

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2207 萘胺

<p>分子式：1-C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>N</p> <p>分子量：143.19</p>	<p>1-Naphthylamines</p> <p>參考資料：NIOSH 5518(5/15/85)</p> <p>編輯日期：05/12/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：無</p> <p>NIOSH：無</p> <p>ACGIH：無</p> <p>勞委會：乙種特定化學物質</p> <p>(1 ppm = 5.85 mg/m<sup>3</sup> @ NTP)</p>	<p>基本物性：</p> <p>固態；熔點 92 ~ 94 °C；</p> <p>蒸氣壓 0.53Pa (0.004 mm Hg；31 mg/m<sup>3</sup>)@ 20 °C</p>
<p>化合物別名：1-naphthylamine ;alpha-naphthylamine ;CAS # 134-32-7</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：13mm 玻璃纖維濾紙+ 矽膠管</p> <p>(ST-226-47 SKC 100mg /50mg)</p> <p>流速：0.2~0.8 L/min</p> <p>採樣量：— 最小：30 L @ 5 ug/m<sup>3</sup></p> <p>— 最大：100L</p> <p>樣品運送：置於乾冰中</p> <p>樣品穩定性：未測定</p> <p>現場空白樣品：樣品數之 10%(≥2)</p>	<p>儀器：GC/FID</p> <p>分析物：1-naphthylamine</p> <p>脫附：(含 0.05% v/v)乙酸之異丙醇 0.5 mL</p> <p>震盪 60 分鐘</p> <p>反應：以 Sodium hydrosulfite 將分析物還原</p> <p>成 free-amine</p> <p>注射量：2μL</p> <p>溫度— 注射器：190 °C</p>
<p>準 確 度</p>	
<p>範圍：未測定</p>	<p>— 偵測器：200 °C</p>
<p>偏差：未測定</p>	<p>— 管柱：165 °C</p>

全精密度偏差(CV <sub>T</sub> )：未評估	載流氣體：N <sub>2</sub> ，12 mL/min  管柱：J&W DB-608  30m x 0.53mm I.D.，0.83µm  標準樣品：分析物溶於含 0.05%乙酸之異丙醇溶液  檢量線範圍：0.27 ~ 9.26 ug/mL  預估偵測極限：0.01 ug/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。	
其他方法：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-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 uL 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，封說 A 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，不銹鋼網及後段的矽膠，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

---

### 6.3 脫附效率

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

※ 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)

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

Wf：前段矽膠管所含分析物濃度 (mg/mL)

Wb：後段矽膠管所含分析物濃度 (mg/mL)

Bf：現場空白樣品前段之算術平均濃度 (mg/mL)

Bb：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  
chromsorb 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]

### 8.3 NIOSH 5518 分析方法評估

P&CAM 分析方法分佈於 1978 年 8 月 1 日[2]，並且利用氣體擴散控制器產生此 2 種分析物之標準氣體，以進行方法驗證。大氣中分析物濃度約  $80 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，在 80% RH, 0.8%RH, 0.8L/min 的採樣流速下，前段 100mg 矽膠管的吸附容量為  $5 \mu\text{g}$  胺，超過此含量則發生破出現象，當在 95%RH 時其破出容量只有在 80%RH 的 50%而已，可見相對濕度對出容量的影響很大。經樣品貯放穩定性測試發現，將含  $0.5 \mu\text{g}$  胺的矽膠和濾紙儲存於  $-15^\circ\text{C}$ ，7 天後可全部回收，在  $-15^\circ\text{C}$  下儲存 14 天或 21 天，濾紙的回收率約 81~82%，矽膠管回收率為 94%。

### 8.4 其他驗證分析方法

	測試 1*	測試 2**
儀器	GC/FID	GC/FID
溫度		
注射器	190 °C	190 °C
偵測器	250 °C	200 °C
管柱	165°C, 12 分	165°C, 15 分
速度 (mL/min)		
空氣	0.55kg/cm <sup>2</sup>	400
氫氣	0.65kg/cm <sup>2</sup>	33
氮氣	0.75kg/cm <sup>2</sup>	22
管柱	fused silica WCOT DB - 608, 30m × 0.53 mm ID film 0.83mm	fused silica WCOT DB - 608, 30m × 0.53 mm ID

\* 0.5% acetic acid 為助脫附劑

化合物	測試 1	測試 2
-----	------	------

		平均脫附效率	平均 CV <sub>1</sub> 值	平均脫附效率	平均 CV <sub>1</sub> 值
萘胺	a*	61.30%	4.14%	68.33%	4.65%
	b*	89.23%	1.74%	76.19%	4.78%

\* a : skc cat 226-49 或 cat 226-10 矽膠管

\* b : skc cat 225-16 , 13mm 玻璃纖維濾紙

## 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 forCarcinogen,Los Alamos Scientific Laboratory,Progress ReportLA-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.Department of Health,Education,and Welfare,Publ.(NIOSH) 78-185(1987)

測試撰寫人：林光烈、顏慶堂、潘喜久

驗 證 人：張火炎、歐芬芳、林玉崔

萘胺  
採樣及分析流程圖

