

勞動部採樣分析建議方法

方法編號 TOSHA11165r0 (等級 A)

萘	Naphthalene	審查日期：103 年 3 月 21 日
容許濃度	參考資料：NIOSH 1501	8/15/1994 [1]
	OSHA 35	4/1982 [2]
勞動部：10 ppm	分子式：C ₁₀ H ₈	
OSHA：10 ppm	分子量：128.18	
NIOSH：10 ppm，第三類殺蟲劑	別名：—	
ACGIH：10 ppm	CAS No.：91-20-3	
(1 ppm = 5.24 mg/m ³ @ NTP)	RTECS No.：QJ0525000	
基本物性：		
固態，密度 1.025 g/mL @ 20 °C		
沸點：218 °C，熔點：80.2 °C		
蒸氣壓：0.03 kPa (0.2 mmHg) @ 25 °C		
閃火點：79 °C (174 °F) (閉杯測試)		
爆炸範圍：0.9~8% (v/v)		
採樣	分析	
採樣介質：Chromosorb 106 採樣管 (100 mg/50 mg)	儀器：GC/FID	
流 率：200 mL/min	分析物：naphthalene	
採樣體積：最小 1 L @ 10 ppm 最大 32 L	脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分，偶爾輕 微搖動	
樣本運送：例行性	注射量：1 µL	
樣本穩定性：28 天，室溫	溫度—注入口：230 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	—偵檢器：250 °C	
	—管 柱：180 °C (恆溫)	
	載流氣體：氮氣，10 mL/min	
準確度	管柱：ZB-WAX	
範圍：未確認	60 m × 0.53 mm ID，1 µm 毛細管柱	
偏差：未確認	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中	
總變異係數 (CV _T)：未確認	檢量線範圍：0.038~20.0 mg/mL	
準確度 (overall accuracy)：未確認	可量化最低量：0.038 mg/樣本	
	分析變異係數 (CV _a)：0.91%	
適用範圍：未確認。		
干 擾：未確認。		
安全衛生注意事項：二硫化碳 (閃火點 = -30 °C) 是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體。因此，在使用時，必須在排煙櫃中進行。詳閱物質安全資料表。		
註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。		

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：二硫化碳 (分析級)。
- 1.2 分析物：萘 (分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：Chromosorb 106 採樣管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[4]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~3000 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器 (FID)。
- 2.4 1.8 mL 及 4 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL、2 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結採樣管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[4]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率 200 mL/min，應採集的空氣體積約 2~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[4]之脫附效率。
- 4.1.2 將採樣管兩端切開，倒出後段採樣管之介質，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的採樣管內之介質上。添加量為 3.00~12.0 mg。
- 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

- 4.2.1 打開採樣管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段採樣管之介質倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段採樣管之介質倒入另一個 1.8 mL 的玻璃小瓶。
- 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 1 mL，立即蓋上瓶蓋。
- 4.2.3 放置 30 分，偶爾輕微搖動。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[4]之檢量線製作與品管。
- 5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.038~20.0 mg/mL。至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。

5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積 (或高度) 對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[4]之檢量線製作與品管。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/FID
管柱	ZB-WAX 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	10
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	180 (恆溫)

註：以 SHIMADZU GC2010 plus 為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化合物	滯留時間 (分)
二硫化碳	1.47
萘	3.77

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	變異係數 CV _a (%)
萘	10	57.3~229	3.00~12.0	98.1	0.91

*採樣介質為 SKC 226-110 Chromosorb 106 採樣管 (Lot 2844)。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀。

6.5 以波峰面積 (或高度)，自檢量線求出濃度乘以脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

7.計算

$$C = \frac{(W_f - B_f + W_b - B_b) \times 10^3}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg / m³)

V：採樣氣體體積 (L)

W_f：前段採樣管所含之分析物質量 (mg)

W_b：後段採樣管所含之分析物質量 (mg)

B_f：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B_b：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如 (W_b) > (W_f / 10) 即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法覆驗

	測 試 1	測 試 2*
儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	180 (恆溫)	180 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	400	340
氫氣	40	34
氮氣	10	8.7
平均脫附效率 (%)	98.1	98.3
分析變異係數 CV _a (%)	0.91	3.68
滯留時間 (分)	3.77	8.03

*測試 2 之管柱為 DB-WAX，60 m × 0.53 mm ID，1 μm

9.高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

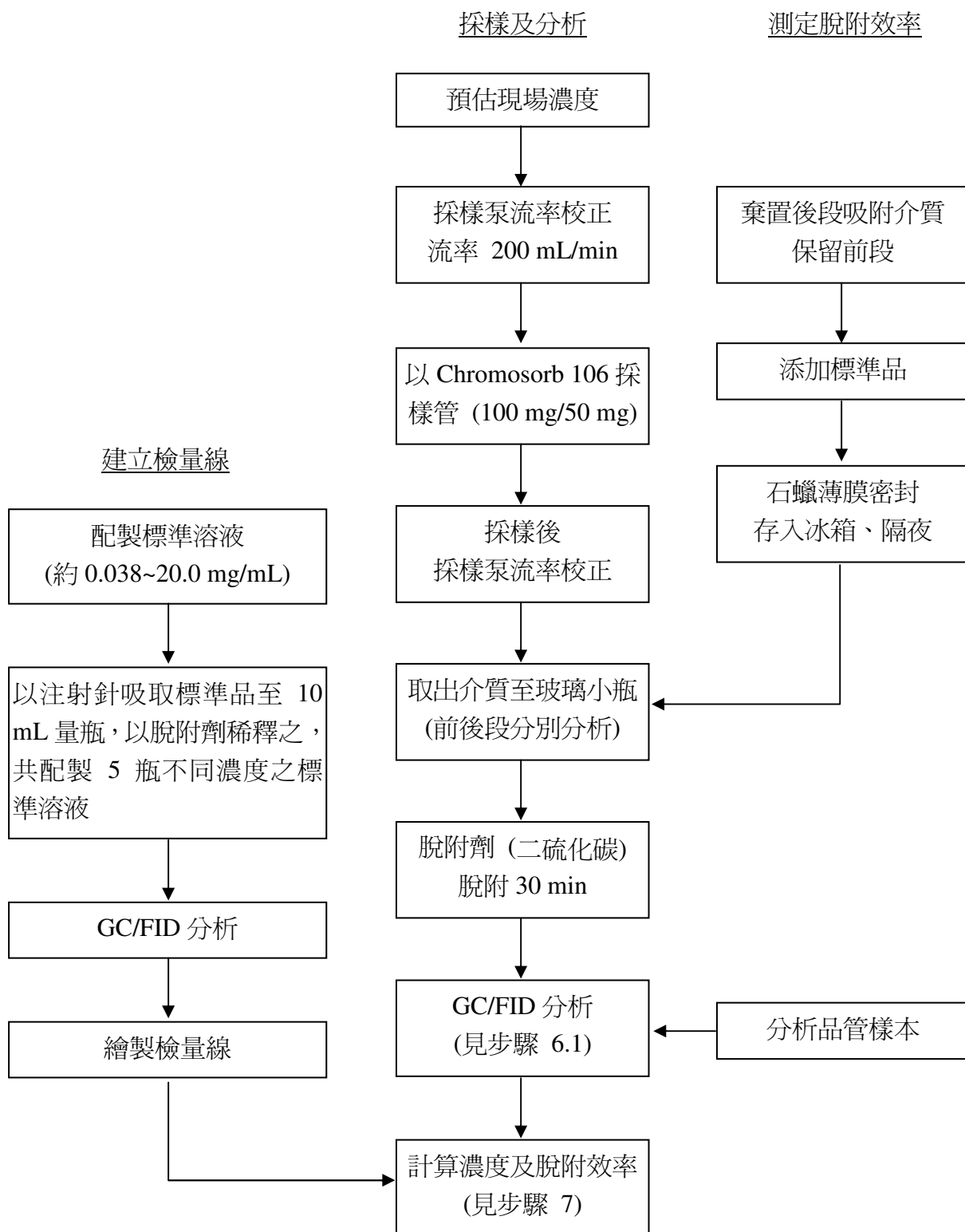
本方法評估是以注射針法產生標準氣體，並於 30±3°C，80±5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；萘溶解在二硫化碳中，配製比例為 1:1(w/w)，萘測試濃度為 20.0 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 480 分鐘後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

於高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本儲存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 100.0%，14 天相對回收率為 99.1%，21 天相對回收率為 101.4%，28 天相對回收率為 97.6%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 99.6%，14 天相對回收率為 101.2%，21 天相對回收率為 101.0%，28 天相對回收率為 96.8%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1501, 1994.
- [2] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. 35, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), April 1982.
- [3] 「勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準」，行政院勞工委員會，民國 99 年 1 月。
- [4] 「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」，行政院勞工委員會，民國 84 年 6 月。

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要數據

- 1.本分析方法是參照 NIOSH 1501 第四版及 OSHA 35 分析方法而成。
- 2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分

注射量：5 μ L

溫度—注入口：200 $^{\circ}$ C

—偵檢器：250 $^{\circ}$ C

—管 柱：120 $^{\circ}$ C

管柱：不繡鋼管柱，10 ft \times 1.8 in，3% SP-2100，填充 100/120 mesh 在 Supelcoport

載流氣體：氮氣，28 mL/min

標準樣本：萘溶於二硫化碳

測試範圍：4.96~19.7 mg/樣本

估計偵測極限：0.001~0.01 mg/樣本

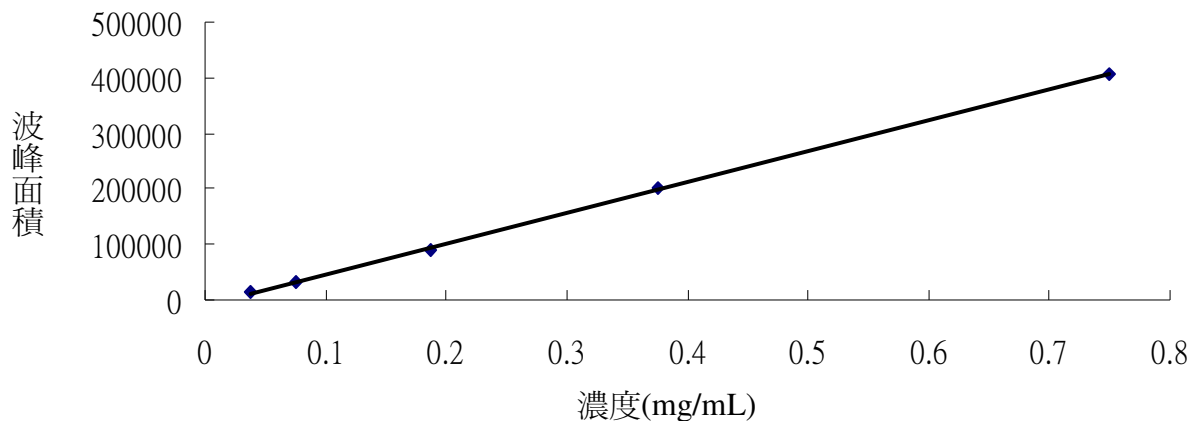
分析變異係數 (CV_a)：1.9%

表 1 分析方法覆驗

執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	180 (恆溫)	180 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	400	340
氫氣	40	34
氮氣	10	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.038~20.0	0.05~5.0
線性相關係數	0.999	0.998
平均脫附效率 (%)	98.1	98.3
分析變異係數 (%)	0.91	3.68

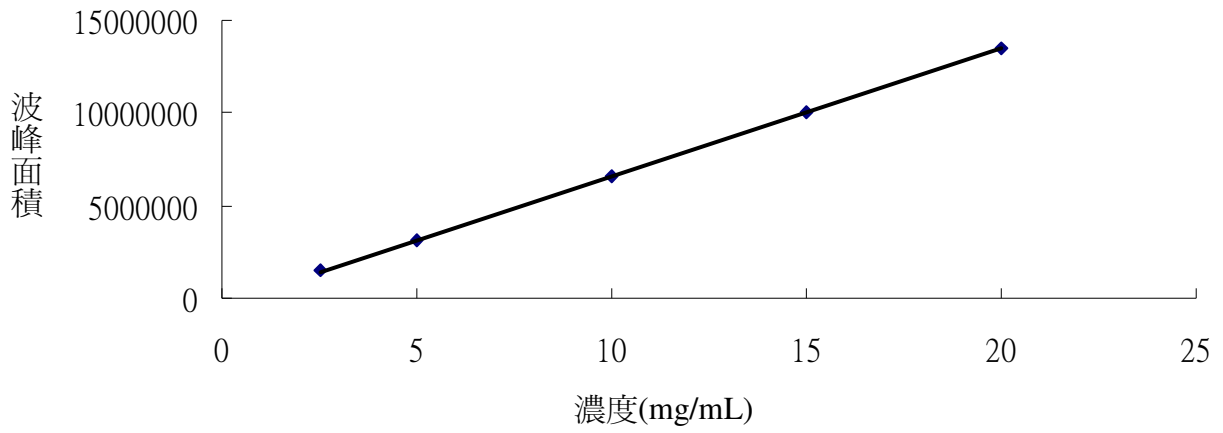
檢量線及層析圖譜

檢量線



編號	配製濃度 (mg)	計算濃度 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.038	0.040	6.48	
STD2	0.075	0.075	0.18	

STD3	0.188	0.179	4.59
STD4	0.375	0.383	2.15
STD5	0.75	0.748	0.27



編號	配製濃度 (mg)	計算濃度 (mg)	RPD%	r 值
STD6	2.50	2.55	2.15	0.99998
STD7	5.00	4.94	1.23	
STD8	10.0	10.0	0.003	
STD9	15.0	15.0	0.03	
STD10	20.0	20.0	0.06	

註：本檢量線共有 2 條檢量線

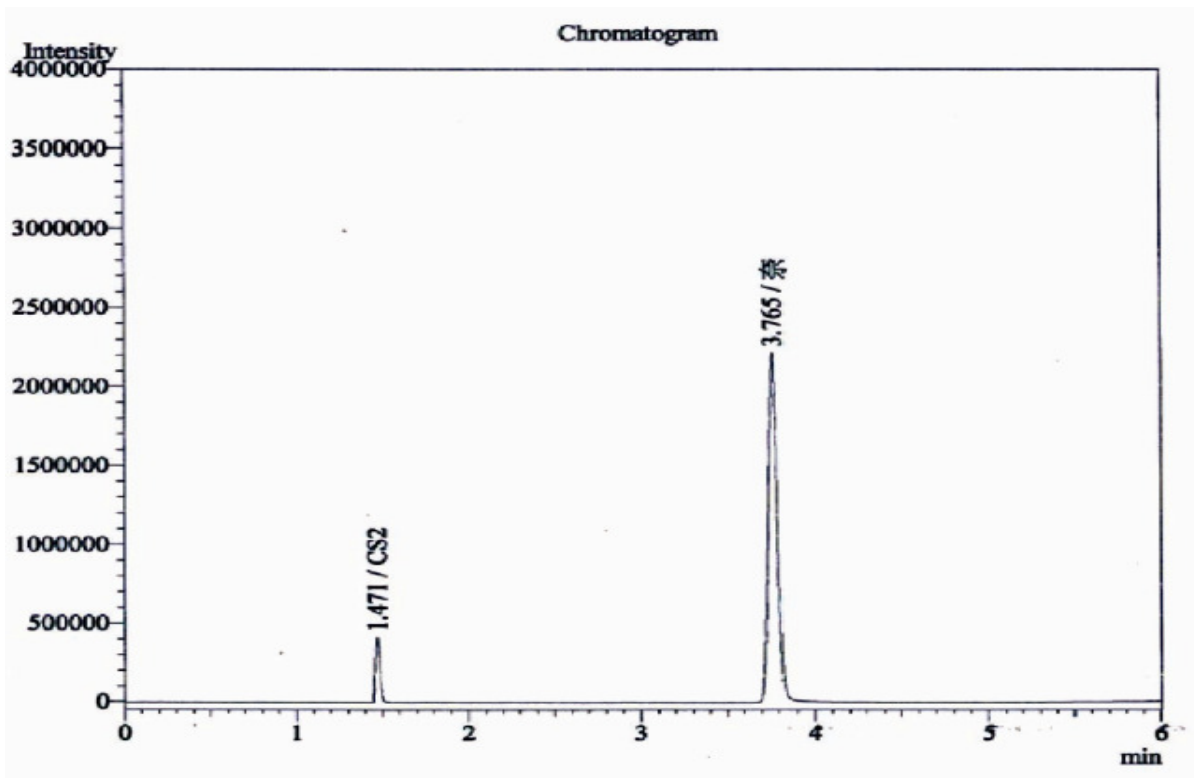


表 2 回收率 (或脫附效率)

	介質空白	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
	分析量 (mg)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)
1	0	3.00	2.91	96.9	6.00	5.85	97.5	12.0	11.6	96.6
2	0	3.00	3.02	100.8	6.00	5.85	97.5	12.0	11.6	96.6
3	0	3.00	3.02	100.8	6.00	5.85	97.6	12.0	11.6	96.8
4		3.00	3.04	101.2	6.00	5.88	98.0	12.0	11.6	96.5
5		3.00	3.00	100.0	6.00	5.88	98.0	12.0	11.6	96.5
6		3.00	3.00	100.0	6.00	5.86	97.6	12.0	11.6	96.7
平均值			3.00	100.0		5.86	97.7		11.6	96.7
標準偏差			0.04689			0.01403			0.01045	
變異係數			1.56%			0.24%			0.09%	

相當採樣體積 120 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 98.1%

分析變異係數 (CV_a) = 0.91%

表 3 樣本儲存穩定性測試

樣本測試日	冷藏 (4 °C)						室溫 (27 °C)						備註
	X ₁ (mg)	X ₂ (mg)	X ₃ (mg)	\bar{X} (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	X ₁ (mg)	X ₂ (mg)	X ₃ (mg)	\bar{X} (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	
第 1 天	6.00	6.03	5.90	5.98	100	0.0651	6.00	6.00	6.03	6.01	100	0.0182	
第 7 天	5.97	5.96	5.98	5.97	100.0	0.0096	6.01	5.97	5.98	5.99	99.6	0.0185	
第 14 天	5.90	5.84	6.03	5.92	99.1	0.1005	6.01	6.11	6.14	6.08	101.2	0.0672	
第 21 天	6.06	6.04	6.07	6.06	101.4	0.0129	6.03	6.08	6.10	6.07	101.0	0.0359	
第 28 天	5.83	5.86	5.82	5.83	97.6	0.0215	5.81	5.80	5.84	5.82	96.8	0.0241	

1. 樣本添加量 (X_0) = 6.00 mg，第 1 天測試回收率 (\bar{X}/X_0) = 100.0%， $\geq 75\%$ 。

2. 第 7 天以後測試結果的平均值應在第 1 天測試平均值的 90~110%，否則停止測試，並以上回測試日為樣本穩定儲存天數，若 28 天仍穩定，則以 28 天為最長之可穩定儲存天數。測試數據應一併註明 4 °C 或室溫。

表 4 分析方法可量化最低量測試

1. 預估可量化最低量

- a. 容許濃度 (PEL) $10 \text{ ppm} = 52.4 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量。
- b. 預估可量化最低量 2.6 mg ，以此預估可量化最低量為下表第 1 次測試量。

2. 確認分析方法可量化最低量

測試	測試量 (mg)	X_1 (mg)	X_2 (mg)	X_3 (mg)	\bar{X} (mg)	SD (mg)	CV (%)	$ \bar{X} - X_0 / X_0$ (%)
1	2.60	2.69	2.73	2.75	2.73	0.03265	1.20	4.78

- a. 樣本前處理最終溶液體積 1 mL 。
- b. 測試樣本變異係數 (CV) 須 $\leq 7\%$ ，且測試平均值與添加量的差異 ($|\bar{X} - X_0| / X_0$) 應 $\leq 20\%$ 。
- c. 若測定結果變異係數 $\leq 7\%$ ，與配製值之差異 $\leq 20\%$ ，則以該檢量線最低濃度與溶劑體積之乘積為本方法之可量化最低量。

圖 1 採樣介質破出測試

1. 實驗條件

- a. 測試濃度 $20.0 \text{ ppm} = 108 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量
- b. 最大採樣流率 0.2 L/min
- c. 測試溫度 $30 \pm 3^\circ\text{C}$ ，相對濕度 $80 \pm 5\% \text{ RH}$ 。

2. 實驗結果

- a. C_{in} ：流入採樣介質樣品氣體或蒸氣濃度。
- b. C_{out} ：流出採樣介質樣品氣體或蒸氣濃度。
- c. 將 $C_{\text{out}}/C_{\text{in}}$ 的比值對時間作圖。
- d. 當 $C_{\text{out}}/C_{\text{in}} = 0.05$ 時，即為破出時間，而破出體積 $48 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 0.2 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 240 \text{ min}$ 。
- e. 最大採樣體積 $32 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 48 \text{ L}$ 。

