

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號_____ (等級 A)

四氫呋喃	Tetrahydrofuran	審查日期：101.8.30
容許濃度	參考資料：NIOSH 1609	8/15/1994 [1]
勞委會：200 ppm		
OSHA：200 ppm	分子式：(CH ₂) ₄ O	
NIOSH：200 ppm；250 ppm (STEL)		
ACGIH：200 ppm；250 ppm (STEL)	分子量：72.11	
(1 ppm = 2.95 mg/m ³ @ NTP)		
基本物性：	別名：diethylene oxide；THF	
液態，密度 0.886 g/mL @ 20 °C		
沸點：66 °C，溶點：-108 °C	CAS No.：109-99-9	
蒸氣壓：19.3 kPa (145 mmHg；19% v/v) @ 20 °C	RTECS No.：LU5950000	
爆炸界限：2~11.8% (v/v)		
採樣	分析	
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	儀器：GC/FID	
流 率：10~200 mL/min	分析物：tetrahydrofuran	
採樣體積：最小 0.5 L @ 200 ppm	脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分，偶爾輕微搖動	
最大 6.8 L	注射量：1 µL	
樣本運送：例行性	溫度—注入口：230 °C	
樣本穩定性：28 天，室溫	—偵檢器：250 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	—管 柱：50 °C (恆溫)	
準確度	載流氣體：氮氣，10 mL/min	
範圍：323~1240 mg/m ³ (9 L)	管柱：ZB-WAX	
偏差：-3.9%	60 m × 0.53 mm ID，1 µm 毛細管柱	
總變異係數 (CV _T)：5.5%	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中	
準確度 (overall accuracy)：±12.6%	檢量線範圍：0.266~10.63 mg/mL	
	可量化最低量：0.266 mg/樣本	
	分析變異係數 (CV _a)：0.61%	
適用範圍：本方法是以 5 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 100~2600 mg/m ³ (34~880 ppm)。		
干 擾[1]：高濕度會降低破出體積。		
安全衛生注意事項：四氫呋喃 (閃火點 = -17 °C) 及二硫化碳 (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，必須是在排煙櫃中進行。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：四氫呋喃 (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：活性碳管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~200 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 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 10~200 mL/min，應採集的空氣體積約 0.5~6.8 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」之脫附效率。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 1.42~5.67 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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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」[3]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 0.266~10.63 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」[3]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	50 (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	2.30
丁酮	3.31

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 (%)
四氫呋喃	200	2.4~9.6	1.42~5.67	94.5	0.61

*採樣介質為 SKC 226-01 活性碳管 (Lot 2000)。

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：前段活性碳管所含之分析物質量 (mg)

W_b：後段活性碳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	50 (恆溫)	45 $\xrightarrow{16^\circ\text{C}/\text{分}}$ 80 (5 分) (1 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	45
氮氣	10	8.7(分流比 10:1)
平均脫附效率 (%)	94.5	94.1
分析變異係數 CV _a (%)	0.61	0.81
滯留時間 (分)	3.31	4.77

*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

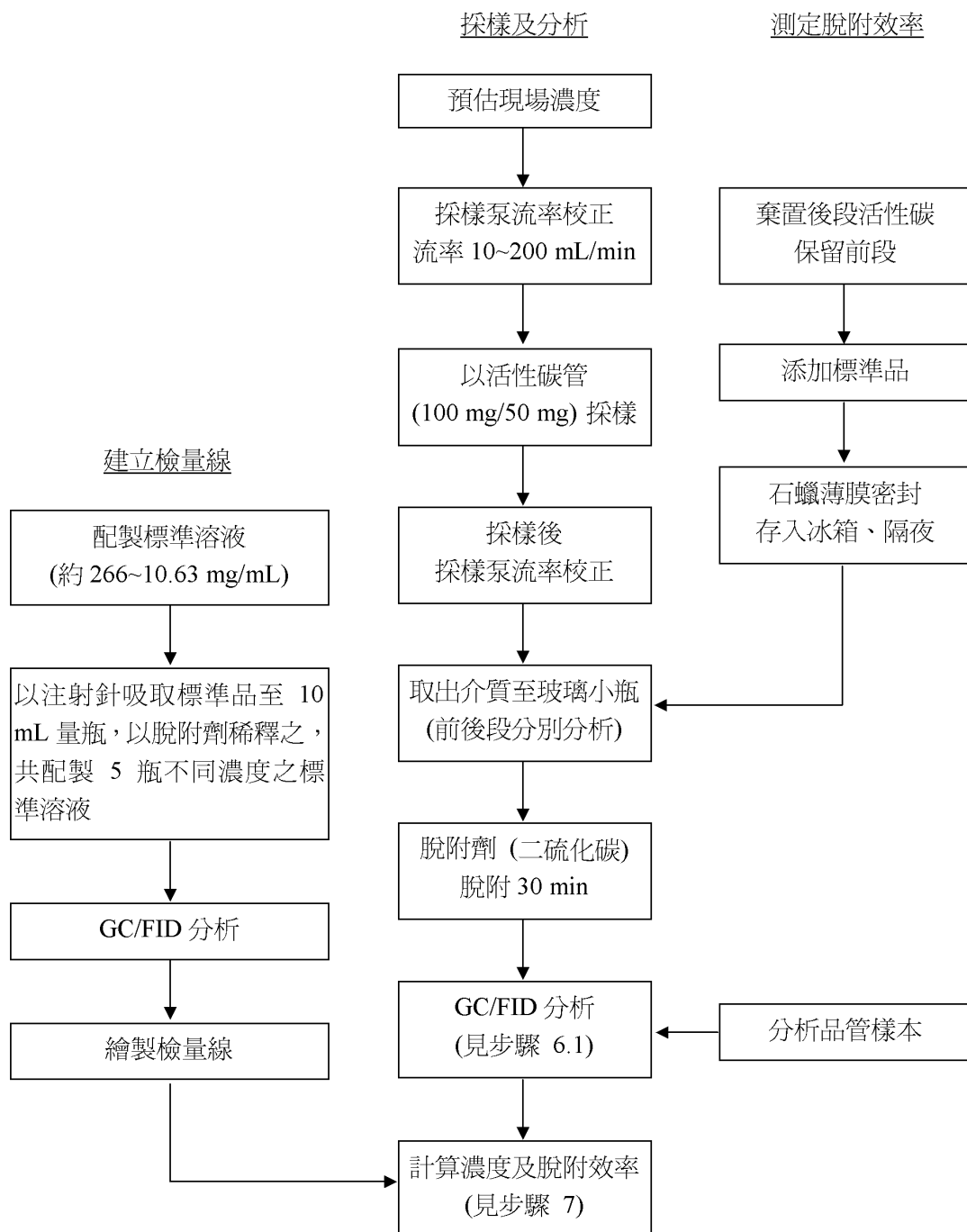
本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30±3°C，80±5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；丁酮測試濃度為 398 ppm，採樣流率為 100 mL/min，經 102 分鐘後，出現破出現象產生，故建議最大採樣體積為 6.8 L。

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 98.4%，14 天相對回收率為 98.8%，21 天相對回收率為 97.7%，28 天相對回收率為 92.9%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 98.5%，14 天相對回收率為 98.5%，21 天相對回收率為 96.8%，28 天相對回收率為 97.3%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] NIOSH Mannual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1609, 1994.
- [2] 「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。
- [3] 「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 1609 第四版分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：0.5 mL 二硫化碳，放置 30 分

注射量：5 μ L

溫度—注入口：190 $^{\circ}$ C

—偵檢器：250 $^{\circ}$ C

—管 柱：185 $^{\circ}$ C

管柱：不鏽鋼管柱，1.2 m $\times$ 6-mm OD，填充 50/80 mesh Porapak Q

載流氣體：氮氣，30 mL/min

標準樣本：四氫呋喃溶於二硫化碳

測試範圍：0.5~13 mg/樣本

估計偵測極限：0.05 mg/樣本

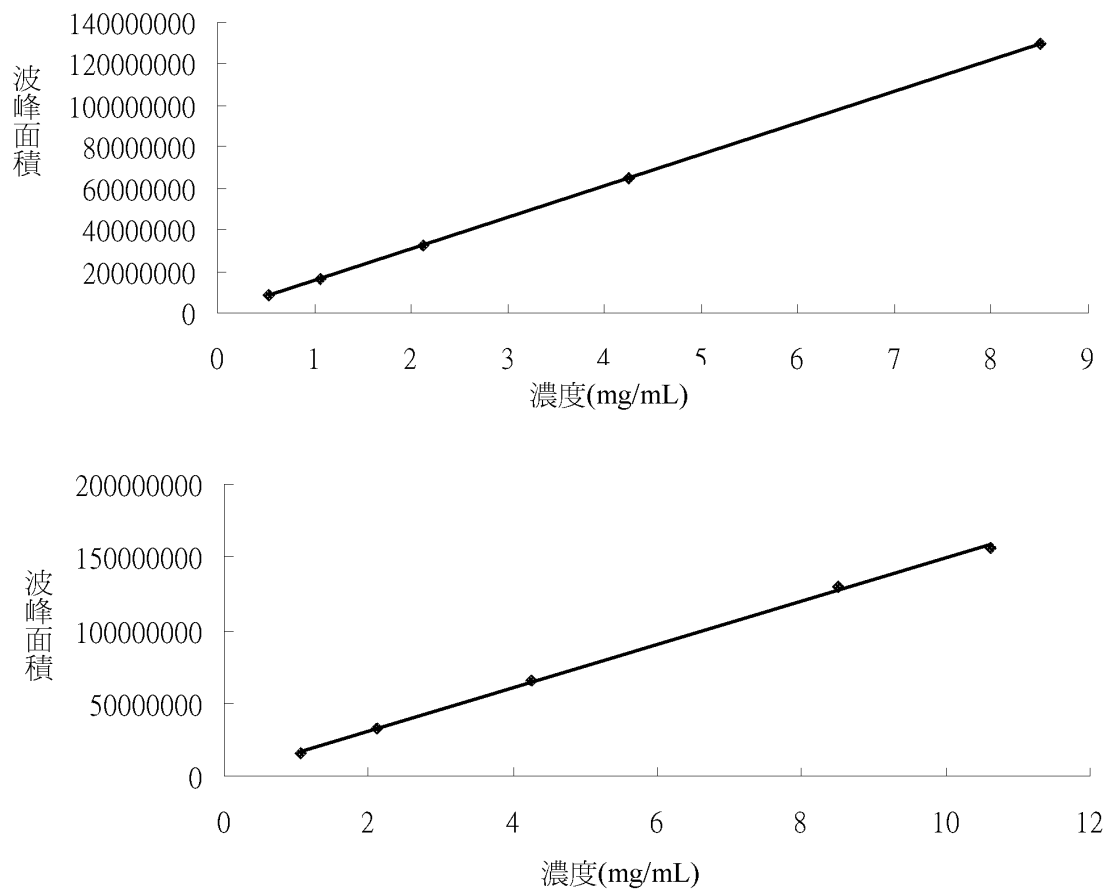
分析變異係數 (CV_a)：1.6%(3~11.8 mg/樣本)

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 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	50 (恆溫)	45 $\xrightarrow{16^{\circ}\text{C}/\text{分}}$ 80 (5 分) (1 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	45
氮氣	10	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.266~10.63	0.25~10.63
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	94.5	94.1
分析變異係數 (%)	0.61	0.81

檢量線及層析圖譜

檢量線



註：本檢量線為多段迴歸，共有 3 條檢量線

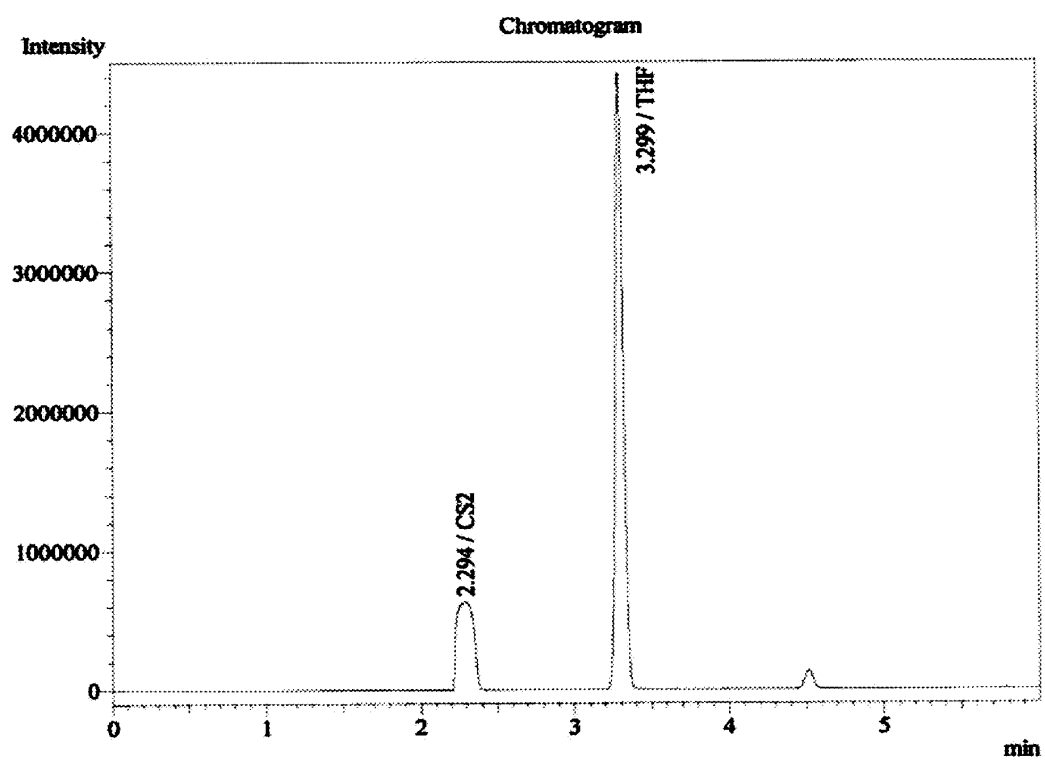


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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	1.42	1.31	92.3	2.84	2.69	95.0	5.67	5.51	97.1
2	0	1.42	1.32	93.1	2.84	2.67	94.3	5.67	5.40	95.3
3	0	1.42	1.30	91.7	2.84	2.68	94.6	5.67	5.45	96.2
4		1.42	1.32	92.8	2.84	2.66	93.8	5.67	5.47	96.4
5		1.42	1.31	92.6	2.84	2.69	95.0	5.67	5.52	97.4
6		1.42	1.31	92.2	2.84	2.69	94.8	5.67	5.47	96.5
平均值			1.31	92.5		2.68	94.6		5.47	
標準偏差			0.0070			0.0134			0.0417	
變異係數			0.53%			0.50%			0.76%	

相當採樣體積 5 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 94.5%

分析變異係數 (CV_a) = 0.61%

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	2.86	2.85	2.83	2.85	100	0.0126	2.82	2.80	2.81	2.81	100	0.0118	
第 7 天	2.79	2.83	2.79	2.80	98.5	0.0214	2.76	2.74	2.80	2.77	98.4	0.0290	
第 14 天	2.81	2.82	2.78	2.80	98.5	0.0249	2.84	2.72	2.78	2.78	98.8	0.0621	
第 21 天	2.80	2.74	2.73	2.76	96.8	0.0382	2.72	2.77	2.76	2.75	97.7	0.0229	
第 28 天	2.76	2.75	2.80	2.77	97.3	0.0259	2.57	2.68	2.58	2.61	92.9	0.0578	

1.樣本添加量 (X_0) = 2.84 mg，第 1 天測試回收率 ($\bar{X}/X_0$) = 99.7%，須 $\geq 75\%$ 。

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) $200 \text{ ppm} = 590 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量。
- b. 預估可量化最低量 0.31 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	0.31	0.31	0.31	0.31	0.31	0.0025	0.80	0.35

- 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。

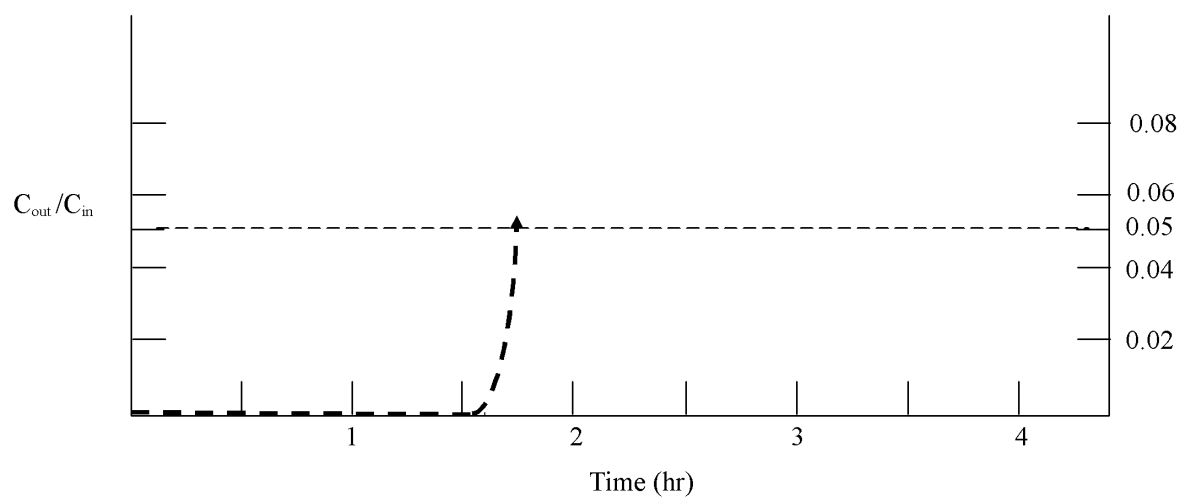
圖 1 採樣介質破出測試

1. 實驗條件

- a. 測試濃度 $398 \text{ ppm} = 1173.8 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，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 $10.2 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 0.1 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 102 \text{ min}$ 。
- e. 最大採樣體積 $6.8 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 10.2 \text{ L}$ 。



行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號_____ (等級 A)

丁酮	Methyl butyl ketone	審查日期：101.8.30
容許濃度	參考資料：NIOSH 2500	8/15/1994 [1]
勞委會：200 ppm	分子式：CH ₃ COCH ₂ CH ₃	
OSHA：200 ppm	分子量：72.11	
NIOSH：200 ppm；300 ppm(STEL)	別名：2-butanone; MEK	
ACGIH：200 ppm；300 ppm(STEL)	CAS No.：78-93-3	
(1 ppm = 2.95 mg/m ³ @ NTP)	RTECS No.：EL6475000	
基本物性：		
液態，密度 0.805 g/mL		
沸點：79.6 °C，溶點：-86 °C		
蒸氣壓：13 kPa (100 mmHg；13% v/v)@ 25 °C		
爆炸界限：2~11.8%(v/v)		
採樣	分析	
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	儀器：GC/FID	
流 率：10~200 mL/min	分析物：methyl butyl ketone	
採樣體積：最小 0.1 L @ 200 ppm	脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分，偶爾輕微搖動	
最大 9.6 L	注射量：1 µL	
樣本運送：例行性	溫度—注入口：230 °C	
樣本穩定性：28 天，冷藏	—偵檢器：250 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	—管 柱：50 °C (恆溫)	
準確度	載流氣體：氮氣，13 mL/min	
範圍：75~2250 mg/m ³	管柱：ZB-WAX	
偏差：未確認	60 m × 0.53 mm ID，1 µm 毛細管柱	
總變異係數 (CV _T)：3.8%	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中	
準確度 (overall accuracy)：±7.4%	檢量線範圍：0.04~14.4 mg/mL	
	可量化最低量：0.04 mg/樣本	
	分析變異係數 (CV _a)：0.57%	
適用範圍：本方法是以 3 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 17~560 ppm(50~1650 mg/m ³)。		
干擾[1]：丙酮及異丙醇之滯留時間會與丁酮相同，可使用質譜儀或不同管柱分析，例如，SP-1000 或 30 m × 0.32 mm ID，1 µm 之 DB-1 毛細管柱。		
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，必須是在排煙櫃中進行。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：丁酮 (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：活性碳管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~200 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 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 10~200 mL/min，應採集的空氣體積約 0.1~9.6 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」之脫附效率。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 1.44~5.76 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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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」[3]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 0.04~14.4 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」[3]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	13
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	50 (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	1.96
丁酮	3.21

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 (%)
丁酮	200	2.44~9.76	1.44~5.76	96.3	0.57

*採樣介質為 SKC 226-01 活性碳管 (Lot 2000)。

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：前段活性碳管所含之分析物質量 (mg)

W_b：後段活性碳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	50 (恆溫)	50 $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 70 (5 分) (2 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	45
氮氣	13	8.7
平均脫附效率 (%)	96.3	93.5
分析變異係數 CV _a (%)	0.57	0.37
滯留時間 (分)	3.21	5.04

*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

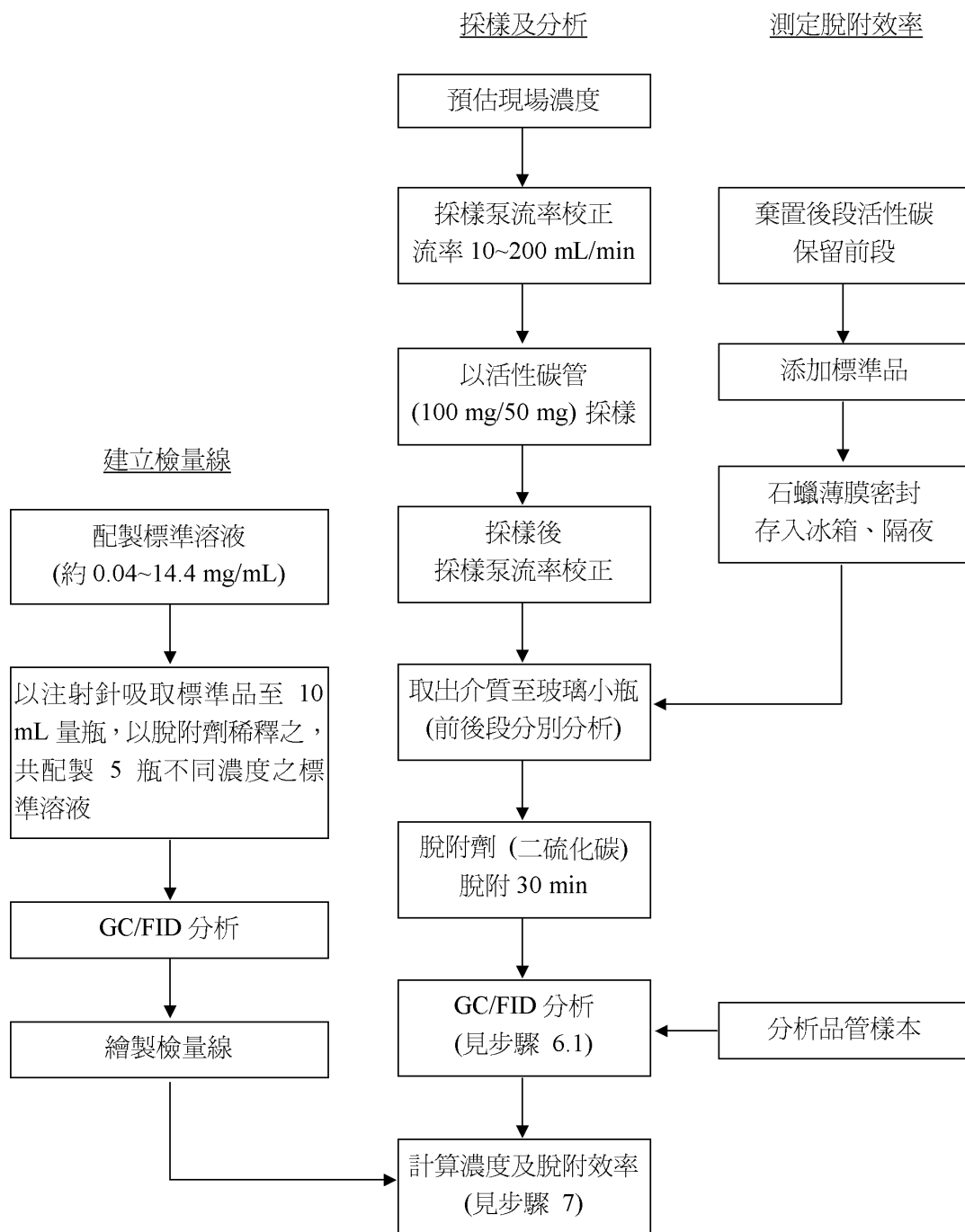
本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30±3°C，80±5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；丁酮測試濃度為 202 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 72 分鐘後，出現破出現象產生，故建議最大採樣體積為 9.6 L。

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 87.0%，14 天相對回收率為 82.0%，21 天相對回收率為 83.6%，28 天相對回收率為 74.6%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 93.0%，14 天相對回收率為 91.6%，21 天相對回收率為 91.1%，28 天相對回收率為 91.3%，表示表示樣本可於冷藏下穩定貯存 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2500, 1994.
- [2] 「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。
- [3] 「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 2500 第四版分析方法而成。

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：250 $^{\circ}$ C

—偵檢器：300 $^{\circ}$ C

—管 柱：55 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C/分}}$ 75 $^{\circ}$ C

管柱：玻璃或不鏽鋼管柱，4 m $\times$ 2- mm ID，填充 20% SP2100，0.1% Carbowax 1500 在 Supelcoport 100/120

載流氣體：氮氣或氬氣，25 mL/min

標準樣本：丁酮溶於二硫化碳

測試範圍：0.15~5 mg/樣本

估計偵測極限：0.004 mg/樣本

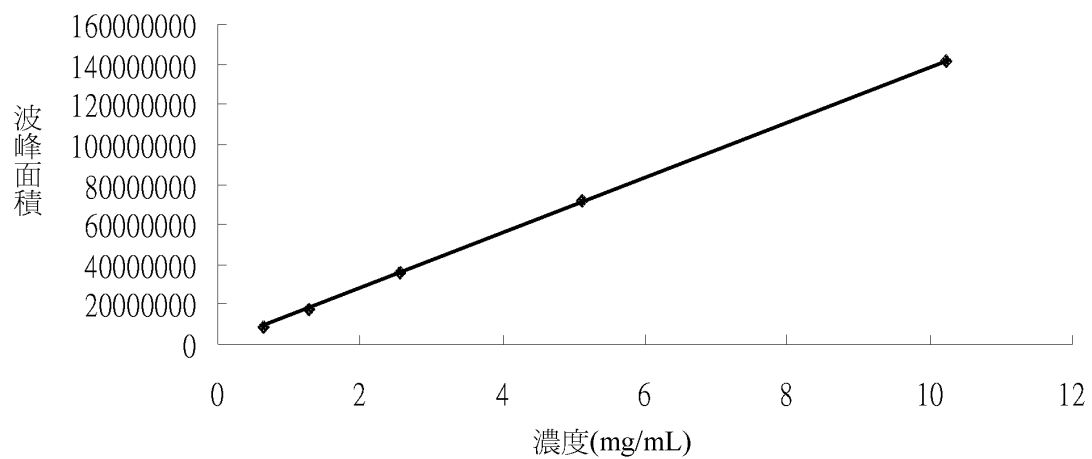
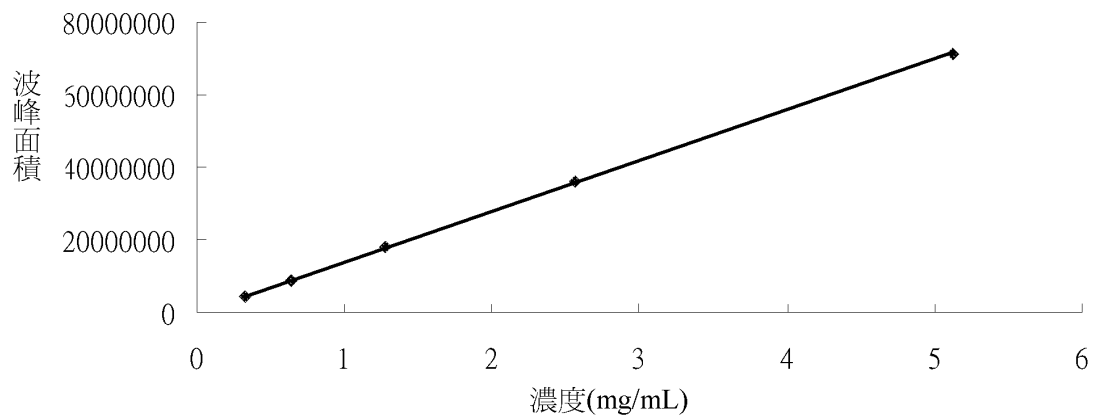
分析變異係數 (CV_s)：4%

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 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	50 (恆溫)	50 $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C/分}}$ 70 (5 分) (2 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氬氣	40	45
氮氣	13	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.04~14.4	0.04~14.49
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	96.3	93.5
分析變異係數 (%)	0.57	5.04

檢量線及層析圖譜

檢量線



註：本檢量線為多段迴歸，共有 6 條檢量線

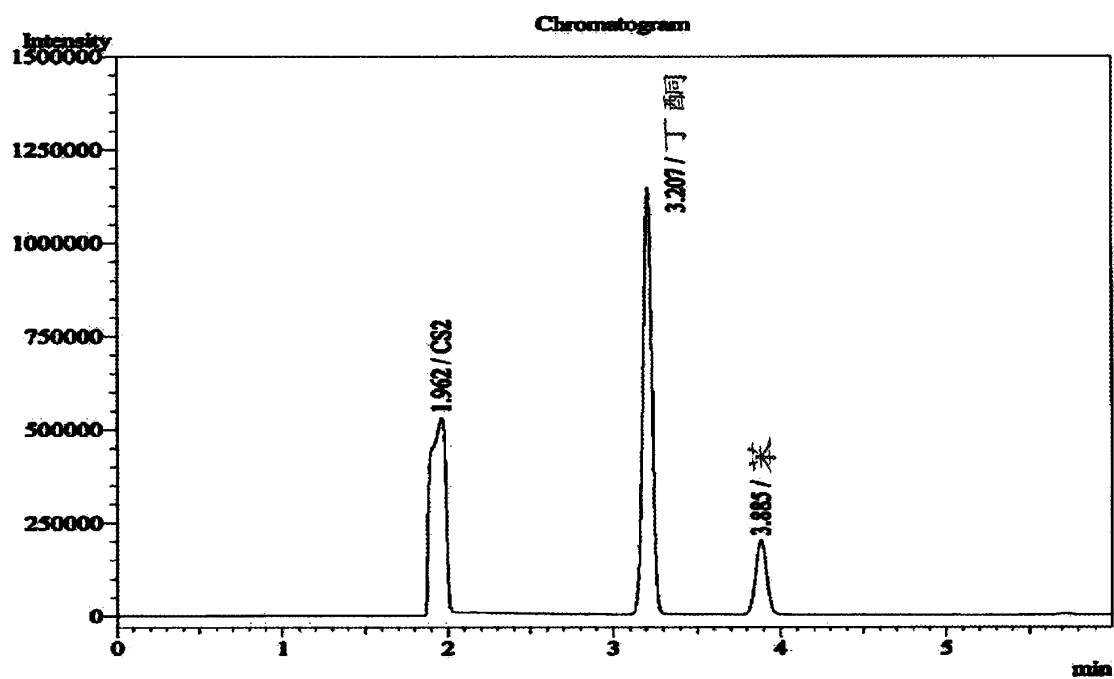


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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	1.44	1.36	94.5	2.88	2.77	96.1	5.76	5.64	97.8
2	0	1.44	1.36	94.3	2.88	2.76	95.7	5.76	5.68	98.6
3	0	1.44	1.35	93.7	2.88	2.78	96.4	5.76	5.67	98.4
4		1.44	1.36	94.4	2.88	2.76	95.9	5.76	5.66	98.3
5		1.44	1.35	93.9	2.88	2.80	97.3	5.76	5.67	98.5
6		1.44	1.35	93.9	2.88	2.82	97.9	5.76	5.67	98.4
平均值			1.36	94.1		2.78	96.5		5.66	98.3
標準偏差			0.0048			0.025			0.015	
變異係數			0.35%			0.89%			0.26%	

相當採樣體積 5 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 96.3%

分析變異係數 (CV_a) = 0.57%

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	2.87	2.85	2.86	2.86	100	0.0101	2.87	2.80	2.87	2.84	100	0.0415	
第 7 天	2.73	2.63	2.62	2.66	93.0	0.0586	2.41	2.50	2.50	2.47	87.0	0.0508	
第 14 天	2.60	2.59	2.67	2.62	91.6	0.0441	2.32	2.35	2.32	2.33	82.0	0.0129	
第 21 天	2.61	2.60	2.61	2.61	91.1	0.0057	2.33	2.37	2.43	2.38	83.6	0.0476	
第 28 天	2.64	2.55	2.64	2.61	91.3	0.0547	2.14	1.96	2.27	2.12	74.6	0.1560	

1.樣本添加量 (X_0) = 2.88 mg，第 1 天測試回收率 ($\bar{X}/X_0$) = 99.0%，須 $\geq 75\%$ 。

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) $200 \text{ ppm} = 590 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量。
- b. 預估可量化最低量 0.048 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	0.048	0.045	0.045	0.045	0.045	0.00029	0.64	6.46

- 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。

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號_____ (等級 A)

1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷	1,1,2-Trichloro-1,2,2,-trifluoroethane 審查日期：101.12.17
容許濃度 勞委會：1000 ppm OSHA：1000 ppm；1250 ppm(STEL) NIOSH：1000 ppm；1250 ppm(STEL) ACGIH：1000 ppm；1250 ppm(STEL) (1 ppm = 7.66 mg/m ³ @ NTP) 基本物性： 液態，密度 1.55 g/mL @ 20 °C 沸點：47.6°C，熔點：-35 °C 蒸氣壓：38 kPa (384 mmHg；51% v/v)@ 20 °C	參考資料：NIOSH 1020 8/15/1994 [1] 分子式：CCl ₂ F-CClF ₂ 分子量：187.38 別名：Freon 113, refrigerant 113, Freon TF CAS No.：76-13-1 RTECS No.：KJ4000000
採樣	分析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流 率：10~50 mL/min 採樣體積：最小 0.06 L @ 1000 ppm 最大 1.6 L 樣本運送：例行性 樣本穩定性：28 天，室溫 現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	儀器：GC/FID 分析物：1,1,2-trichloro-1,2,2,-trifluoroethane 脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分，偶爾輕 微搖動 注射量：1 µL 溫度—注入口：230 °C —偵檢器：250 °C —管 柱：60 °C (恆溫) 載流氣體：氮氣，3 mL/min (分流比 2:1) 管柱：ZB-WAX 60 m × 0.53 mm ID，1 µm 標準樣本：分析物溶於二硫化碳中 檢量線範圍：0.388~49.6 mg/mL 可量化最低量：0.388 mg/樣本 分析變異係數 (CV _a)：0.82%
準確度	
範圍：3875~15500 mg/m ³ (1 L) 偏差：1.05% 總變異係數 (CV _T)*：0.05 準確度 (overall accuracy)：11.1%	
適用範圍[1]：本方法是以 1.5 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 10~18000 mg/m ³ (1.3~2350 ppm)。	
干 擾[1]：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；1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷是一種麻醉劑，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。	

* CV_T：CVs 直接引用 5%而得。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：二硫化碳 (分析級)。
- 1.2 分析物：1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷 (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：活性碳管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~200 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 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 10~50 mL/min，應採集的空氣體積約 0.06~1.6 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」[3]之脫附效率。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 3.88~15.5 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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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」[3]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 0.388~49.6 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」[3]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	3 (分流比 2:1)
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	60 (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)
1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷	5.17
二硫化碳	5.68

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 (%)
1,1,2-三氯 -1,2,2-三氟乙烷	1000	0.51~2.0	3.88~15.5	96.4	0.82

*採樣介質為 SKC 226-01 活性碳管 (Lot 2000)。

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：前段活性碳管所含之分析物質量 (mg)

W_b：後段活性碳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	60 (恆溫)	60 $\xrightarrow{20^\circ \text{C} / \text{分}}$ 180 (3 分) (1 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	45
氮氣	3 (分流比 2:1)	8.7
平均脫附效率 (%)	96.4	102
分析變異係數 CV _a (%)	0.82	2.51
滯留時間 (分)	5.17	2.10

*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

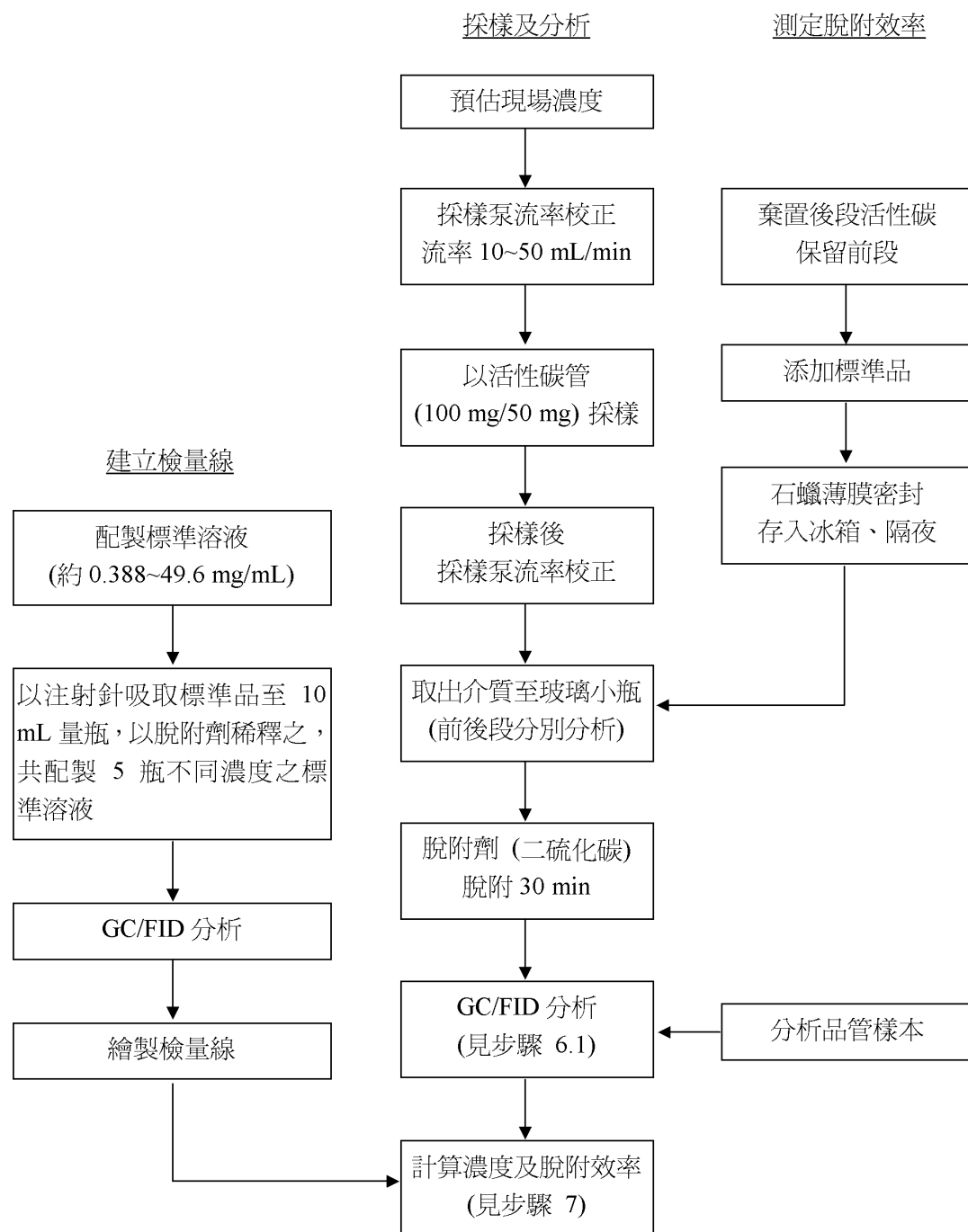
本方法評估是以注射針法產生標準氣體，並於 30±3°C，80±5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷測試濃度為 2008 ppm，採樣流率為 40 mL/min，經 60 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 1.6 L。

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 99.4%，14 天相對回收率為 95.7%，21 天相對回收率為 93.2%，28 天相對回收率為 90.0%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 100.5%，14 天相對回收率為 96.7%，21 天相對回收率為 93.5%，28 天相對回收率為 91.1%，表示樣本可於室溫下穩定貯存 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] NIOSH Mannual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1020, 1994.
- [2] 「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。
- [3] 「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 1020 第四版分析方法而成。

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：1 μ L

溫度—注入口：250 $^{\circ}$ C

—偵檢器：300 $^{\circ}$ C

—管 柱：32 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C/分}}$ 90 $^{\circ}$ C

管柱：DB-WAX/Stabilwax 毛細管柱，30 m $\times$ 0.32 mm ID，分流比，5:1

載流氣體：氮氣，1~2 mL/min

標準樣本：1,1,2-三氯-1,2,2-三氟乙烷溶於二硫化碳

測試範圍：0.015~14 mg/樣本

估計偵測極限：0.005 mg/樣本

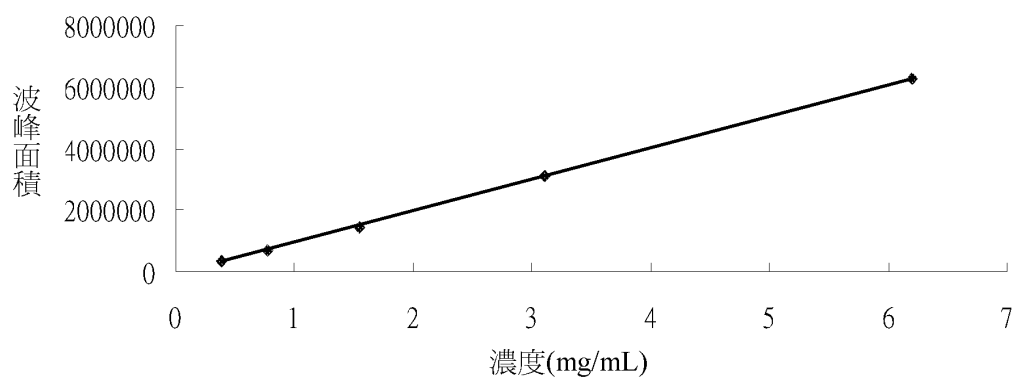
分析變異係數 (CV_s)：2%

表 1 分析方法覆驗

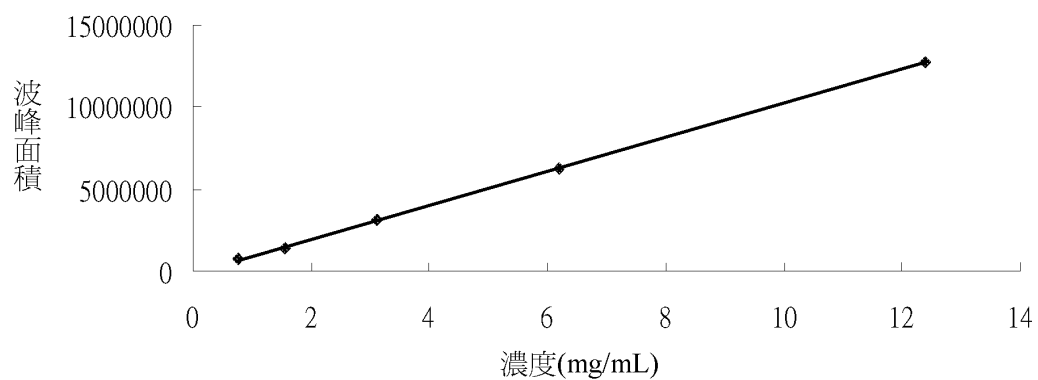
執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	60 (恆溫)	60 $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C/分}}$ 180 (3 分) (1 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	45
氮氣	3 (分流比 2:1)	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.388~49.6	0.248~24.8
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	96.4	102
分析變異係數 (%)	0.82	2.51

檢量線及層析圖譜

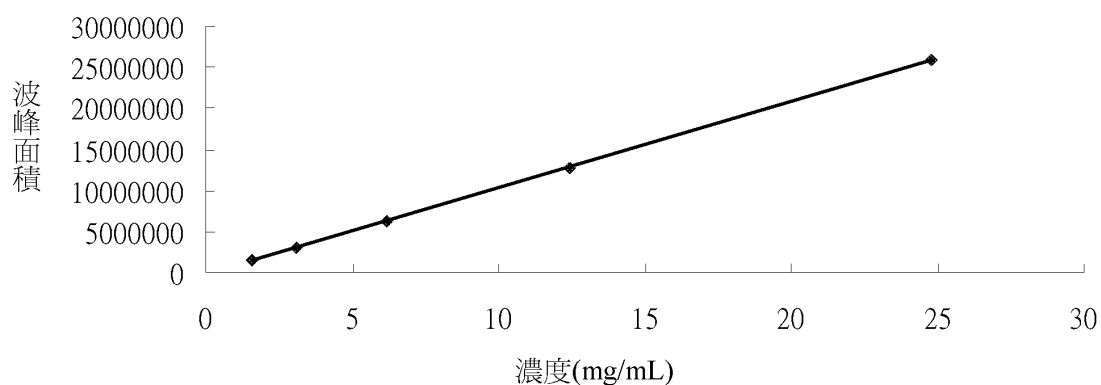
檢量線



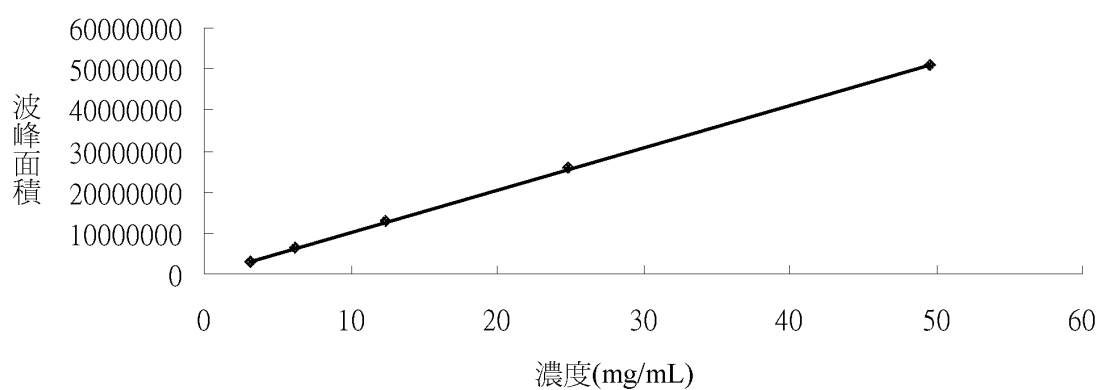
編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.388	0.412	6.38	0.99991
STD2	0.775	0.777	0.31	
STD3	1.55	1.50	3.33	
STD4	3.10	3.13	0.87	
STD5	6.20	6.20	0.04	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD2	0.775	0.809	4.43	0.99997
STD3	1.55	1.52	1.95	
STD4	3.10	3.12	0.80	
STD5	6.20	6.15	0.79	
STD6	12.4	12.4	0.16	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD3	1.55	1.58	1.98	0.99998
STD4	3.10	3.16	2.00	
STD5	6.20	6.14	0.91	
STD6	12.4	12.3	0.65	
STD7	24.8	24.8	0.18	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD4	3.10	2.99	3.50	0.99990
STD5	6.20	6.05	2.36	
STD6	12.4	12.4	0.02	
STD7	24.8	25.3	1.87	
STD8	49.6	49.4	0.41	

註：本檢量線為多段迴歸，共有 4 條檢量線

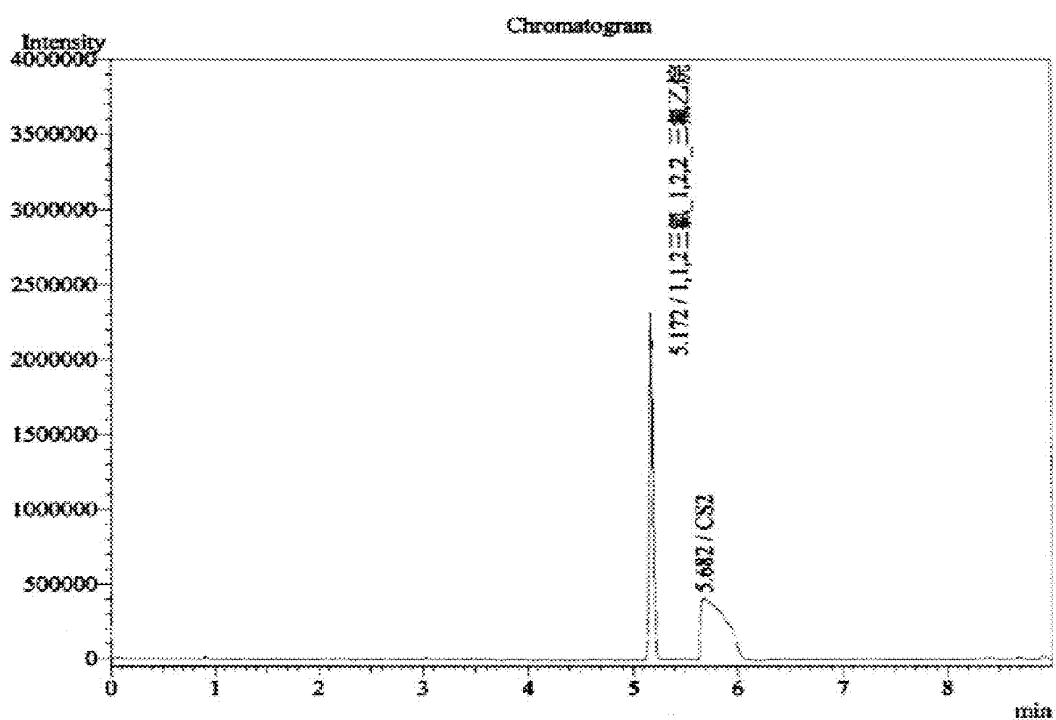


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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	3.88	3.84	99.2	7.75	7.56	97.6	15.5	14.5	93.8
2	0	3.88	3.81	98.3	7.75	7.52	97.0	15.5	14.6	94.4
3	0	3.88	3.73	96.3	7.75	7.47	96.4	15.5	14.6	94.2
4		3.88	3.83	98.8	7.75	7.54	97.3	15.5	14.7	94.7
5		3.88	3.80	98.1	7.75	7.44	96.0	15.5	14.7	94.7
6		3.88	3.77	97.3	7.75	7.43	95.9	15.5	14.8	95.4
平均值			3.80	98.0		7.49	96.7		14.7	94.5
標準偏差			0.0413			0.0532			0.0816	
變異係數			1.09%			0.71%			0.56%	

相當採樣體積 1 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 96.4%

分析變異係數 (CV_a) = 0.82%

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	7.80	7.46	7.70	7.72	100	0.2685	7.71	7.73	7.74	7.72	100	0.0167	
第 7 天	7.97	7.58	5.72	7.76	100.5	0.1828	7.69	7.67	7.65	7.67	99.4	0.0198	
第 14 天	7.42	7.60	7.36	7.46	96.7	0.1255	7.36	7.42	7.38	7.39	95.7	0.0250	
第 21 天	7.34	7.02	7.31	7.22	93.5	0.1699	7.13	7.19	7.27	7.20	93.2	0.0663	
第 28 天	7.16	6.92	7.03	7.03	91.1	0.1165	6.93	6.79	7.12	6.95	90.0	0.1573	

1. 樣本添加量 (X_0) = 7.75 mg，第 1 天測試回收率 ($\bar{X}/X_0$) = 99.6%， $\geq 75\%$ 。

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) $1000 \text{ ppm} = 7660 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量。
- b. 預估可量化最低量 0.465 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	0.465	0.458	0.473	0.478	0.470	0.01034	2.20	1.05

- 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 $2008 \text{ ppm} = 15381 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量

b. 最大採樣流率 0.04 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

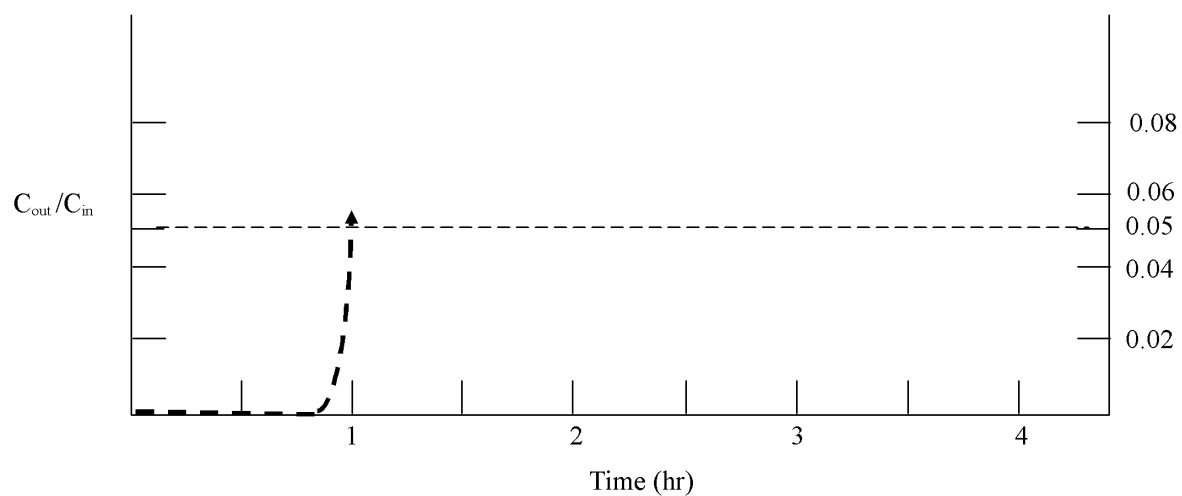
a. C_{in} ：流入採樣介質樣品氣體或蒸氣濃度。

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 $2.4 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 0.04 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 60 \text{ min}$ 。

e. 最大採樣體積 $1.6 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 2.4 \text{ L}$ 。



行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號 (等級 A)

苯甲醇	Benzyl alcohol 審查日期：101.12.17
容許濃度	參考資料：OSHA PV2009 7/1993 [1]
勞委會：--	分子式：C ₆ H ₅ CH ₂ OH
OSHA：--	分子量：108.13
NIOSH：--	
ACGIH：--	別名：Benzenecarbinol; Benzenemethanol;
(1 ppm = 4.42 mg/m ³ @ NTP)	Benzoyl alcohol; α-Hydroxytoluene;
基本物性：	Phenylcarbinol; Phenylmethanol;
液態，密度 1.042 g/mL	α-Toluenol
沸點：204.7 °C	CAS No.：100-51-6
閃火點：101 °C (213 °F) (閉杯測試)	RTECS No.：DN3150000；19460
採樣	分析
採樣介質：XAD-7 採樣管 (100 mg/50 mg)	儀器：GC/FID
流 率：50~200 mL/min	分析物：benzyl alcohol
採樣體積：最小 0.5 L @ 5 ppm	脫附：1 mL 甲醇，放置 30 分，偶爾輕微搖動
最大 32 L @ 10 ppm	注射量：1 µL
樣本運送：例行性	溫度—注入口：230 °C
樣本穩定性：28 天，室溫	—偵檢器：250 °C
現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	—管 柱：150 °C (恆溫)
準確度	載流氣體：氮氣，13 mL/min
範圍：10.8~43.4 mg/m ³ (24 L)	管柱：Stabilwax
偏差：0.25%	60 m × 0.53 mm ID，1 µm
總變異係數 (CV _T)*：0.05	標準樣本：分析物溶於甲醇中
準確度 (overall accuracy)：10.3%	檢量線範圍：0.010~1.56 mg/mL
	可量化最低量：0.010 mg/樣本
	分析變異係數 (CV _a)：1.06%
適用範圍：未確認。	
干擾[1]：未確認。	
安全衛生注意事項：甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險。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。	

* CV_T：CVs 直接引用 5%而得。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲醇（分析級）。
- 1.2 分析物：苯甲醇（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：XAD-7 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」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~200 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 XAD-7 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」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 50~200 mL/min，應採集的空氣體積約 0.5~32 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」[3]之脫附效率。
- 4.1.2 將 XAD-7 採樣管兩端切開，倒出後段的吸附介質，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的吸附介質上。添加量為 0.261~1.04 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 XAD-7 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，前段之吸附介質倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之玻璃綿，後段之吸附介質倒入另一個 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」[3]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 0.010~1.56 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」[3]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	Stabilwax 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL / min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	13
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	150 (恆溫)

註：以 SHIMADZU GC 14B 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)
甲醇	1.34
苯甲醇	9.25

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 (%)
苯甲醇	-	-	0.261~1.04	93.8	1.06

*採樣介質為 SKC 226-95 採樣管 (Lot 7307)。

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 GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	150 (恆溫)	200 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	13	8.7
平均脫附效率 (%)	93.8	93.8
分析變異係數 CV _a (%)	1.06	2.63
滯留時間 (分)	9.25	4.09

*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

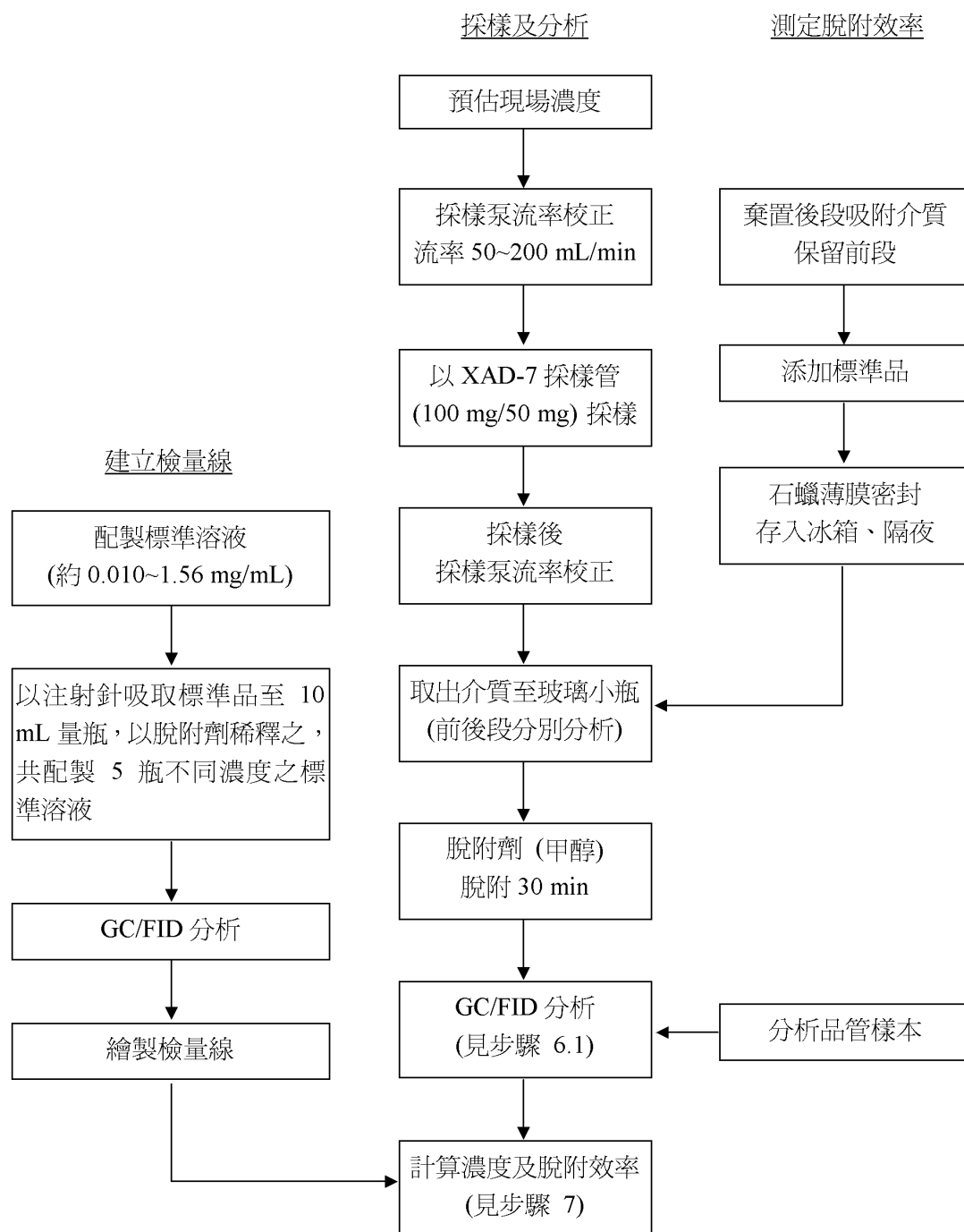
本方法評估是以注射針法產生標準氣體，並於 30±3℃，80±5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；苯甲醇測試濃度為 10.4 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 240 分鐘後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

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 100.9%，14 天相對回收率為 97.8%，21 天相對回收率為 99.6%，28 天相對回收率為 102.8%；於冷藏 (<5℃) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.8%，14 天相對回收率為 99.1%，21 天相對回收率為 98.4%，28 天相對回收率為 99.6%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. PV2009, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), July 1993.
- [2] 「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。
- [3] 「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 OSHA PV2009 分析方法而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 甲醇，放置 30 分

注射量：5 μ L

溫度—注入口：180 $^{\circ}$ C

—偵檢器：220 $^{\circ}$ C

—管 柱：80 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{分}}$ 160 $^{\circ}$ C

管柱：DB-1，60 m $\times$ 0.32 mm ID，1 μ m 毛細管柱

載流氣體：氬氣，2 mL/min

標準樣本：苯甲醇溶於甲醇

估計偵測極限：0.001 mg/樣本

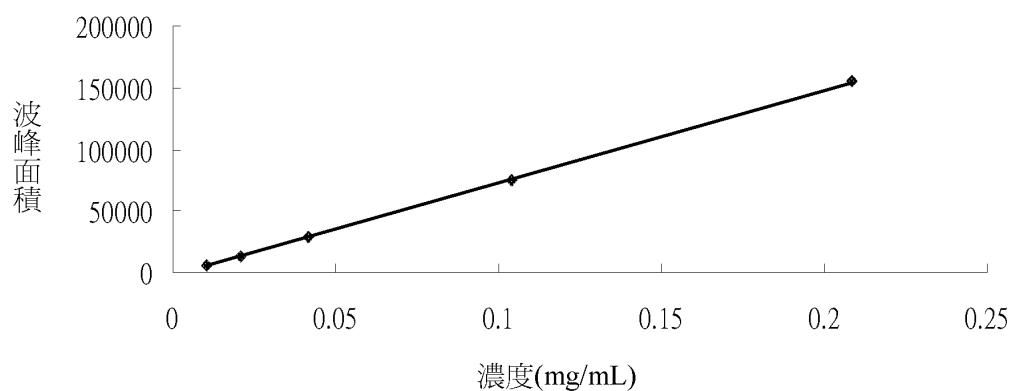
分析變異係數 (CV_a)：0.97%

表 1 分析方法覆驗

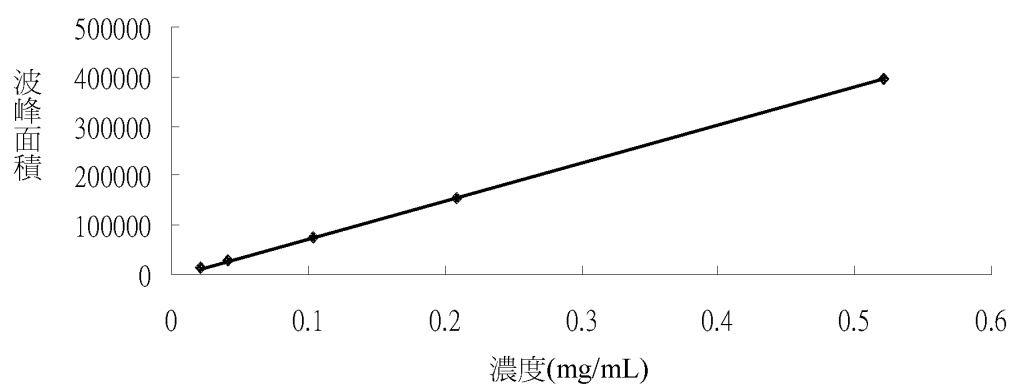
執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	150 (恆溫)	200 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氬氣	38	45
氮氣	13	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.01~1.56	0.01~1.56
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	93.8	93.8
分析變異係數 (%)	9.25	4.09

檢量線及層析圖譜

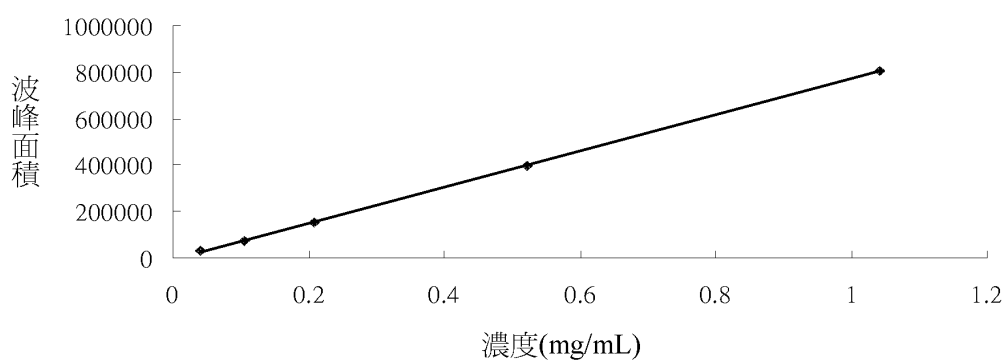
檢量線



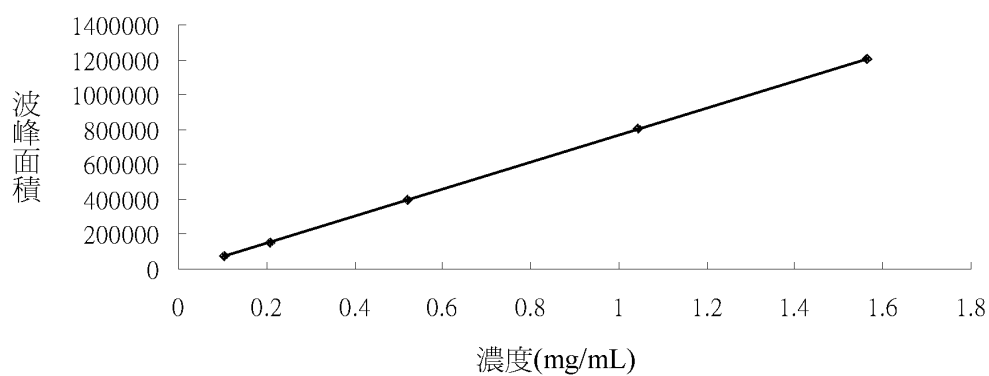
編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.010	0.011	5.35	0.99988
STD2	0.021	0.022	4.03	
STD3	0.042	0.041	0.85	
STD4	0.104	0.102	1.92	
STD5	0.208	0.209	0.46	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD2	0.021	0.023	8.98	0.99997
STD3	0.042	0.042	0.94	
STD4	0.104	0.102	2.05	
STD5	0.208	0.208	0.35	
STD6	0.521	0.522	0.12	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD3	0.042	0.044	6.72	0.99998
STD4	0.104	0.104	0.52	
STD5	0.208	0.208	0.28	
STD6	0.521	0.518	0.67	
STD7	1.04	1.04	0.17	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD4	0.104	0.105	0.83	0.99999
STD5	0.208	0.209	0.31	
STD6	0.521	0.518	0.54	
STD7	1.04	1.04	0.15	
STD8	1.56	1.56	0.01	

註：本檢量線為多段迴歸，共有 4 條檢量線

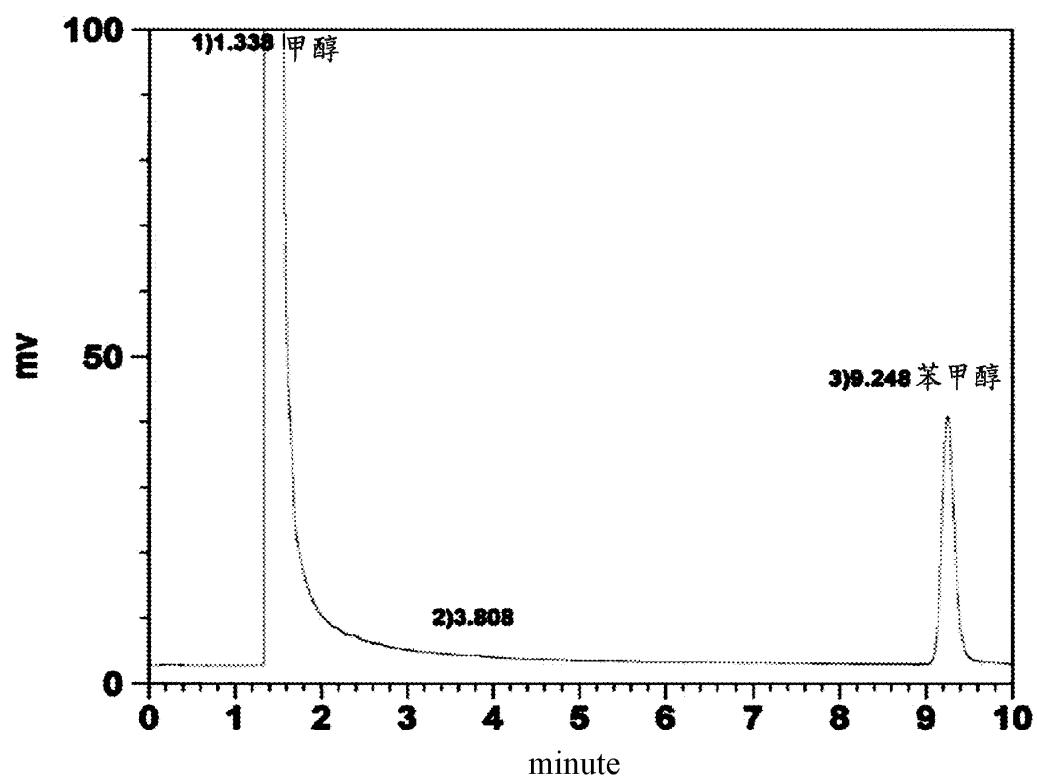


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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	0.261	0.244	93.6	0.521	0.496	95.1	1.04	0.975	93.6
2	0	0.261	0.240	92.1	0.521	0.493	94.7	1.04	0.996	95.5
3	0	0.261	0.242	93.0	0.521	0.487	93.4	1.04	0.990	95.0
4		0.261	0.243	93.2	0.521	0.489	93.9	1.04	0.989	94.9
5		0.261	0.242	93.1	0.521	0.494	94.8	1.04	0.987	94.8
6		0.261	0.238	91.5	0.521	0.478	91.7	1.04	0.974	93.5
平均值			0.242	92.7		0.489	93.9		0.985	94.6
標準偏差			0.0021			0.0067			0.0086	
變異係數			0.86%			1.36%			0.88%	

相當採樣體積 24 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 93.8%

分析變異係數 (CV_a) = 1.06%

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	0.501	0.501	0.506	0.503	100	0.0031	0.500	0.509	0.500	0.503	100	0.0053	
第 7 天	0.488	0.471	0.502	0.487	96.8	0.0148	0.507	0.512	0.504	0.508	100.9	0.0040	
第 14 天	0.499	0.495	0.501	0.498	99.1	0.0028	0.490	0.493	0.492	0.492	97.8	0.0012	
第 21 天	0.482	0.499	0.504	0.495	98.4	0.0114	0.497	0.495	0.511	0.501	99.6	0.0087	
第 28 天	0.488	0.503	0.511	0.501	99.6	0.0119	0.506	0.525	0.519	0.517	102.8	0.0097	

1. 樣本添加量 (X_0) = 0.521 mg，第 1 天測試回收率 ($\bar{X}/X_0$) = 96.6%， $\geq 75\%$ 。

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. 預估可量化最低量 0.016 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	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016	0.00025	1.61	0.25

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。

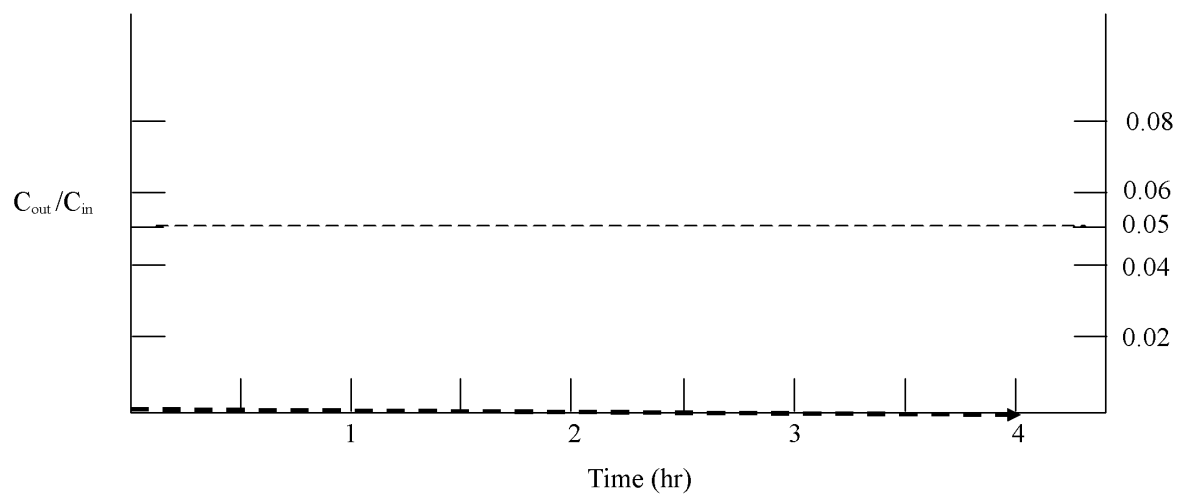
圖 1 採樣介質破出測試

1. 實驗條件

- a. 測試濃度 $10.4 \text{ ppm} = 46 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，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 $32 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 48 \text{ L}$ 。



行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號_____ (等級 A)

鄰苯二酚	Catechol (Pyrocatechol)	審查日期：101.12.17
容許濃度	參考資料：OSHA 8/1992 [1] PV2014	
勞委會：--	分子式：C ₆ H ₆ O ₂	
OSHA：5 ppm	分子量：110.11	
NIOSH：--	別名：1,2-Benzenediol; o-Benzenediol;	
ACGIH：--	Catechin;o-Dioxybenzene;1,2-dihydroxybenzene;	
(1 ppm = 4 mg/m ³ @ NTP)	Fouramine 68; o-Hydroxyphenol;	
基本物性：	o-Hydroquinone; 2-Hydroxyphenol; CI Oxidation	
固態，密度 1.371 g/mL	Base 26; Fouramine PCH; o-Diphenol; Durafur	
沸點：245.5 °C，熔點：105 °C	Developer C; Oxyphenic acid;o-Phenylenediol;	
閃火點：127 °C (261 °F)	Phthalhydroquinone; Pyrocatechin; pyrocatechol;	
	Pyrocatechuic acid	
	CAS No.：120-80-9	
	RTECS No.：UX1050000；73250	
採樣	分析	
採樣介質：OVS-7 採樣管 (內含 13 mm 玻璃纖維濾紙 + XAD-7，270 mg/140 mg)	儀器：GC/FID	
流 率：1000 mL/min	分析物：catechol	
採樣體積：最小 5 L @ 5 ppm	脫附：2 mL 甲醇，放置 30 分，偶爾輕微搖動	
最大 160 L @ 10 ppm	注射量：1 µL	
樣本運送：例行性	溫度—注入口：230 °C	
樣本穩定性：28 天，室溫	—偵檢器：250 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10%，至少需 2 個以上	—管 柱：140 °C (恆溫)	
	載流氣體：氮氣，13 mL/min	
	管柱：DB-1	
	60 m × 0.53 mm ID，1 µm	
準確度	標準樣本：分析物溶於甲醇中	
範圍：12~48 mg/m ³ (100 L)	檢量線範圍：0.10~6.00 mg/mL	
偏差：1.39%	可量化最低量：0.10 mg/樣本	
總變異係數 (CV _T)*：0.06	分析變異係數 (CV _a)：3.34%	
準確度 (overall accuracy)：13.4%		
適用範圍：未確認。		
干 擾[1]：未確認。		
安全衛生注意事項：甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險。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。		

* CV_T：CVs 直接引用 5% 而得。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲醇 (分析級)。
- 1.2 分析物：鄰苯二酚 (分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氬氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：OVS-7 採樣管 (內含 13 mm 玻璃纖維濾紙 + XAD-7, 270 mg/140 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 500~3000 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 OVS-7 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」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 1000 mL/min，應採集的空氣體積約 5~160 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」[3]之脫附效率。
- 4.1.2 將 OVS-7 採樣管兩端保護蓋移除，倒出後段的吸附介質，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的吸附介質上。添加量為 1.20~4.80 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 OVS-7 採樣管塑膠蓋，取出前端之鐵弗龍丟棄，前段之玻璃纖維濾紙及吸附介質倒入 4 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之玻璃綿，後段之吸附介質倒入另一個 4 mL 的玻璃小瓶。
- 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 2 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」[3]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 0.10~6.00 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」[3]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	DB-1 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL / min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	13
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	140 (恆溫)

註：以 SHIMADZU GC 14B 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)
甲醇	1.44
鄰苯二酚	5.91

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 (%)
鄰苯二酚	-	-	1.20~4.80	87.3	3.34

*採樣介質為 SKC 226-57 OVS-7 採樣管 (Lot 7838)。

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 GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	140 (恆溫)	140 $\xrightarrow{40^\circ \text{C} / \text{分}}$ 200 (1 分) (3 分)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	35
氮氣	13	30
平均脫附效率 (%)	87.3	87.4
分析變異係數 CV _a (%)	3.34	2.46
滯留時間 (分)	5.91	4.05

*測試 2 之管柱為 DB-1，60 m × 0.53 mm ID，1.5 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；鄰苯二酚測試濃度為 10.4 ppm，採樣流率為 1000 mL/min，經 240 分鐘後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 160 L。

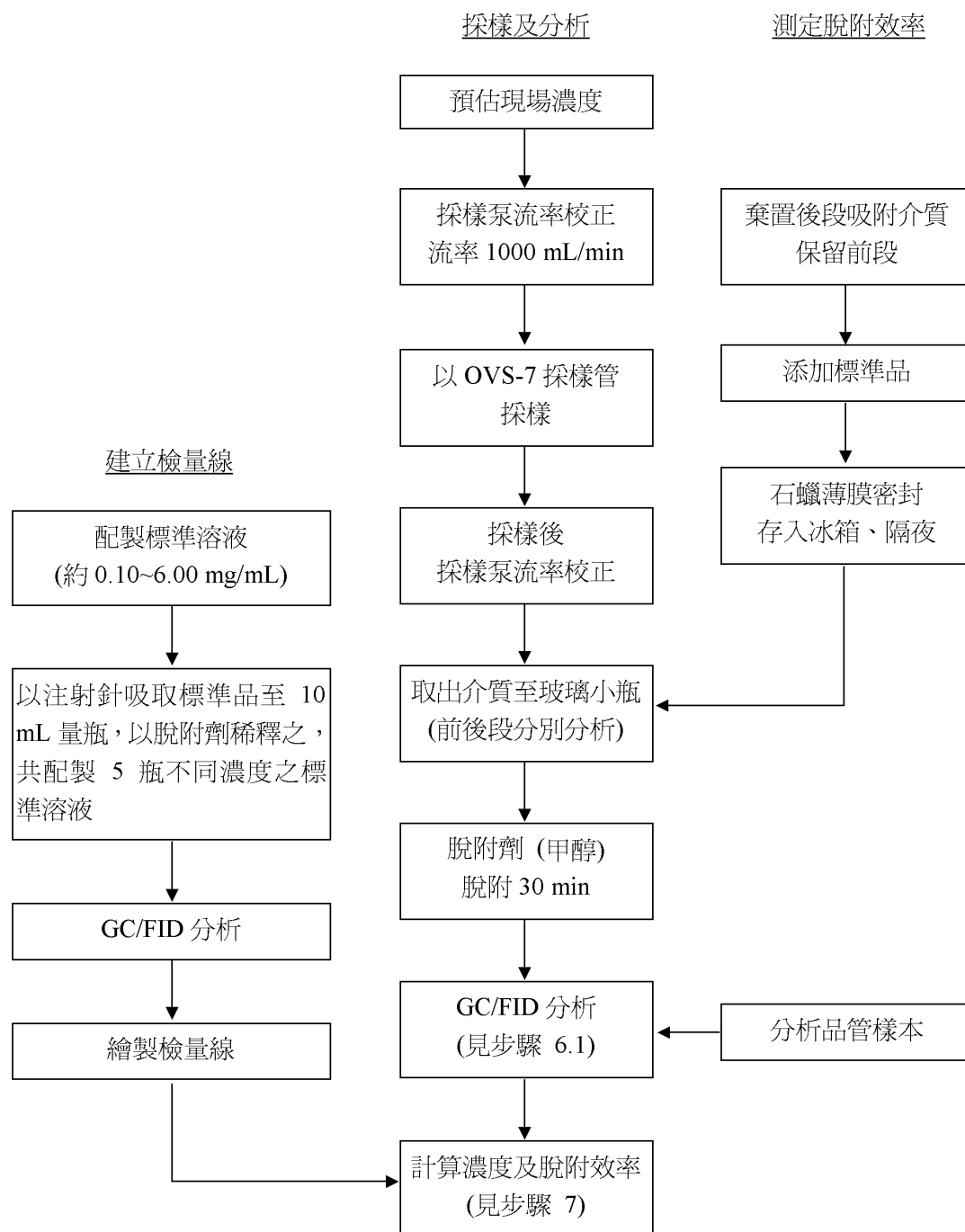
於高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本儲存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 99.9%，14 天相對回收率為 101.6%，21 天相對回

收率爲 94.0%，28 天相對回收率爲 94.7%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率爲 99.5%，14 天相對回收率爲 95.3%，21 天相對回收率爲 97.4%，28 天相對回收率爲 98.8%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. PV2014, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), August 1992.
- [2] 「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。
- [3] 「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 OSHA PV2014 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：3 mL 甲醇，放置 30 分

注射量：1 μ L

溫度—注入口：220 $^{\circ}$ C

—偵檢器：250 $^{\circ}$ C

—管 柱：90 $^{\circ}$ C (1 min) $\xrightarrow{15^{\circ}\text{C/分}}$ 220 $^{\circ}$ C

管柱：DB-WAX，15 m $\times$ 0.32 mm ID，0.25 μ m 毛細管柱

載流氣體：氫氣，1.5 mL/min

標準樣本：鄰苯二酚溶於甲醇

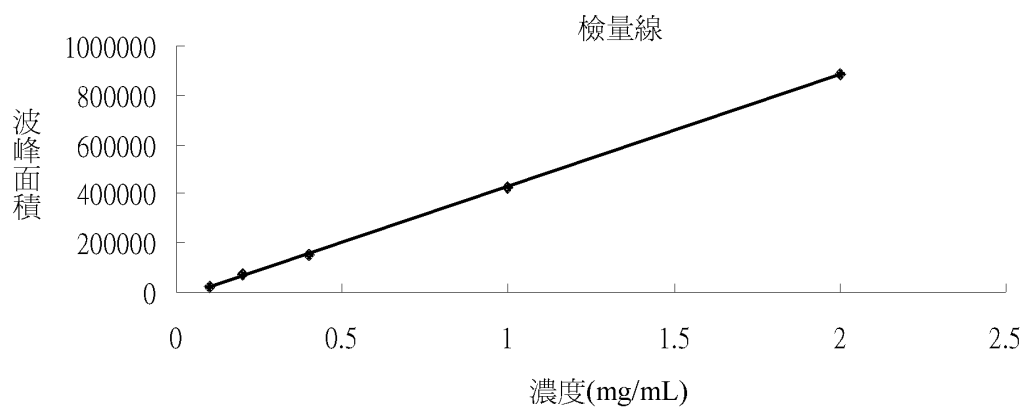
估計偵測極限：0.002 mg/樣本

分析變異係數 (CV_a)：1.05%

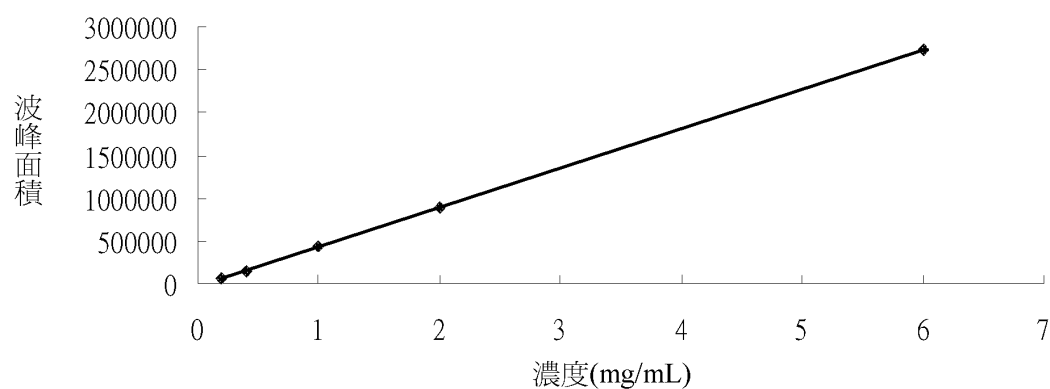
表 1 分析方法覆驗

執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	140 (恆溫)	140 $\xrightarrow{40^{\circ}\text{C/分}}$ 200 (1 分) (3 分)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	13	30
檢量線範圍 (mg/mL)	0.10~6.00	0.10~12.0
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	87.3	87.4
分析變異係數 (%)	3.34	2.46

檢量線及層析圖譜



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.10	0.108	7.88	0.99988
STD2	0.20	0.211	5.62	
STD3	0.40	0.385	3.78	
STD4	1.00	0.989	1.10	
STD5	2.00	2.01	0.35	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD2	0.20	0.219	9.50	0.99998
STD3	0.40	0.392	1.76	
STD4	1.00	0.989	1.14	
STD5	2.00	1.99	0.37	
STD6	6.00	6.00	0.07	

註：本檢量線為多段迴歸，共有 2 條檢量線

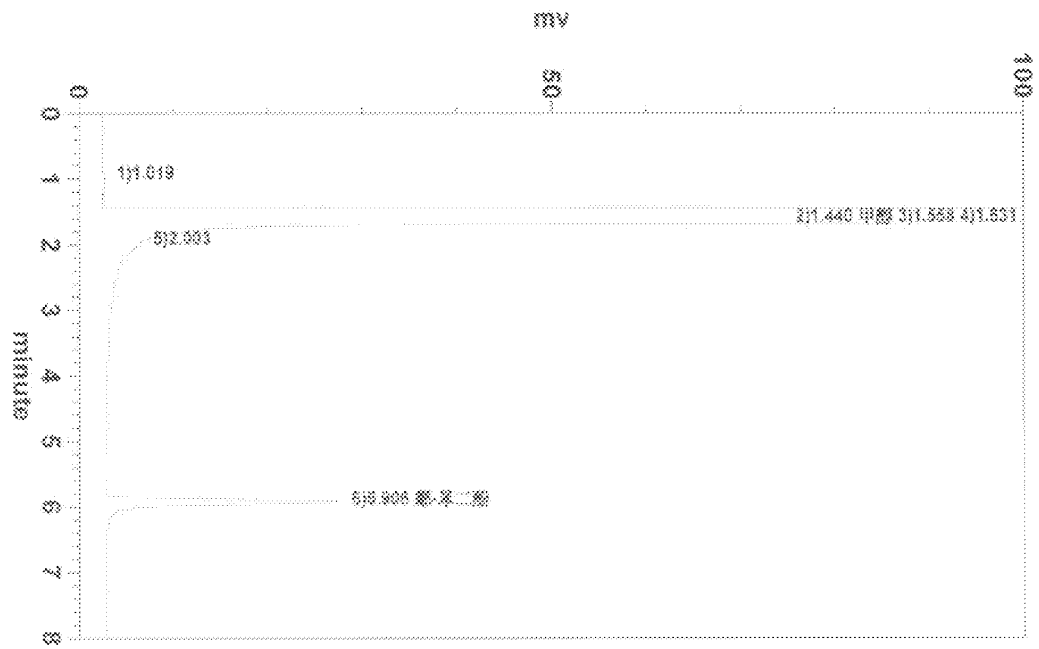


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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	1.20	1.01	84.2	2.40	1.98	82.3	4.80	4.37	91.0
2	0	1.20	1.09	91.1	2.40	2.10	87.7	4.80	4.18	87.1
3	0	1.20	1.03	86.1	2.40	2.19	91.1	4.80	4.25	88.5
4		1.20	0.99	82.8	2.40	2.04	85.0	4.80	4.27	89.0
5		1.20	1.02	85.3	2.40	2.08	86.7	4.80	4.25	88.6
6		1.20	1.06	88.6	2.40	2.18	91.0	4.80	4.07	84.7
平均值			1.04	86.4		2.10	87.3		4.23	88.1
標準偏差			0.0365			0.0823			0.0999	
變異係數			3.52%			3.93%			2.36%	

相當採樣體積 100 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 87.3%

分析變異係數 (CV_a) = 3.34%

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	2.44	2.39	2.45	2.43	100	0.0405	2.34	2.44	2.44	2.41	100	0.0597	
第 7 天	2.42	2.41	2.43	2.42	99.5	0.0133	2.42	2.39	2.40	2.41	99.9	0.0129	
第 14 天	2.33	2.36	2.26	2.32	95.3	0.0503	2.43	2.45	2.46	2.45	101.6	0.0141	
第 21 天	2.38	2.37	2.35	2.37	97.4	0.0181	2.21	2.28	2.29	2.26	94.0	0.0433	
第 28 天	2.40	2.34	2.46	2.40	98.8	0.0599	2.29	2.24	2.31	2.28	94.7	0.0334	

1. 樣本添加量 (X_0) = 2.40 mg，第 1 天測試回收率 ($\bar{X}/X_0$) = 100.3%， $\geq 75\%$ 。

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. 預估可量化最低量 0.120 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	0.120	0.119	0.123	0.123	0.122	0.0021	1.72	1.39

a. 樣本前處理最終溶液體積 2 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 $10.4 \text{ ppm} = 41.6 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，其中 MW 為分析物的分子量
- b. 最大採樣流率 1 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 $240 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 1 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 240 \text{ min}$ 。
- e. 最大採樣體積 $160 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 240 \text{ L}$ 。

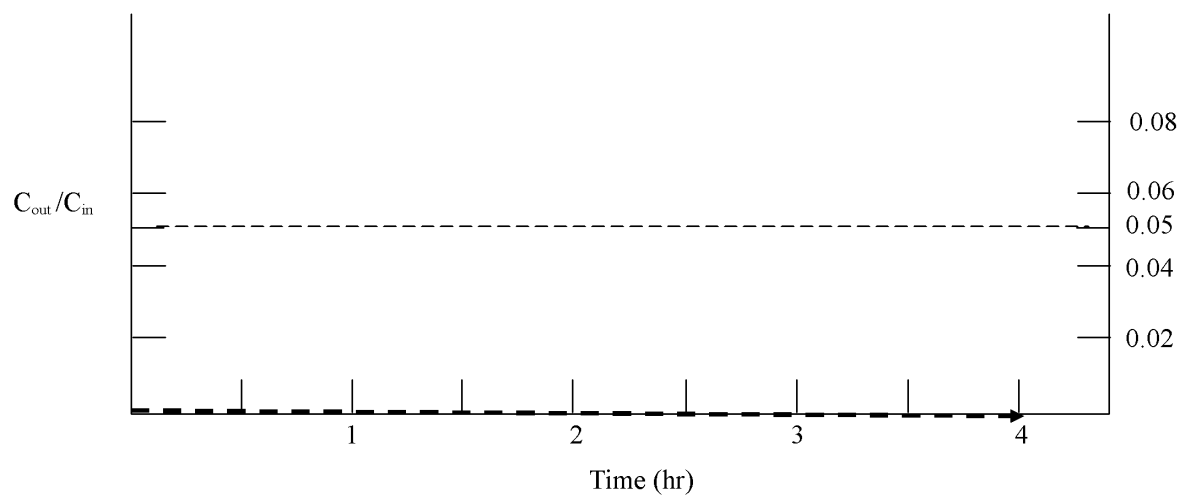


圖 1 採樣介質破出測試

1. 實驗條件

- a. 測試濃度 $202 \text{ ppm} = 596 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，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 $14.4 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 0.2 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 72 \text{ min}$ 。
- e. 最大採樣體積 $9.6 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 14.4 \text{ L}$ 。

