

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號 1514 (等級)

審查日期：

鄰苯二酚	Catechol (Pyrocatechol)
容許濃度	參考資料： OSHA 8/1992 [1] PV2014
勞動部：未制定 OSHA：5 ppm NIOSH：未制定 ACGIH：未制定 (1 ppm = 4 mg/m ³ @ NTP) 基本物性： 固態，密度 1.371 g/mL 沸點：245.5 °C，熔點：105 °C 閃火點：127 °C (261 °F)	分子式：C ₆ H ₆ O ₂ 分子量：110.11 別名：1,2-Benzenediol; o-Benzenediol; Catechin;o-Dioxybenzene;1,2-dihydroxybenzene; Fouramine 68; o-Hydroxyphenol; o-Hydroquinone; 2-Hydroxyphenol; CI Oxidation Base 26; Fouramine PCH; o-Diphenol; Durafur Developer C; Oxyphenic acid;o-Phenylenediol; 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) 流 率：1000 mL/min 採樣體積：最小 5 L @ 5 ppm 最大 160 L @ 10 ppm 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：catechol 脫附：2 mL 甲醇，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：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	
範圍：12~48 mg/m ³ (100 L) 偏差：1.39% 總變異係數 (CV _T)*：0.06 準確度 (overall accuracy)：13.4%	標準樣本：分析物溶於甲醇中 檢量線範圍：0.10~6.00 mg/mL 可量化最低量：0.10 mg/樣本 分析變異係數 (CV _a)：3.34%
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 氫氣。
- 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 µL 到 500 µL 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

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 $\xrightarrow{4 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{分}}$ 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。

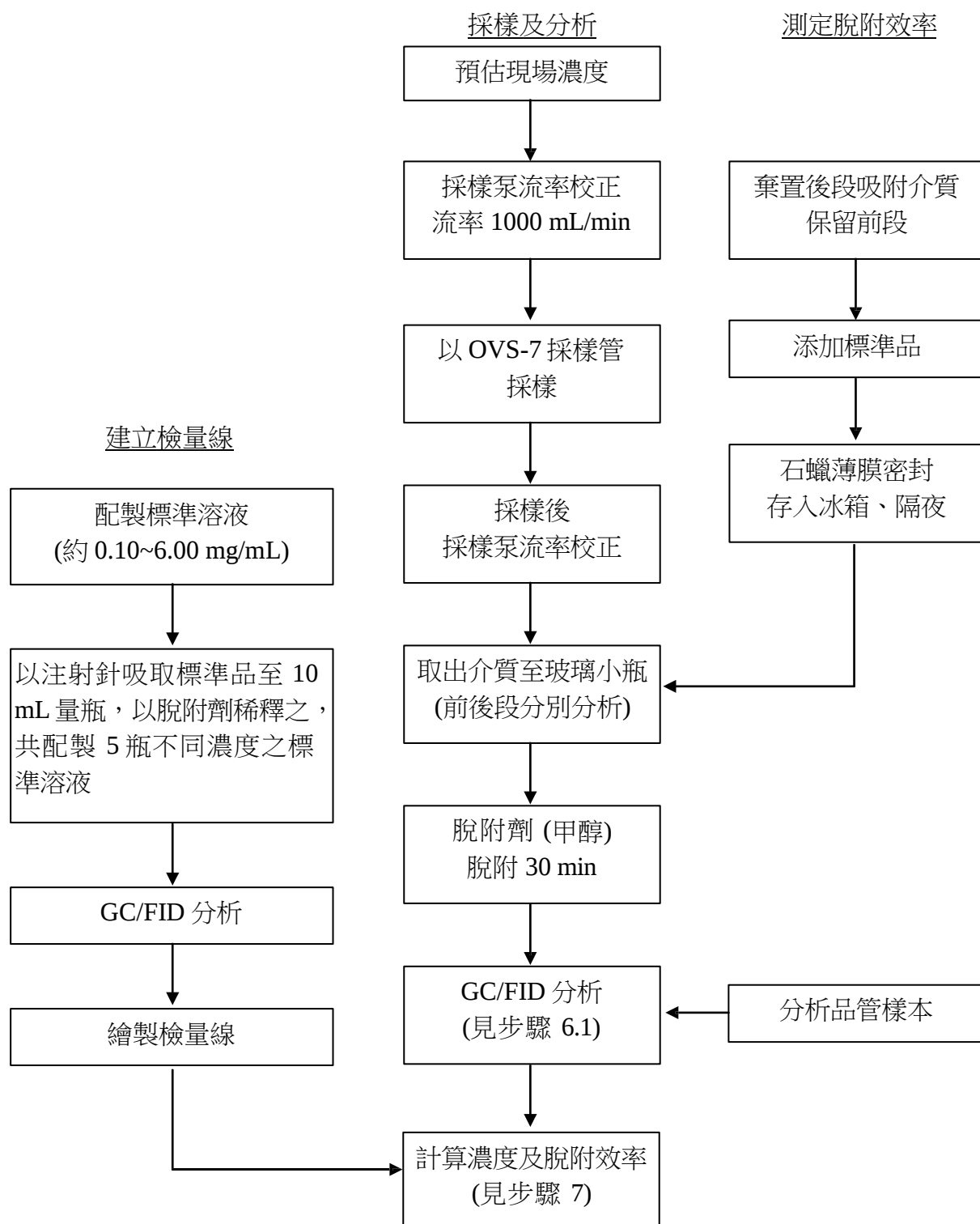
於高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本儲存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 99.9%，14 天相對回收率為 101.6%，21 天相對回

收率為 94.0%，28 天相對回收率為 94.7%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 99.5%，14 天相對回收率為 95.3%，21 天相對回收率為 97.4%，28 天相對回收率為 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] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，107年3月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國108年7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) $\xrightarrow{1\text{ }^{\circ}\text{C/分}}$ 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

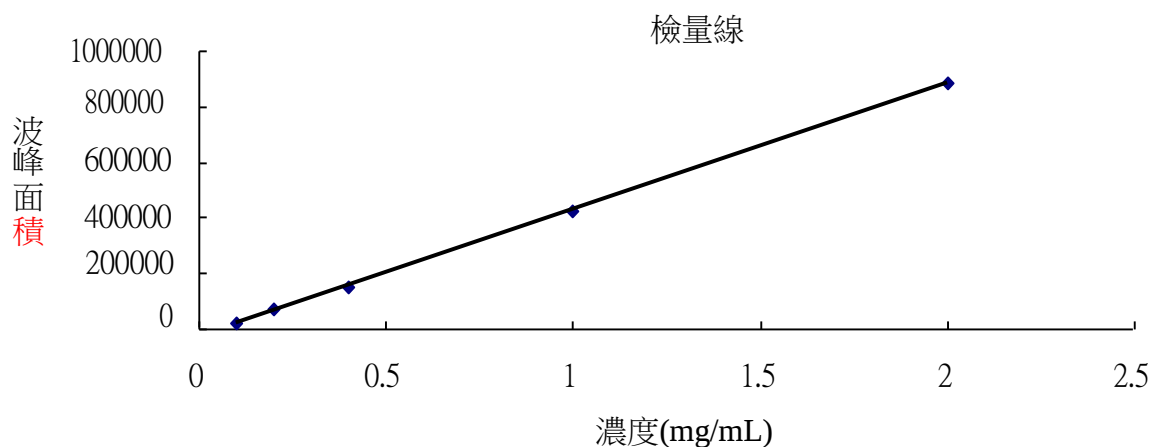
估計偵測極限：0.002 mg/樣本

分析變異係數 (CV_a)：1.05%

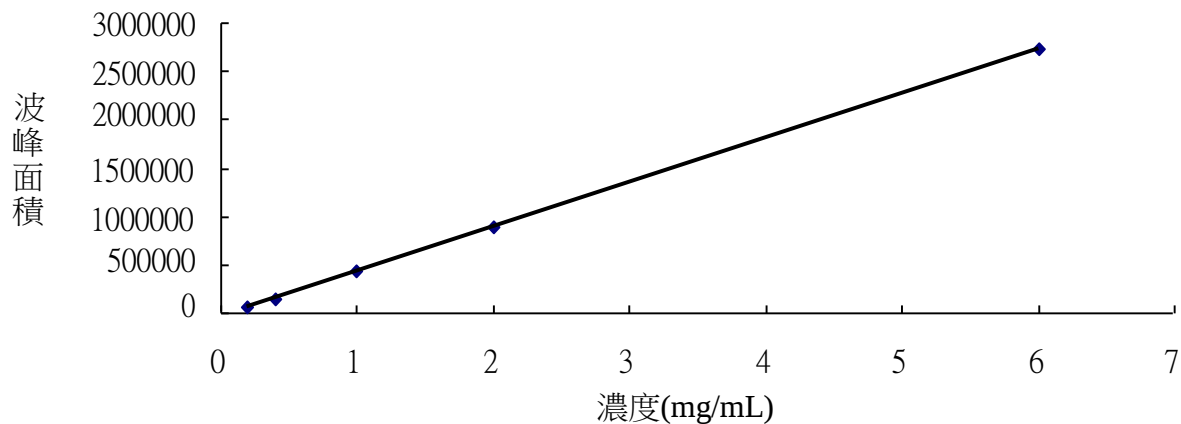
表 1 分析方法覆驗

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 $\xrightarrow{4\text{ }^{\circ}\text{C/分}}$ 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

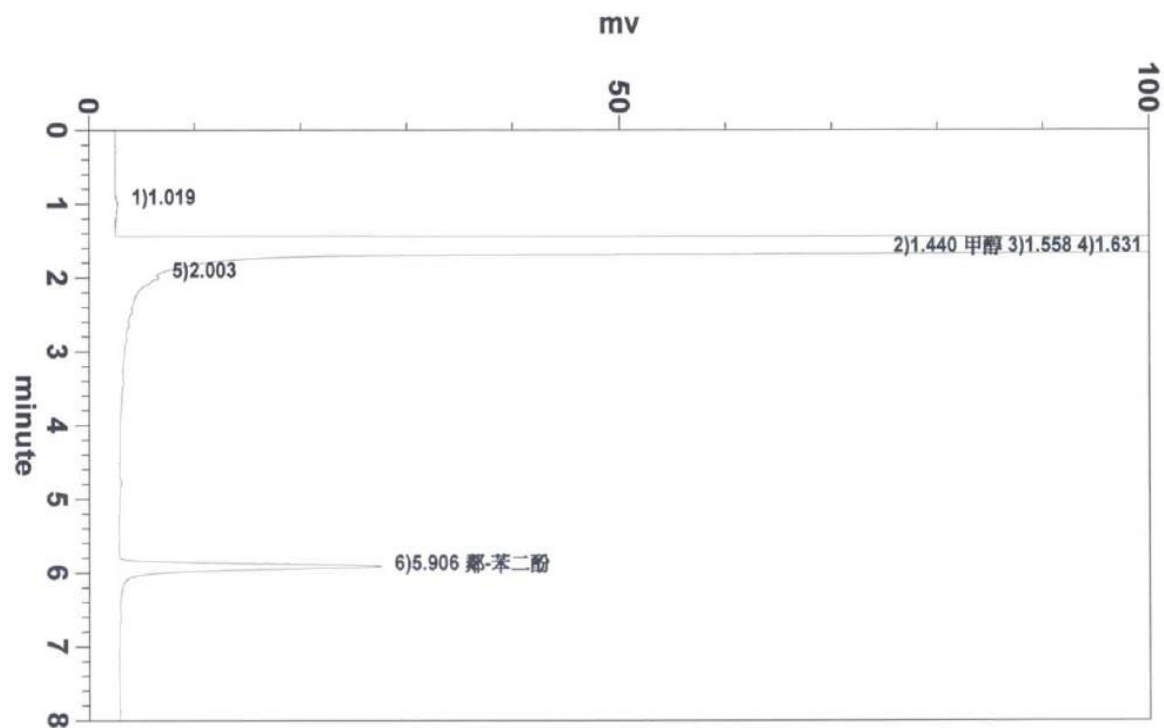


表 2 回收率 (或脫附效率)

	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

	冷藏 (4 °C)						室溫 (27 °C)						備註
樣本測試日	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 $160 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 240 \text{ L}$ 。

