.3)，並以正己烷(5.1)稀釋至標線。

600 µl of MCCPs 52 % Cl standard solution (5.6.3) and 900 µl MCCPs 57 % Cl standard solution (5.6.4) put into a 2 ml volumetric flask. 40 µl IS solution A (5.3) is added and the flask is filled to mark with *n*-hexane (5.1).

#### 8.3.7 日常校正

必須參照 8.3.1~8.3.6，使用至少三點校正。這些校正溶液應個別單獨分析，要分別校正 SCCPs 及 MCCPs。

It is necessary to use at least a three-point-calibration, see 8.3.1 to 8.3.6, each of these calibration solutions shall be analysed separately. Calibrate SCCPs and MCCPs separately. 用內標準修正方式進行定量。

Perform quantification with internal standard correction.

對於較長時間的連續試驗，會需要超過 1 次的校正。要使用管制樣品(control samples)查核是否需要校正。

For long sequences it can be necessary to calibrate more than once. Check the necessity of calibration by using quality control samples.

### 8.4 GC-MS 測定

萃取液(8.2)應使用 GC-NCI-MS (6.10)進行分析，GC-NCI-MS 適用的方法範例詳見 B.1。

The extract (see 8.2) shall be analysed using GC-NCI-MS (6.10). An example of a suitable GC-NCI-MS method is given in B.1.

進樣系統應為清潔狀態且經最佳化，參照圖 B.1。

譯注：最佳化的圖為 B.1，ISO 可能有誤

Inlet system shall be in a clean state and optimized, see Figures in B.2.

表 1 中列出定量 SCCPs 與 MCCPs 所需使用的離子，表 2 則提到內標準品

寧丹(5.3)會使用的離子。

In [Table 1](#), the ions are listed which should be used for quantification of SCCPs and MCCPs. In [Table 2](#), the ions are mentioned, which can be used for the IS Lindane ([5.3](#)).

須進行下列步驟計算結果：

(a) 由該 3 個校正標準溶液，加總不同離子之定量波峰面積。

(1) SCCP :  $m/z$  347、 $m/z$  361、 $m/z$  375 及  $m/z$  389

(2) MPPC :  $m/z$  403、 $m/z$  417、 $m/z$  431 及  $m/z$  445

Sum up the **quantifier peak areas** of the different ions from the three calibration standards ( $m/z$  347,  $m/z$  361,  $m/z$  375 and  $m/z$  389 **for SCCP** and  $m/z$  403,  $m/z$  417,  $m/z$  431 and  $m/z$  445 **for MCCP**).

(b) 在考量內標準品的面積下，分別計算 3 個校正標準溶液的反應因子。

Calculate a response factor for each of the three calibration standards under consideration of the area of the internal standard.

(c) 樣品溶液以相同方式，加總不同離子之定量波峰面積，並建立反應因子。

Sum up the quantifier peak areas of the different ions **from the sample** and form a response factor in the same way.

(d) 以反應因子為 y 軸，校正標準溶液的濃度為 x 軸，繪製校正曲線。

Plot a calibration curve with the response factor on the y-axis and the concentration of the calibration standards on the x-axis.

(e) 以計算校正標準品的相同方法，計算樣品的反應因子，並使用校正曲線計算樣品濃度( $\mu\text{g/ml}$ )。

Calculate the response factor for the sample in the same way as for the calibration standards and calculate the concentration of the sample in  $\mu\text{g/ml}$  using the calibration curve.

(f) 在考量稀釋因子及取樣量下，決定 SCCP 及 MCCP 的含量( $\text{mg/kg}$ )。

Determine the amount of the SCCP and MCCP in  $\text{mg/kg}$  under consideration of the dilution factor and the sample amount.

即使缺少 1 個或數個(特定)鏈長的波峰，亦可研判該樣品有 SCCPs 及 MCCPs。

Even if one or more chain length peaks are missing, assume the test specimen as positive for SCCPs or MCCPs.

要得到定量結果，每個萃取液的圖譜波峰面積應小於最高的校正點，如果不是，則使用內標準溶液 B (5.4)稀釋至校正曲線的範圍內，或明確指出該結果大於校正結果，由於  $m/z$  375 的干擾， $\text{C}_{12}\text{Cl}_7$  的定性與定量離子可能也必須更換， $\text{C}_{17}\text{Cl}_7$  因為干擾及弱的反應，所以會是關鍵的化合物。

To get a quantitative result, each peak area of the extract chromatogram shall be below the highest calibration point, if not **dilute the extract** with IS solution B ([5.4](#)) **in this range** or specify the result is bigger than the calculated result.

C<sub>12</sub>Cl<sub>7</sub> qualifier and quantifier ions **could and should** be switched due to interferences of  $m/z$  375. C<sub>17</sub>Cl<sub>7</sub> can be critical due to interferences and low response.

表 1 SCCPs 及 MCCPs 的定量與定性荷質比

氯化石蠟類別	物質	定量離子 荷質比(m/z)	定性離子 荷質比(m/z)
SCCPs	C <sub>10</sub> Cl <sub>7</sub>	347	349
	C <sub>11</sub> Cl <sub>7</sub>	361	363
	C <sub>12</sub> Cl <sub>7</sub>	375	377
	C <sub>13</sub> Cl <sub>7</sub>	389	391
MCCPs	C <sub>14</sub> Cl <sub>7</sub>	403	405
	C <sub>15</sub> Cl <sub>7</sub>	417	419
	C <sub>16</sub> Cl <sub>7</sub>	431	433
	C <sub>17</sub> Cl <sub>7</sub>	445	447

表 2 靈丹內標準品(5.3)的定量與定性荷質比

內標準品靈丹	定量離子 荷質比(m/z)	定性離子 荷質比(m/z)
可能的離子	325	327
可能的離子	255	253
可能的離子	255	257

## 9. 結果表示

### 9.1 評估

波形評估(peak shape evaluation, PSE)業經成功檢定並使用，積分應依附錄 A 以波形評估來完成。實驗室間試驗及方法的可靠度結果詳見附錄 C。

The peak shape evaluation (PSE) have been successfully tested and used. The integration shall be done with PSE, in accordance with [Annex A](#). Results of an interlaboratory trial and the reliability of the method are shown in [Annex C](#).

在考量標準品的參考離子波形，評估樣品離子的波形後，將該波峰在標準品波峰的滯留時間內進行積分，此可避免干擾離子的重疊。不符合波形的波峰要剔除不納入積分。

After assessing the peak shape of the sample ion by **taking** the peak shape of the referring ion of the standard **into account**, the peak is integrated in the

retention time range of the standard peak. Overlays by interfering ions can thereby be avoided. Peaks with not matching peak shape are rejected and will not be integrated.

## 9.2 測定內標準品的回收率

萃出液中內標準品的回收率，相對於校正溶液的內標準品波峰面積須大於 60 %，如果未達回收率，則須重複 8.2 的步驟，而萃出液應使用 GC-NCI-MS 分析，如果第 2 次的回收率還是小於 60 %，則應於測試報告中註明。

The recovery of the internal standard in the extracts should be >60 % regarding to the area of the peak of the internal standard of the calibration. If the recovery is not sufficient, the step [8.2](#) of the procedure should be repeated and the extract shall be analysed using GC-NCI-MS. If the recovery is less than 60 % the second time, this should be noted in the test report.

## 9.3 干擾

### 9.3.1 MCCPs 的荷質比(masses)干擾

只有定量荷質比 431 與 445 的面積大於定量荷質比 403 或 417 的面積 10 %，且該荷質比並未受干擾(波形評估)方可進行定量，參照 A.2。

Quantifier masses 431 and 445 shall be quantified only if their area is above 10 % of the quantifier masses 403 or 417 and the masses are not disturbed (peak shape control). See [A.2](#).

C<sub>17</sub>C<sub>17</sub> 的定量離子( $m/z$  445)顯示反應非常低且會和 SCCPs 離子重疊，因此，如果發現受到 SCCPs 干擾，這些面積應剔除。

C<sub>17</sub>C<sub>17</sub> quantifier ( $m/z$  445) shows very low response and show overlay with SCCPs ions, therefore areas should be rejected, if interferences by SCCPs are noticed.

MCCPs 測定所使用的荷質比會受到高濃度 SCCPs (>1 %)的干擾，此時，MCCPs 的結果須設為 "n.t." 並附註："因受濃度超過 1 %的 SCCP 干擾，無法測定"

Masses used for MCCPs determination can be interfered by higher concentrations of SCCPs (> 1 %). In this case, the MCCPs result should be set to "n.t." with the comment: "*Cannot be determined due to interferences with SCCP in concentrations above 1 %*".

### 9.3.2 SCCPs 的荷質比干擾

C<sub>11</sub>C<sub>17</sub> 定量離子( $m/z$  363)會在高含量 MCCPs 下出現荷質比干擾，如果波形與滯留時間符合要求，則可以忽略定量/定性離子的比值差異，惟須在報告中註明。

C<sub>11</sub>C<sub>17</sub> qualifier ( $m/z$  363) can show a **massive interference** of high MCCPs contents. If peak shape and retention time fits it is possible to ignore the divergent quantifier/qualifier ratio. It should be noted in the test report.

C<sub>12</sub>C<sub>17</sub> 定量離子( $m/z$  375)在高含量 MCCPs 的下也會出現干擾，此時，要將定量離子與定性離子互換，並須於報告中註明。

C<sub>12</sub>C<sub>17</sub> quantifier ( $m/z$  375) can also show interferences on high MCCPs

contents, in this case quantifier and qualifier can be switched. It should be noted in the test report.

#### 10. 試驗報告

試驗報告應包括下列資訊：

- (a) 本標準編號
- (b) 完整識別試樣的必要細節
- (c) 收件日期與檢驗日期
- (d) 所測得之 SPPCs 與 MCCPs 含量，以 mg/kg 出具報告。
- (e) 應具體指出與評估協議或步驟差異之處。

deviations from agreement of evaluation or from the procedure should be specified

附錄 A

(規定)

以波峰評估法(PSE)積分

A.1 稀釋

整個離子圖譜(total ion chromatogram, TIC)的豐度(波峰高度),須大致在氯化度 59 % 的 SCCP 標準溶液及氯化度 55 % 的 MCCP 標準溶液(濃度為 50 µg/ml)之反應範圍內。

The total ion chromatogram (TIC) should be roughly in the range of the 59 % SCCPs-standard solution resp. 55 % MCCPs-standard solution (c = 50 µg/ml), concerning abundance (height).

譯注：豐度是特定的離子、分子或原子，其相對數量或強度在整個系統中所佔的比重。

A.2 波形評估(PSE)

(a) 所有波峰係參考校正標準品對應波峰(參照圖 A.1 至圖 A.8)進行滯留時間、波形及定量/定性比值的評估，

Peaks are evaluated with reference to the corresponding peaks of the calibration standard (see Figures A.1 to A.8), regarding: retention time, peak shape, quantifier/qualifier ratio.

(b) 應以目視評估波的最大分布範圍與整個波形。

Peak maxima distribution and whole shape shall be evaluated visually.

(c) 不符合的波峰須完全剔除(參見圖 A.4 及 A.8)

Non-matching peaks should be completely rejected, (see Figures A.4 and A.8).

(d) 部分符合的波峰：只將符合的面積進行積分(參照圖 A.3 的荷質比  $m/z$  347 範例及圖 A.7 的荷質比  $m/z$  431 範例)。

Partially matching peaks: only the matching area should be integrated (see Figure A.3 example for  $m/z$  347, and Figure A.7 example for  $m/z$  431).

(e) 將符合的波峰，在整個滯留時間(參照圖 A.2 及圖 A.6)範圍積分，如果有測得任何重疊或干擾，這些波要儘可能不列入積分。

Matching peaks are integrated over their complete retention time range (see Figure A.2 and Figure A.6). If any obvious overlays or interferences are detected, these should be excluded from integration as far as possible.

(f) 雖然 MCCPs 荷質比  $m/z$  445 與  $m/z$  447 顯示的反應低且波形並不明顯，如果還有其他 MCCPs 的典型離子波形，則在標準波峰(參照圖 A.6)的滯留時間範圍，積分離子圖譜中的荷質比  $m/z$  445 及  $m/z$  447。

MCCPs show low response for  $m/z$  445 and  $m/z$  447 and the shape is not so significant, if there are other typical shapes for the other ions of MCCPs, integrate the chromatograms of the ions  $m/z$  445 and  $m/z$  447 over the retention time range of

the standard peak (see Figure A.6).

### A.3 定量離子/定性離子比值

定量離子與定性離子的比值，須與標準品的比值一致(可有±30%的偏差)。

Quantifier/Qualifier ratio should be corresponding to the ratio of the standard (a deviation of ±30 % is acceptable).

C<sub>11</sub>Cl<sub>7</sub> 的定性離子荷質比(*m/z* 363)在高含量 MCCPs 下會出現過載，C<sub>12</sub>Cl<sub>7</sub> 的定量離子荷質比(*m/z* 375)在高含量 MCCPs 下也會出現干擾，C<sub>17</sub>Cl<sub>7</sub> 定量離子荷質比(*m/z* 445)顯示非常低的反應且與 SCCPs 離子會有重疊，因此，如發現受 SCCPs 干擾，則該等面積應排除。

C<sub>11</sub>Cl<sub>7</sub> Qualifier (*m/z* 363) can show a overload on high MCCPs contents. C<sub>12</sub>Cl<sub>7</sub> Quantifier (*m/z* 375) can also show interferences on high MCCPs contents. C<sub>17</sub>Cl<sub>7</sub> Quantifier (*m/z* 445) shows very low response and shows an overlay with SCCPs ions, therefore areas should be rejected, if interferences by SCCPs are noticed.

圖 A.1 中，可看到氯化度 59 %SCCPs 標準品的離子痕跡(ion traces)。

In [Figure A.1](#) the used **ion traces** of SCCPs standard 59 % Cl are seen.

圖 A.2 中，為匹配樣品與氯化度 59 %的 SPPCs 比對範例。

In [Figure A.2](#) examples for **matching samples** are compared with SCCPs standard 59 % Cl.

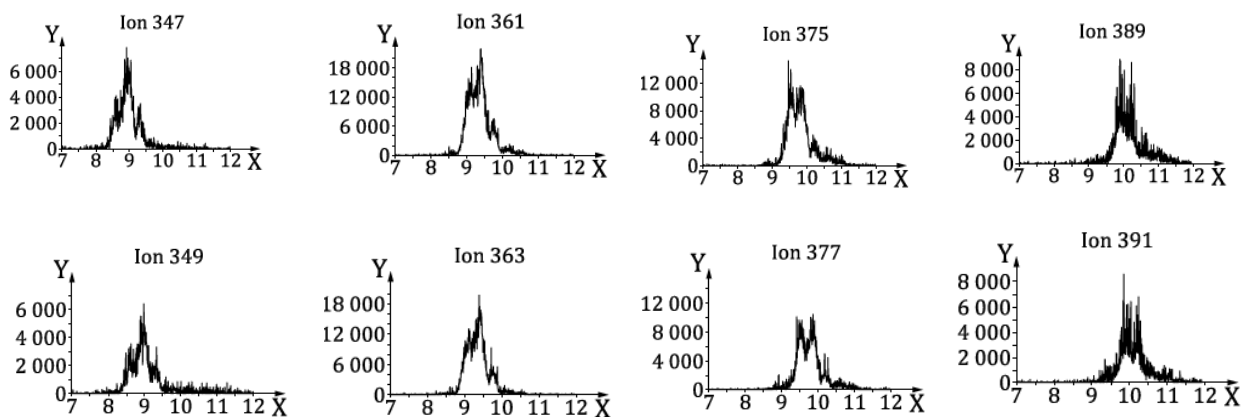
一直都是上方圖譜顯示標準品，下方圖譜顯示樣品。

Always the upper chromatogram shows the standard, the lower chromatogram shows the sample.

圖 A.3 中，為部分匹配樣品與氯化度 59 %的 SPPCs 比對範例。

圖 A.4 中，為非匹配樣品與氯化度 59 %的 SPPCs 比對範例。

In [Figure A.3](#) examples of **partly matched samples** are compared with SCCPs standard 59 % Cl. In [Figure A.4](#) examples of samples with no match are compared with SCCPs standard 59 % Cl.

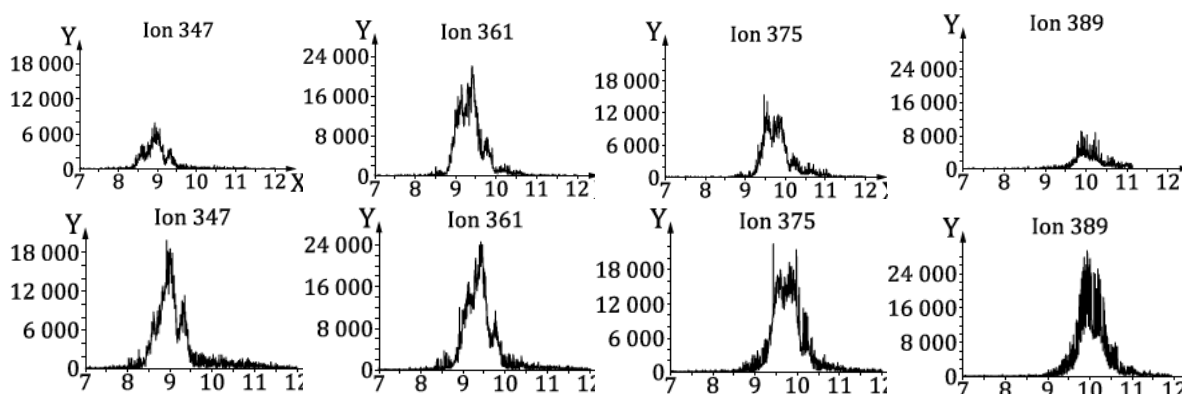


說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.1 氯化度 59 % 的 SPPCs 標準品離子痕跡



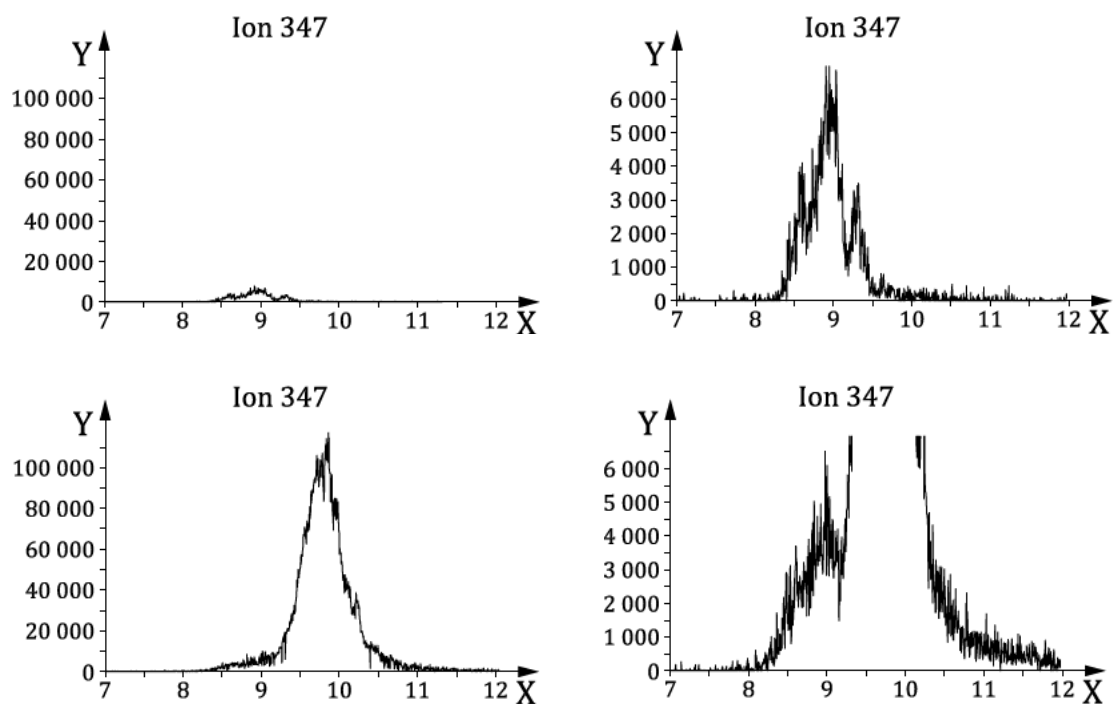
說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.2 匹配的樣品與氯化度 59 % 的 SPPCs 標準品比對範例

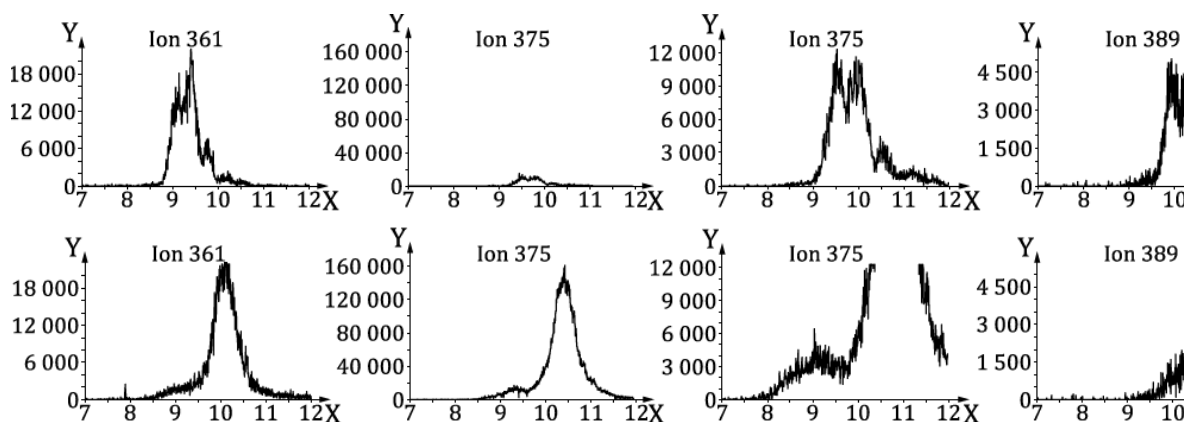
(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)



說明

Y 時間(min)  
X 豐度(計數值)

圖 A.3 部分匹配的樣品與氯化度 59 % 的 SPPCs 標準品比對範例  
(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)



說明

Y 時間(min)  
X 豐度(計數值)

圖 4 非匹配的樣品與氯化度 59 % 的 SPPCs 標準品比對範例  
(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)

圖 A.5 中，可看到氯化度 55 %MCCPs 標準品的離子痕跡(ion traces)。

In [Figure A.5](#) the used ion traces of MCCPs standard 55 % Cl are seen.

圖 A.6 中，為匹配樣品與氯化度 55 %的 MPPCs 比對範例。

In [Figure A.6](#) examples for matching samples are compared with MCCPs standard 55 % Cl.

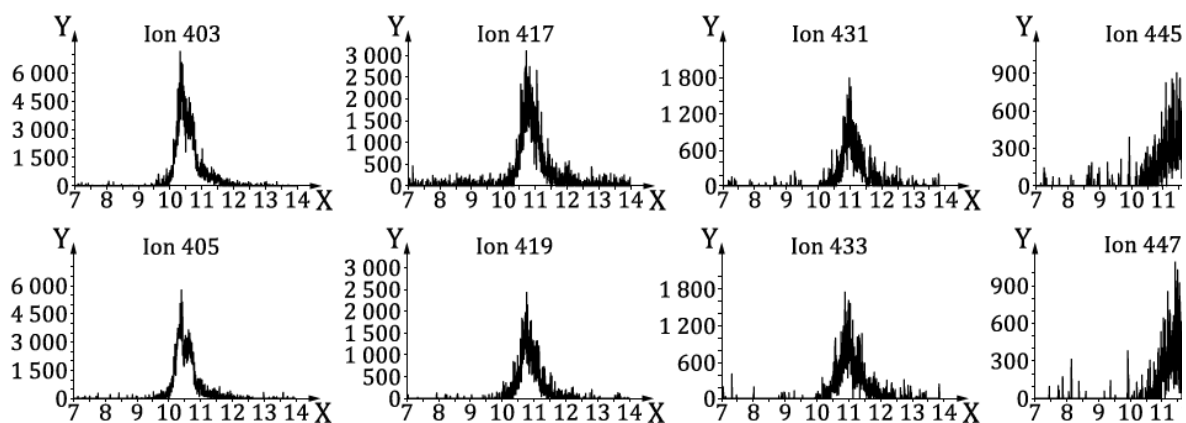
一直都是上方圖譜顯示標準品，下方圖譜顯示樣品。

Always the upper chromatogram shows the standard, the lower chromatogram shows the sample.

圖 A.7 中，為部分匹配樣品與氯化度 55 %的 MPPCs 比對範例。

圖 A.8 中，為非匹配樣品與氯化度 55 %的 MPPCs 比對範例。

In [Figure A.7](#) examples of partly matched samples are compared with MCCPs standard 55 % Cl. In [Figure A.8](#) examples of samples with no match are compared with MCCPs standard 55 % Cl.

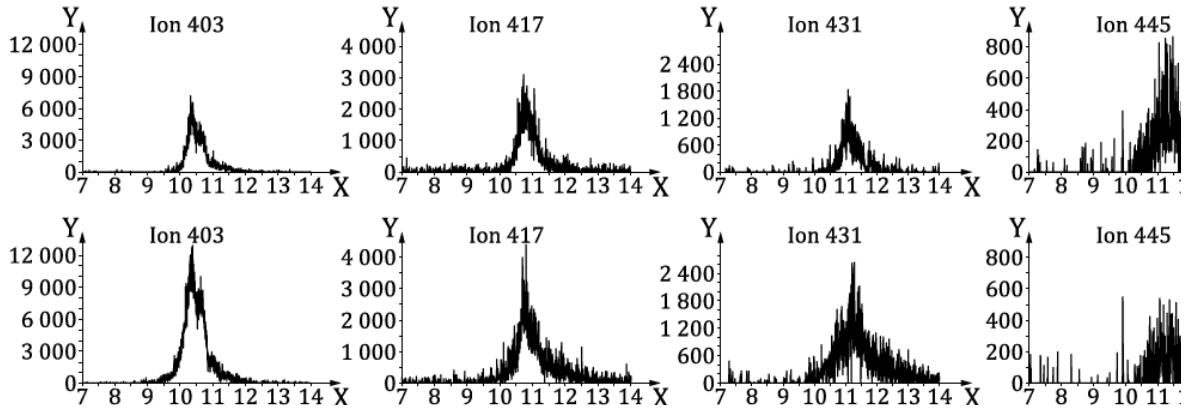


說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.5 氯化度 55 %的 MPPCs 標準品離子痕跡



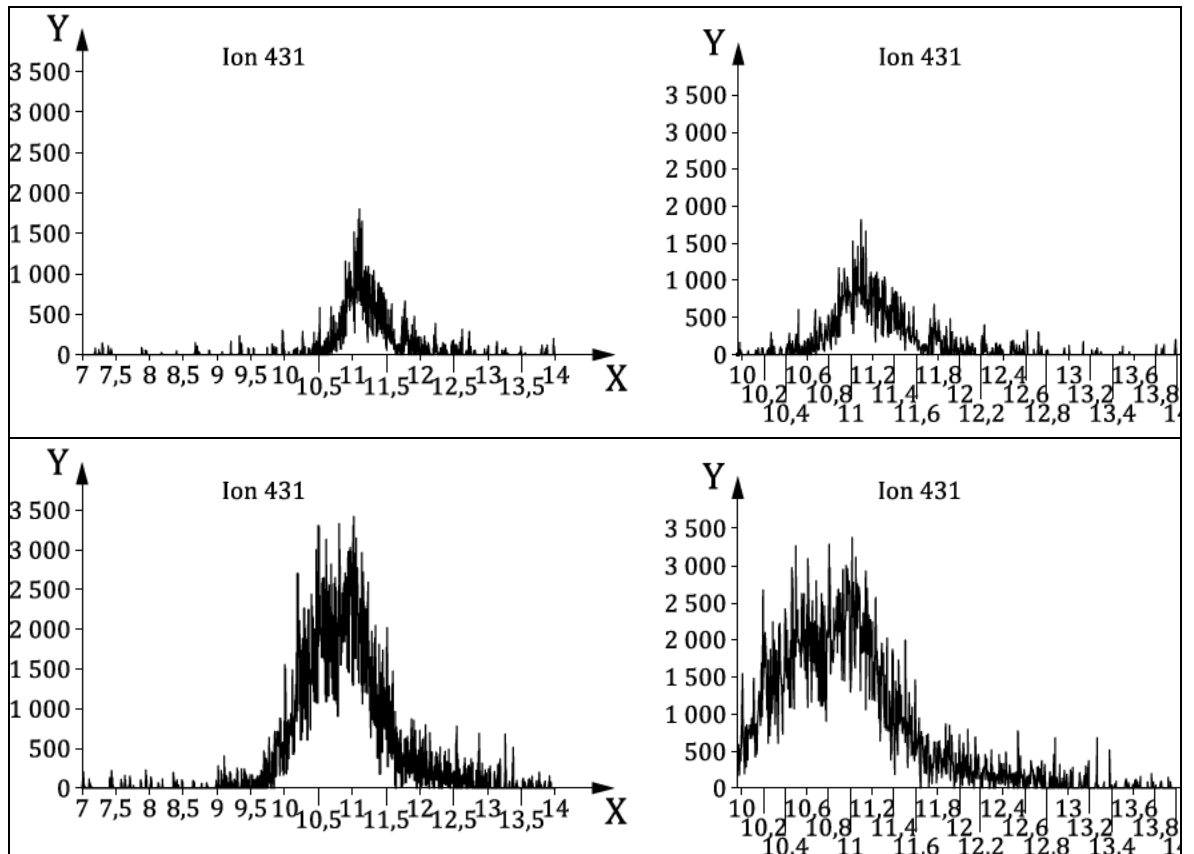
說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.6 匹配的樣品與氯化度 55 % 的 MPPCs 標準品比對範例

(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)



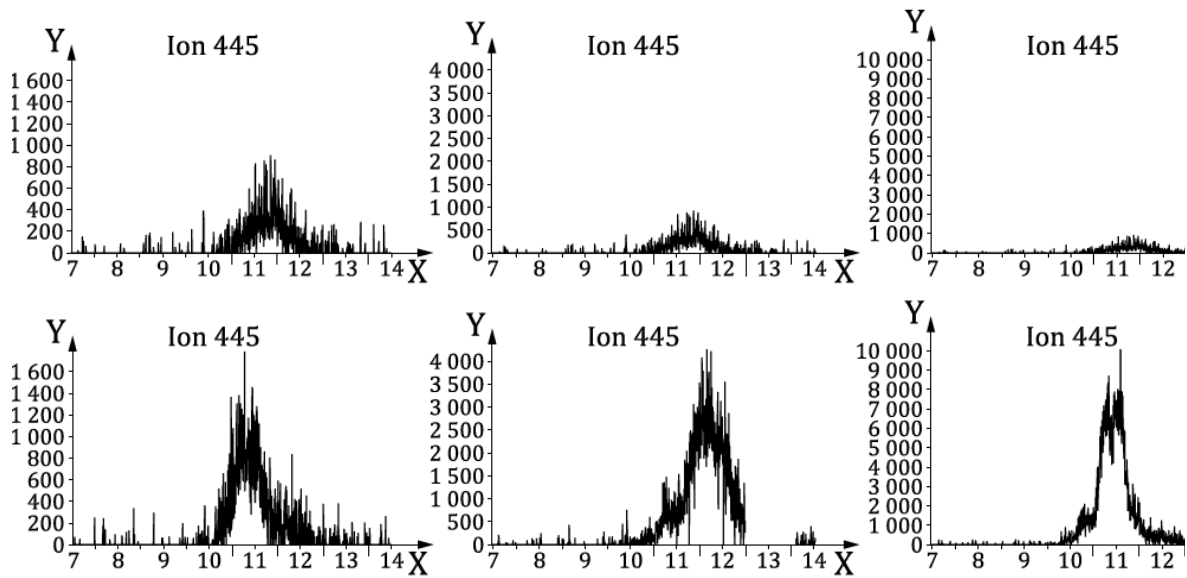
說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.7 部分匹配的樣品與氯化度 55 % 的 MPPCs 標準品比對範例

(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)



說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 A.8 非匹配的樣品與氯化度 59 % 的 SPPCs 標準品比對範例  
(上方圖譜為標準品，下方圖譜為樣品)

**附錄 B**  
(參考)  
層析參數

備考：參照參考資料[2]>

**B.1 建議的氣象層析質譜儀(GC-NCI=MS)條件**

1. 管柱                    5 %苯基烷基矽氧烷，例：DB-5 或同等品適用  
    長度：25 m  
    內徑：0.25 mm  
    膜厚：0.25 μm
2. 載氣                    氦氣  
    流速：1.2 mL/min
3. 注射器                溫度：250 °C  
    形式：不分流  
    分餾時間：1.5 min  
    注射體積：1 μl
4. 溫度程式            120 °C→以 12 °C/min 升溫至 300 °C→300 °C維持 5 min→溶劑  
    滯延 4min，全程 20 min
5. 質譜儀條件        輸送管溫度：280 °C  
    離子源溫度：150 °C  
    四極柱溫度：120 °C
6. 掃描參數            例：在質量 300 u~600 u 間掃描(Scan)，或使用選擇離子監測  
    (SIM)，或 SIM/Scan 混合
7. 化學游離(CI)      CI 氣體：甲烷 5.5 (CH<sub>4</sub>，純度：99.9995 %)  
    化學游離閥：40 %

**B.2 GC=NCI=MS 系統最佳化**

系統須為得到良好訊雜比予以最佳化。

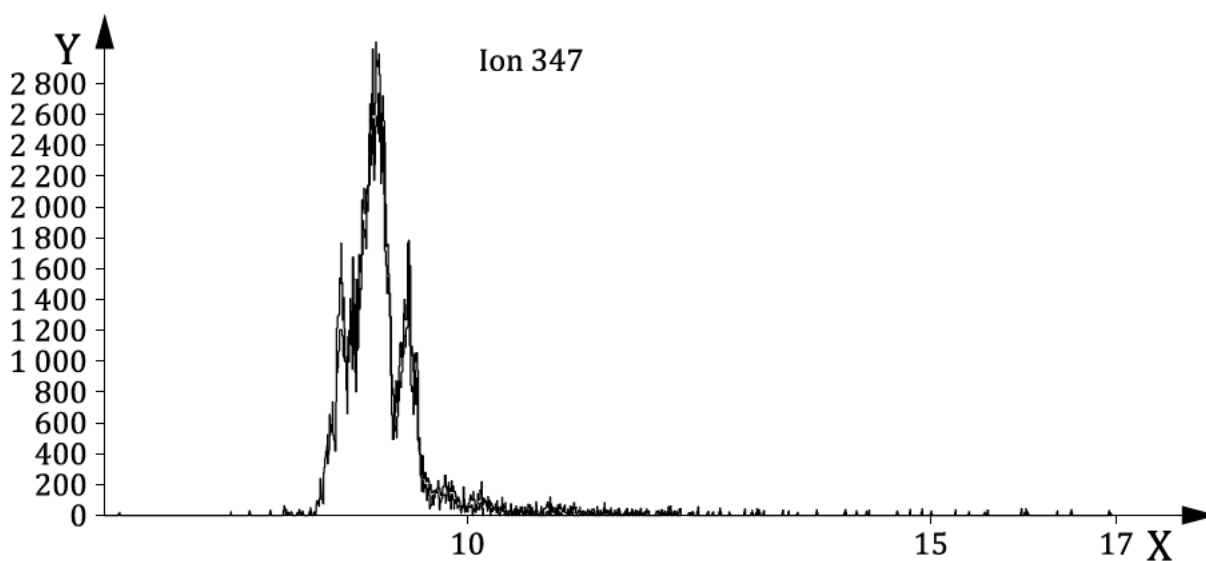
System should be optimized for good signal/noise ratio.

如果掃描速率未正確選擇，雜訊的基線會妨礙波形的解讀，此時，掃描速率須改為較快的設定。

If the scan-rate is not chosen correctly, the noisy baseline can prevent peak shape interpretation. In this case, scan rate should be changed to faster settings.

最佳化的系統範例如圖 B.1，未最佳化的系統如圖 B.2。

An example of an optimized system is shown in [Figure B.1](#) and of a non-optimized system in [Figure B.2](#).

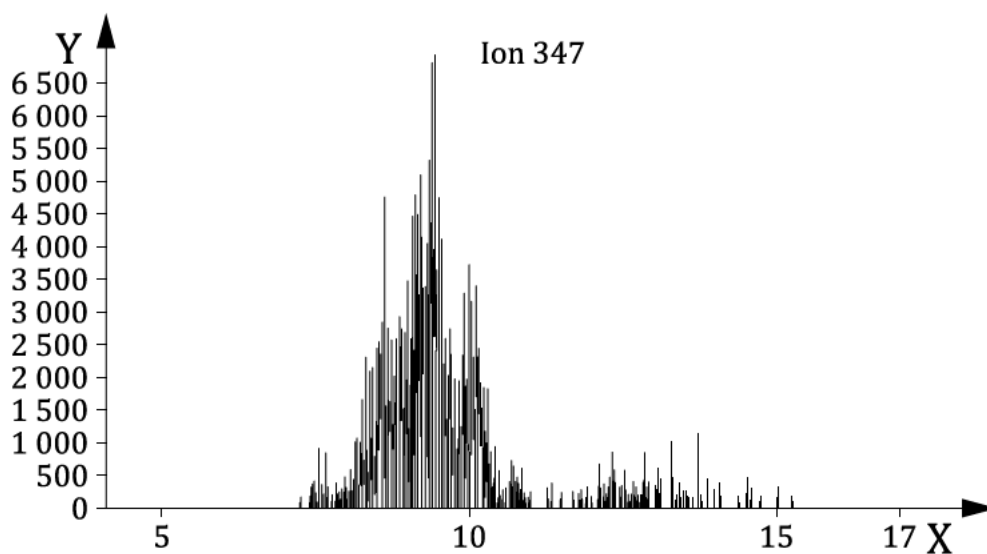


說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 B.1 最佳化的系統( $m/z$  347, 全掃描模式)



說明

Y 時間(min)

X 豐度(計數值)

圖 B.2 非最佳化的系統( $m/z$  347, 全掃描模式)

附錄 C  
(參考)  
方法可靠度

表 C.1 為 24 家實驗室，以 2 個紡織品的樣品，進行實驗室間試驗所得之資料。

The data shown in [Table C.1](#) have been obtained in a collaborative trial on two textile samples performed by 24 laboratories:

表 C.1 實驗室間試驗結果

材料	紡織品樣品	CPs	$\bar{x}$	RSD(%)	R	$S_R$
白色聚酯紡織品背材， 塗 PVC 金漆	樣品 A	SCCPs	424	18.7	230	82
具有 PVC 及 PU 薄層 的聚酯皮毛	樣品 B	SCCPs	1,610	16.2	744	266
白色聚酯紡織品背材， 塗 PVC 金漆	樣品 A	MCCPs	1,310	16.1	614	219
具有 PVC 及 PU 薄層 的聚酯皮毛	樣品 B	MCCPs	1,180	26.5	885	316
<p>所有結果以 mg/kg 或 % 表示。</p> <p>RSD = 相對標準差</p> <p>R = 再現性</p> <p><math>\bar{x}</math> = 平均值</p> <p><math>S_R</math> = 再現性標準差</p> <p>曾使用不同的 GC-MS，掃描式、SIM/Scan 混合式與只有 SIM 式之間有量測差異。</p> <p>Different GC-MS systems have been used, measurement varied between only Scan, SIM/Scan and only SIM detection.</p>						

參考資料

- [1] Regulation (EU) 2019/1021 of the European Parliament and of the Council of 20 June 2019 on persistent organic pollutants (Text with EEA relevance.)
- [2] ISO 18219, Leather – Determination of chlorinated hydrocarbons in leather – Chromatographic method for short-chain chlorinated paraffins (SCCP)

相對應參考標準

ISO 22818:2021 Textiles – Determination of short-chain chlorinated paraffins (SCCP) and middle-chain chlorinated paraffins (MCCP) in textile products out of different matrices by use of gas chromatography negative ion chemical ionization mass spectrometry (GC-NCI-MS)



中華民國國家標準

發行機關：經濟部標準檢驗局

局 址：臺北市中正區濟南路一段四號

電 話：(02)2343-1770

網 址：<https://www.bsmi.gov.tw>

編輯排版：文山彩藝有限公司

銷售網址：<https://www.cnsonline.com.tw>

定 價：依上開銷售網站公告之售價為準

GPN : 4911300047

本標準非經經濟部標準檢驗局同意不得翻印