

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2902 萘胺

<p>分子式：(1)1-C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N (2)2-C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N 分子量：143.19</p>	<p>Naphthylamines 參考資料：NIOSH 5518(5/15/85) 修訂#1：(8/15/87) 編輯日期：05/12/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV) OSHA：(2)致癌物 NIOSH：無 ACGIH：(2)疑似致癌物 勞委會：(1)乙種特定化學物質 (2)甲種特定化學物質 (1ppm=5.85 mg/m<sup>3</sup>@ NTP)</p>	<p>基本物性： (1)固態；熔點 92 ~ 94 °C； 蒸氣壓 0.53Pa (0.004 mm Hg；31 mg/m<sup>3</sup>)@ 20 °C (2)固態；熔點 111 ~ 113 °C； 蒸氣壓 0.48Pa (0.0036 mm Hg；27 mg/m<sup>3</sup>)@ 20 °C</p>
<p>別名：(1)1-naphthylamine；alpha-naphthylamine；CAS # 134-32-7 (2)2-naphthylamine；beta-naphthylamine；CAS # 91-59-8</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：13mm 玻璃纖維濾紙+ 矽膠管 (ST-226-47 SKC 100mg /50mg) 流速：0.2~0.8 L/min 採樣量：最小—30 L @ 5 ug/m<sup>3</sup> 最大—100 L 樣品運送：置於乾冰中 樣品穩定性：未測定 現場空白樣品：樣品數的 10%(≥2)</p>	<p>儀器：GC/FID 分析物：(1)1-naphthylamine (2)2-naphthylamine 脫附：(含 0.05% v/v)乙酸之異丙醇 0.5 mL 震盪 60 分鐘 最終溶液：10mL 注射量：2 μL 溫度—注射器：190 °C —偵測器：200 °C —管柱：165 °C</p>
<p>準 確 度</p>	
<p>範圍：見方法評估 偏差：不顯著[2,3,6] 全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：見方法評估</p>	<p>載流氣體：N<sub>2</sub>，12 mL/min 管 柱：J&amp;W DB-608 30m x 0.53mm I.D.，0.83μm 標準樣品：分析物溶於含 0.05%乙酸之異</p>

	丙醇溶液 檢量線範圍：0.27～9.26 µg/mL 預估偵測極限：0.01 µg/樣品 分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：0.08%
適用範圍：其應用之濃度範圍是 0.003 ~ 0.07 mg/m <sup>3</sup> (0.0005~0.01 ppm)於 50-L 空氣樣品。	
干 擾：未確定。	
其它方法：P&CAM 264 [2]。	

## 1. 試 藥

### 1.1 乙酸(試藥級)

### 1.2 異丙醇(試藥級)

### 1.3 分析物：(1) 1-naphthylamine

### (2) 2-naphthylamine

1.4 檢量製備溶液，稱取分析物約 5mg(固體)，置入 10mL 量瓶中以脫附劑稀釋至 10mL。濃度為 500ug/mL。

1.5 脫附劑：異丙醇 (含 0.05% (v/v)乙酸) 可內含合適的內標定品(internal standard) 如 0.01 % v/v 甲苯或其他。

1.6 純化的氫氣或氮氣。

1.7 預先純化的氫氣。

1.8 經過濾之壓縮空氣。

## 2. 設 備

2.1 捕集設備：13mm 玻璃纖維濾紙+矽膠管(ST-226-47 SKC 100 mg/50 mg)。  
如附圖

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化檢測器 (FID)，積分器，以及管柱。

2.4 2 mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。

2.5 1 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10 µL 注射針筒。

2.7 10 mL 定量瓶。

2.7 達 0.01mg 之天平

2.8 震盪器

## 3. 採 樣

3.1 個人採樣泵連結 13mm 濾紙固定器，矽膠管，進行流量校正，見採樣通則。

3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介於 200~800mL/min。

3.3 採樣總量 30100L。

3.4 採樣器封口封妥，以內置乾冰包裝運送。

#### 4. 樣品脫附

4.1 將樣品置於乾燥器中回復至室溫。

4.2 以濾紙夾將濾紙重從濾紙固定器中取出，放入 2mL 玻璃瓶中。

4.1 從矽膠管中段之鋼網處切開，取出矽膠，倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之鋼網，二氟乙烯與後段之矽膠，倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶，此二樣品應分開分析。

4.2 每一玻璃瓶中，加入 0.5 mL 的脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 震盪 60 分鐘，並以震盪器。

4.4 取 2 $\mu$ L 之樣品打入 GC 分析。

#### 5. 檢量與品管

##### 5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 將 1 mL 脫附劑裝於 2 mL 小玻璃瓶中，封蓋，以適當微量之注射針取適量之標準品注入脫附劑中。所建立檢量線濃度範圍 0.5~20 $\mu$ g/mL。

注意：至少應配製五種不同濃度的標準溶液，測試分析以建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積與內標準品之波峰面積之比值對分析物的濃度，繪製檢量圖。

##### 5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 由矽膠管一端取出二氟乙烯，不鏽鋼網及後段的矽膠，丟棄之。

5.2.3 將玻璃纖維濾紙內裝於濾紙固定器(holder)中。

5.2.4 (a)以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量每樣品約為 5,10,20 $\mu$ g。以塑膠蓋封管，並以石臘膜(parafilm)加封，冷凍庫(0 $^{\circ}$ C)中靜置過夜。

(b)以微量注射器取適量的分析物，直接注於玻璃纖維濾紙上。添加量每樣品約為 5,10,20 $\mu$ g，以石臘膜 (parafilm)兩端加封。冷凍庫(0 $^{\circ}$ C)中靜置過夜。

5.2.5 利用步驟 4 之順序脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率 (D,E)相對於分析物回收毫克數繪製圖形。

##### 5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

#### 6. 儀器分析

##### 6.1 儀器分析條件

---

## 條件

---

儀器 GC/FID  
管柱 DB-608 毛細管柱  
30m x 0.53mm I.D., 0.83  $\mu$ m  
流速  
空氣 30 mL/min  
氫氣 20 mL/min  
氮氣 12 mL/min

## 溫度 ( °C )

注射器 190°C  
偵測器 200 °C  
管柱 165°C

---

## 6.2 大約滯留時間 ( retention time )

---

化合物 分鐘

---

異丙醇(含乙酸) 0.53  
1-naphthylamine 5.80  
2-naphthylamine 6.20

---

## 6.3 脫附效率

化合物		相當採樣量 (L)	脫附濃度 ( $\mu$ g)	脫附效率 (%)	CV <sub>1</sub> (%)
1-naphthylamine	a	50	5.00-20.0	60.93	6.79
	b	50	5.00-20.0	90.40	4.72
2-naphthylamine	a	50	5.50-22.0	52.93	7.08

	b	50	5.50-22.0	93.47	3.72
--	---	----	-----------	-------	------

※ a SKC 目錄批號：#226 - 47 矽膠管，或同等品。

※ b GERMAN 13mm 玻璃纖維濾紙

6.4 注射樣品進入氣相層析儀使用方式，使用自動注射器；或採用溶劑沖刷注射技術 (solvent flush injection technique)——10 uL 之注射器先以溶劑 (異丙醇) 沖刷數次溼潤針管與活塞，取 3uL 溶劑後，吸入 0.2 uL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 uL 樣品後，在空氣中後退 1.2uL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9 ~ 2.1 uL。

6.5 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線求出分析物濃度。

## 7. 計算

### 7.1 濃度計算

採集氣體量  $v$  (單位 : L)

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

$W_f$ ：前段矽膠管所含分析物濃度 (mg/mL)

$W_b$ ：後段矽膠管所含分析物濃度 (mg/mL)

$B_f$ ：現場空白樣品前段之算術平均濃度 (mg/mL)

$B_b$ ：現場空白樣品後段之算術平均濃度 (mg/mL)

註：如  $W_b > W_f / 10$  即表破出，樣品可能有損失

## 8. NIOSH 5518 分析方法

8.1 本分析方法是修訂 P&CAM [2]方法而成

8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

脫附：0.5mL 異丙醇內含 0.05% (v/v)乙酸，震盪 60 分鐘。

注射量：2 uL

溫度 - 注射器：190°C

- 偵測器：165°C

- 管柱：163 °C

- 載流氣體：氮氣或氦氣，24mL/min

管 柱：glass，1.8mx2mm ID，packed with 3% OV-225 on chromosorb WHP

標準樣品：分析物溶於含 0.05 %(v/v)乙酸內標品之異丙醇

範圍：0.15～ 3.5 ug/樣品

預估偵測極限：0.01 ug/樣品[2]

分析精密度偏差 (CV<sub>1</sub>)：0.08% @ 0.3 mg/樣品[2]

## 9. 參考文獻

〔 1 〕 Morales,R.,S.M. Rappaport,R. W. Weeks,Jr.,E.E.Campbell,and H.J. Ettinger  
Development of Sampling and analytical Method for Carcinogen,Los Alamos  
Scientific Laboratory,Progress Report LA-7058-PR (January 1,1976 to September  
30,1976 ),NTIS, Springfield,VA 22161.

〔 2 〕 NIOSH Manual of Analytical Methods,2nd ed.,Vol 4,P&CAM  
264,U.S. Department of Health,Education,and Welfare,Publ.(NIOSH) 78-185 (1978)

〔 3 〕 Documentation of the Threshold Limit Values 5th ed.,ACGIH, Cincinnati,OH  
45211 (1986)

〔 4 〕 NIOSH Manual of Analytical Methods,3rd ed.,Vol 4,P&CAM  
264,U,S. Depatment of Health,Education,and Welfare,Publ.(NIOSH) 78-185 (1987)

測試撰寫人：林光烈、顏慶堂

萘胺

採樣及分析流程圖

