

<p>分子式：NO ; NO₂</p> <p>分子量：30 (NO) ; 46.01 (NO₂)</p>	<p>Nitrogen oxide ; Nitrogen dioxide</p> <p>參考資料：P & CAM 231</p> <p>編輯日期：11/20/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA : 25ppm(NO) ; C5ppm (NO₂)</p> <p>NIOSH : –(NO) ; 3ppm STEL 5pm (NO₂)</p> <p>ACGIH : –(NO) ;</p> <p>STEL 1ppm/15min : 1.8mg/m³(NO₂)</p> <p>勞委會 : 25 ppm 30mg/m³(NO) ; 5ppm (NO₂)</p> <p>1ppm=1.227mg/m³(NO) ;</p> <p>1ppm=1.881mg/m³(NO₂)</p>	<p>基本物性：</p> <p>無色氣態、聞起來略帶甜味、</p> <p>空氣中高濃度為棕色</p> <p>沸點：-152 °C(NO) ; 21°C(NO₂)</p> <p>熔點：-167 °C</p>
<p>別名：依化合物之不同而不同；CAS# 10102-43-9(NO) , CAS# 10102-44-0(NO₂)</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：triethanolamine sorbent Tube</p> <p>流速：50 mL/min</p> <p>採樣量：1 L</p> <p>樣品運送：例行性</p> <p>樣品穩定性：一個月</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：UV/Vis</p> <p>分析元素：亞硝酸離子；NO₂²⁻</p> <p>脫附劑：15gTEA , 0.5mL n-butanol/1L H₂O</p> <p>氧化劑：0.02% H₂O₂</p> <p>顯色劑：aqueous solution of</p>
<p>準 確 度</p>	<p>sulfanilamide H₃PO₄</p>
<p>範圍：0.8~30 ppm</p>	<p>and N-1-naphthylene diamine</p>
<p>偏差：極微</p>	<p>dihydrochloride</p>

全精密度偏差(CVT) : 0.06 @ 12.5~50ppm	最終溶液 : 21.4 mL 光徑 : 1 cm 標準溶液 : NaNO ₂ 於脫附劑中 檢量線範圍 : 0.3~21μg/樣品(NO ₂ -) 偵測極限 : 0.3μg/樣品 NO ₂ - 分析精密度偏差(CV ₁) : 4.12%(NO) ; 3.74%(NO ₂)
適用範圍 : 針對 1L 空氣樣品 , NO 適用濃度範圍為 0.3~22mg/m ³ 對 NO ₂ 其適用範圍為 0.48-33 mg/m ³ 。	
干 擾 : 亞硝酸鹽存在會造成正干擾 , HNO ₃ 和 硝酸鹽不會引起干擾 , NH ₄ 亦不會引起干擾。	
其它方法 : 本方法沿革 P& CAM 231 的分析方法。	

※以下 Triethanolamine sorbent Tube 簡寫為 T.E.A 採集管。

※NO,NO₂ 採集管如圖一。

1. 試藥

1.1 脫 附 劑 :

15 g 的三乙醇胺(triethanolamine)再加入 0.5 mL 的正丁醇(n-butanol)以去離子水稀釋至 1 L。

1.2 氧 化 劑 : 0.02%

0.2 mL 的 H₂O₂(30%)以去離子水稀釋至 250 mL。

1.3 磺胺溶液 :

10 g 的磺胺(sulfanilamide)加 25 mL 的磷酸(phosphoric acid)充分混合以去離子水稀釋至 0.5L。

1.4 顯 色 劑 : NEDA

0.1 g 的 N-(1-萘基)乙二胺二鹽酸 [N-(1-naph-thyl)ethylenediamine dihydrochloride]以去離子水稀釋至 100 mL。

1.5 檢量儲備溶液(calibration stock solution) :

12000 μg/mLNO₂~s2;-溶解 1.8000g 的 NaNO₂於去離子水稀釋至 0.1L。

1.6 蒸餾水或去離子水。

2. 設備:

2.1 捕集設備 : T.E.A 採集管前段置於採集腔中 , 後段接採樣泵。

2.2 個人採樣泵流量 : 50mL/min。

2.3 紫外線吸光光譜儀(spectropholometer), 1cm path length.

2.4 量瓶(volumetric flask) : 25 mL。

2.5 燒杯 : 25mL,50mL。

2.6 微量吸管。

※所有玻璃器皿皆經 1 : 1 硝酸浸泡 24 小時後，以蒸餾水或去離子水清洗備用。

3. 採樣:

3.1 切開 T.E.A 採集管兩端封口。

3.2 校正個人採樣泵的流速：校正時，採樣泵連結捕集設備，一同校正。

3.3 採樣泵的流速調於 50mL/min 之間，以正確且已知流速之採樣泵採樣，總採集空氣量 1L。

3.4 採樣後蓋上塑膠蓋，並以石臘薄膜加封後運送。

3.5 每組需有 1~10 個現場的空白樣品。（採樣方法為將裝有 T.E.A 採集管至現場，接上採樣泵，但不抽氣，此 T.E.A 採集管作為空白樣品）。

4. 樣品前處理:

4.1 打開 T.E.A 採集管上小膠蓋。

4.2 分別取出樣品及空白樣品中玻璃綿與 T.E.A sorbent 放至乾淨的燒杯中。

4.3 加入 20 mL 脫附劑，並充分搖盪 30 秒。

4.4 過濾(用 110mm TOYO 2A 濾紙)。

4.5 取濾液 10mL，加入 1mL 氧化劑。

4.6 加入磺胺溶液 10 mL。

4.7 再加入顯色劑 1.4 mL，充分搖勻。

4.8 靜置 10 分鐘後，以紫外光吸收光譜儀測定之。

※搖盪時可用振盪機充分振盪 1~2 分鐘。

※前處理過程，步驟 4.1~4.8 為連續動作勿中斷，以免影響脫附效率。

5. 檢量與品管:

5.1 標準溶液配製

5.1.1 取 12000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 標準溶液 0.5 mL，以去離子水稀釋至 10mL，配成 600 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的亞硝酸鈉溶液，作為儲備溶液。每次取儲備溶液 0.5mL 以去離子水稀釋至 100mL，即配成 3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的亞硝酸鈉溶液，以此濃度建立檢量線。

5.1.2 建立檢量線時，至少要五點不同濃度的標準溶液。

5.2 以脫附劑溶液配製一系列的標準溶液，濃度範圍是 0.3~21 $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 。

5.3 將樣品、標準溶液及空白樣品一同分析。

5.4 建立檢量線：以吸收度對溶液濃度($\mu\text{g}/10\text{ mL}$)作圖。

5.5 每隔 10 個樣品，測試一次標準品，以檢查儀器的狀況是否穩定。

5.6 每 10 個樣品，至少測試一次樣品添加空白(spiked media blank)，即添加已知量的亞硝酸鈉於 T.E.A 採集中。

6. 定量:

6.1 儀器分析方法：紫外光吸收光譜儀的條件如下：

條件

儀器 分光光度計

(PERKIN-ELMER Lambda 6)

波長 540 nm

光徑 1 cm

Slit 2 nm

靈敏度查核 0.4 µg/10 mL 的吸收值為 0.04

6.2 測定標準溶液、樣品、空白樣品的吸光度，並加以記錄。

※如果樣品的吸光度，大於儀器測定的線性範圍，需以去離子水稀釋之重新測量，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 脫附效率：

化合物	添加量(µg/10mL)	平均脫附效率	平均 CV ₁
NO	15.03~60.13	92.81%	4.12%
NO ₂	3.01~12.03	92.06%	3.74%

※ SKC 批號 226-40 T.E.A 採集管。

※ 回收率均為三~六次(每次均為不同日期)分別添加並測定所得之平均值，每次添加時各添加量均為三支 T.E.A 採集管的回收數據平均。

7. 計算：

7.1 濃度計算：

測量所得的吸光度，以檢量線計算出相對應的濃度(µg/10 mL)。

$$C = \frac{(C_s - C_b)}{V \times 0.966} \text{mg/m}^3$$

C : 計算濃度(mg/m³)

C_s : 樣品濃度(µg/10 mL)

C_b : 平均空白樣品濃度(µg/10 mL)

V : 採的空氣量 (L)

8. P&CAM 231 分析方法

8.1 儀器分析條件

方 法： 分光光度計(UV)

分析元素： 亞硝酸離子; NO₂⁻

波 長： 540 nm

光 徑： 1cm

檢量線範圍：見方法評估

方法偵測極限：見方法評估

分析精密度偏差(CV₁)：見方法評估

靈敏度查核：0.4 µg/10 mL 的吸收值為 0.04

8.2 方法評估：

此參考方法建立之初，是以微量注射針添加各不同已知量之亞硝酸鈉溶液於 T.E.A sorbent Tube 內，靜置過夜，以脫附劑脫附，溶液經顯色後以紫外光吸光光譜儀測試分析所得。PLCAM231 分析方法建立時，曾以已知 NO, NO₂ 之體積注射入已知體積空氣採樣袋中，經採樣分析，以評估固態採集管採集效率，NO 脫附效率，在 12.5~50ppm 濃度範圍下，18 個測試樣品之回收率在 12.5ppm 為 100%；在 25ppm 為 84%；在 50ppm 為 67%；分析精密度偏差為 6%。NO 在 25~50 ppm 之回收率降低，是因為氧化劑已被用完，而無法將 NO 完全氧化成 NO₂ 被採集，NO₂ 之脫附效率在 0.5~5ppm 濃度範圍下 22 個測試樣品之平均回收率為 96%，分析精密度偏差為 7%。樣品在室溫下至少可保存 10 天，於高濕環境或有霧滴存在下，破出體積會嚴重降低，若有水冷凝於採集管上，則 NO 將無法有效的被採集。

8.4 其他驗證分析方法

		測試 1
儀器		UV
脫附劑		TEA 0.5mL n-butanol/1LH ₂ O
顯色劑		H ₃ PO ₄ 及 N-1-naphthylene diamine dihydrochloride
波長		540 nm
NO	平均脫附效率	95.59%
	平均 CV ₁ 值	2.21%
NO ₂	平均脫附效率	105.83%
	平均 CV ₁ 值	0.24%

9. 文獻

- [1] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Oxides of Nitrogen(Nitrogen Dioxide and Nitric Oxide) , U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ.(NIOSH) 76-149(1976).
- [2] Palmes, E. d., A. F. Gunnison, J. DeMattio and C. Tomczyk. Personal Sampler for Nitrogen Dioxide, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 37, 570-577(1976), U.S. Department.
- [3] Woebkenberg, M. L. A Comparison of Three Personal Passive Sampling Methods for NO, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 43, 553-561 (1982).
- [4] Lindenboom R. and E. D. Palmes. Effect of Reduced Atmospheric Pressure on a Diffusional Sampler, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 44, 105-108(1983).
- [5] Jones W., E. D. Palmes, C. Tomczyk Adsorption Spectrophotometry, Perkin-Elmer (1990).
- [6] 勞工作環境空氣中有毒物質容許濃度標準，行政院勞委會，民國 76 年。
- [7] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazard, U.S. Department of Health and Human Services, Publ.(NIOSH) 146-149 (1987), available as Stock #PB83-154609 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [8] saltzman, B.E. "Colorimetric Microdetermination of Nitrogen Dioxide in the Atmosphere," Anal. Chem., 26, 1949(1954).
- [9] Blacker, J.H., "Triethanolamine for Collecting Nitrogen Dioxide in the TLV Range," Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 34, 390(1973).
- [10] NIOSH Sampling Data Sheet No. 32.01, "NIOSH Manual of Sampling Data Sheet," Measurements Research Branch, Division of Physical Sciences and Engineering, National Institute for Occupational Safety and Health, December 22, 1975.
- [11] Willey, M.A., C. S. McCammom, Jr., and L. J. Doemeny, "A Solid Sorbent Personal Sampling Method for the Simultaneous Collection Of Nitrogen Dioxide and Nitric Oxide in Air," presented at the American Industrial Hygiene Association Conference, Atlanta, Georgia, May 1976.

測試撰寫人：林淑珍、陳聯燮、余榮彬

驗證人：曾月華、洪建泰、王文忻、蕭瑞瑩

一氧化氮及二氧化氮
採樣及分析流程圖

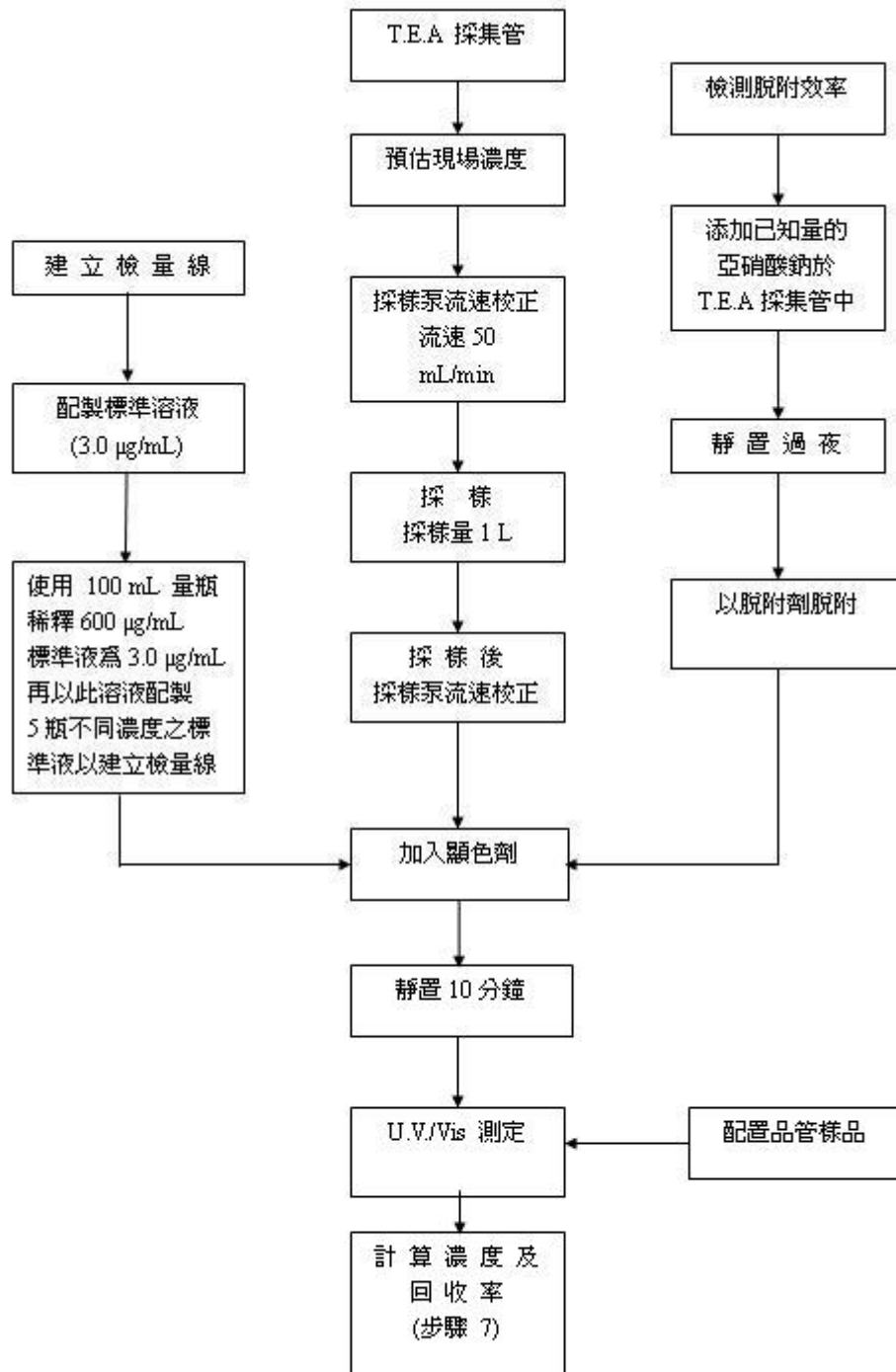


圖 1 NO, NO₂ 採集管

- (1) 玻璃綿
- (2) 已吸附 T.E.A 的分子篩
- (3) 空氣帶

(4) 氧化劑

(5) 玻璃管,5mm

※若實際進行空氣採樣，而空氣中同時存在 NO 、 NO_2 時，則 NO_2 會被採集管的第一段所採集， NO 則經過第二段氧化劑後被氧化成 NO_2 ，最後經第三段後為採集管所採集。