

勞動部採樣分析建議方法

方法編號 TOSHA11167r0 (等級)

環己醇	Cyclohexanol	審查日期：
容許濃度	參考資料：NIOSH 1402	8/15/1994 [1]
勞動部：50 ppm (皮膚)		
OSHA：50 ppm	分子式：C ₆ H ₁₂ O	
NIOSH：50 ppm (皮膚)		
ACGIH：50 ppm (皮膚)	分子量：100.16	
(1 ppm = 4.09 mg/m ³ @ NTP)		
基本物性：	別名：hexalin；hydrain；hydroxycyclohexane；anol	
液態，密度 0.962 g/mL		
沸點：161 °C，熔點：24 °C		
蒸氣壓：0.13 kPa (1.0 mmHg) @ 20 °C	CAS No.：108-93-0	
爆炸界限：1.52~11.1% (v/v)	RTECS No.：GV7875000	

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：cyclohexanol
採樣體積：最小 0.2 L @ 50 ppm	脫附：1 mL 二硫化碳/異丙醇 (95/5)，放置 30 分，偶爾輕微搖動
最大 32 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：
準確度[1]	50°C(5分) $\xrightarrow{30^\circ C/分}$ 150°C(2分)
範圍：95~380 mg/m ³ (10 L)	載流氣體：氦氣，13 mL/min
偏差：未確認	管柱：ZB-WAX
總變異係數 (CV _T)：1.5%	60 m × 0.53 mm ID，1 µm 毛細管柱
準確度 (overall accuracy)：±8.0%	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
	檢量線範圍：0.038~4.33 mg/mL
	可量化最低量：0.038 mg/樣本
	分析變異係數 (CV _a)：0.56%

適用範圍[1]：本方法是以 10 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 45~140 mg/m³ (低濃度)，175~680 mg/m³ (高濃度)。

干 擾[1]：高濕度會降低破出體積。

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 助脫附劑：異丙醇 (分析級)。
- 1.3 分析物：環己醇 (分析級)。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 氬氣。
- 1.6 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 0.2~32 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 0.481~1.92 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 0.038~4.33 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°C (5 分) $\xrightarrow{30^\circ\text{C/分}}$ 150°C (2 分)

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	1.75
異丙醇	3.13
環己醇	9.52

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 (%)
環己醇	50	2.35~9.41	0.481~1.92	95.9	0.56

*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°C $\xrightarrow{30^\circ C/分}$ 150°C (5 分) (2 分)	50 $\xrightarrow{30^\circ C/分}$ 150 (2 分) (7 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	340 mL/min
氫氣	40	34 mL/min
氮氣	13	8 mL/min (分流比 10:1)
平均脫附效率 (%)	95.9	96.02
分析變異係數 CV _a (%)	0.56	1.41
滯留時間 (分)	9.52	7.16

*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；環己醇測試濃度為 101 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 98.7%，14 天相對回收率為 98.7%，21 天相對回收率為 98.6%，28 天相對回收率為 98.9%；於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 102.0%，14 天相對回收率為 98.9%，21 天相對回收率為 98.8%，28 天相對回收率為 98.9%，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 3。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1402, 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。

附註二 所參考分析方法之主要數據

1.本分析方法是參照 NIOSH 1402 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/異丙醇 (95/5)，放置 30 分

注射量：5 μ L

溫度—注入口：200 $^{\circ}$ C

—偵檢器：250~300 $^{\circ}$ C

—管 柱：80~120 $^{\circ}$ C

管柱：玻璃管柱，3 m \times 2-mm ID，10% SP-1000 填充 80/100 mesh Supelcoport 或同性質管柱

載流氣體：氮氣或氬氣，30 mL/min

標準樣本：環己醇溶於二硫化碳/異丙醇 (95/5)

測試範圍：1~4 mg/樣本

估計偵測極限：0.01 mg/樣本

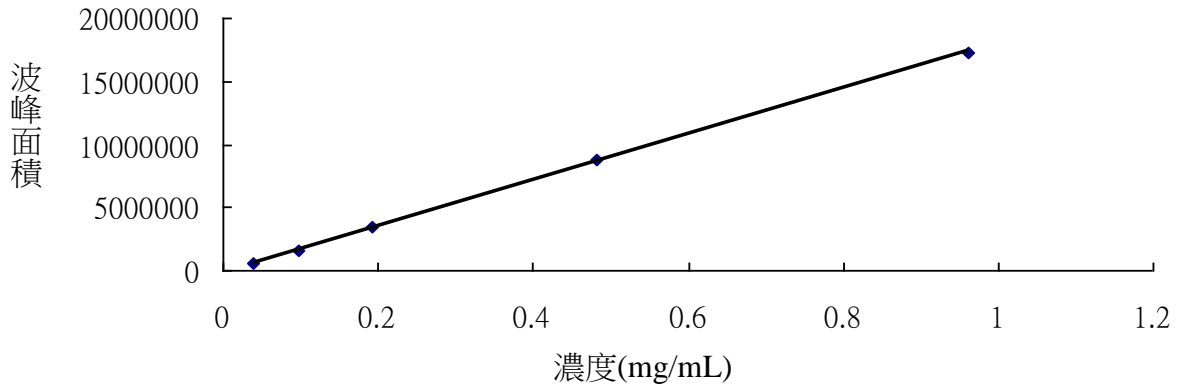
分析變異係數 (CV_a)：1.5%

表 1 分析方法覆驗

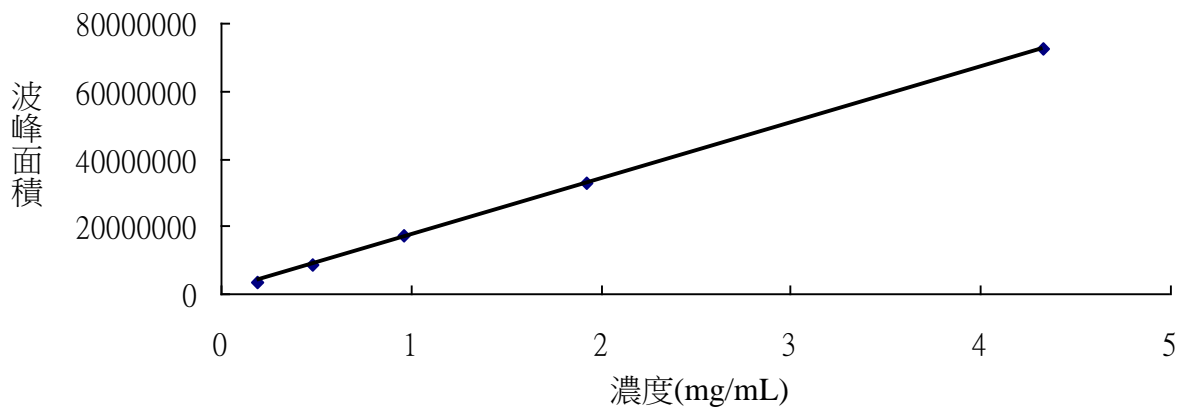
執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC / FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 ($^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	50 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{30^{\circ}$ C/分} 150 $^{\circ}$ C (5 分) (2 分)	50 $\xrightarrow{30^{\circ}$ C/分} 150 (2 分) (7 分)
流率 (mL/min)		
空氣	400	340 mL/min
氬氣	40	34 mL/min
氮氣	13	8 mL/min (分流比 10:1)
檢量線範圍 (mg/mL)	0.038~4.33	0.096~4.81
線性相關係數	0.999	1.00
平均脫附效率 (%)	95.9	96.02
分析變異係數 (%)	0.56	1.41

檢量線及層析圖譜

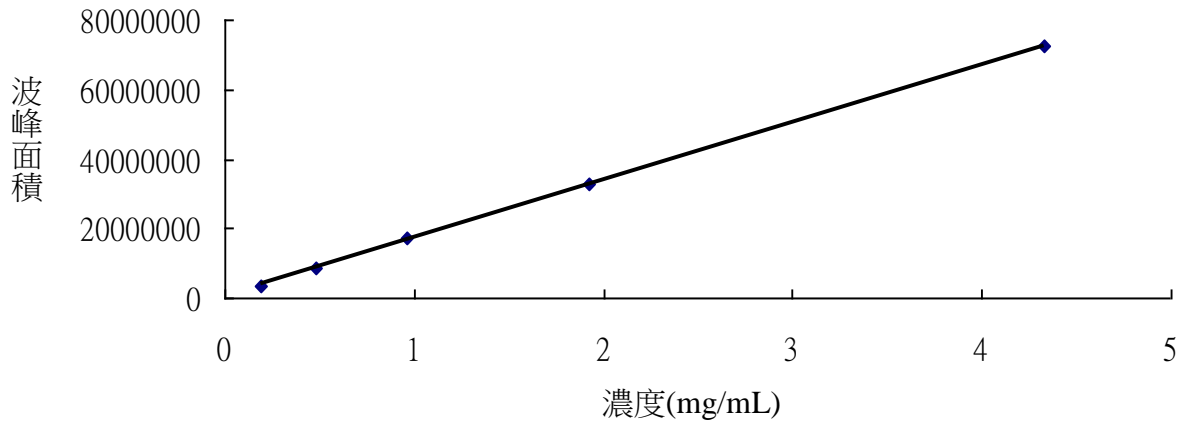
檢量線



編號	配製濃度 (mg)	計算濃度 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.038	0.039	1.05	0.99993
STD2	0.096	0.093	3.52	
STD3	0.192	0.191	0.80	
STD4	0.481	0.489	1.61	
STD5	0.962	0.959	0.34	

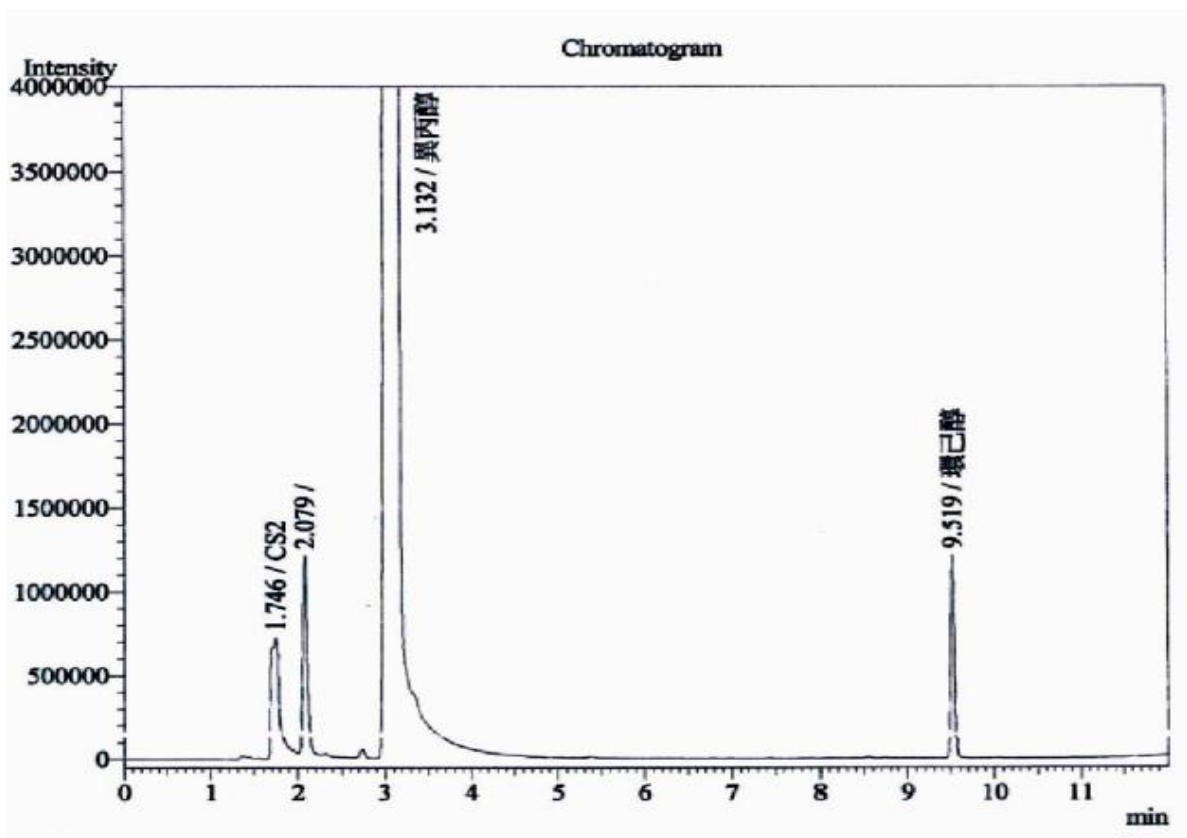


編號	配製濃度 (mg)	計算濃度 (mg)	RPD%	r 值
STD2	0.096	0.089	7.29	0.99934
STD3	0.192	0.179	6.82	
STD4	0.481	0.498	3.58	
STD5	0.962	1.00	4.10	
STD6	1.92	1.90	1.12	



編號	配製濃度 (mg)	計算濃度 (mg)	RPD%	r 值
STD3	0.192	0.185	3.65	0.99989
STD4	0.481	0.486	1.11	
STD5	0.962	0.999	3.85	
STD6	1.92	1.92	0.36	
STD7	4.33	4.32	0.10	

註：本檢量線為多段迴歸，共有 3 條檢量線



註：滯留時間 2.079 分之波峰為助脫附劑異丙醇內之雜質

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	0.481	0.455	94.5	0.962	0.911	94.7	1.92	1.88	97.9
2	0	0.481	0.459	95.5	0.962	0.924	96.0	1.92	1.90	98.6
3	0	0.481	0.457	95.0	0.962	0.915	95.2	1.92	1.88	97.6
4		0.481	0.455	94.5	0.962	0.923	95.9	1.92	1.88	97.7
5		0.481	0.454	94.4	0.962	0.921	95.8	1.92	1.87	97.3
6		0.481	0.456	94.7	0.962	0.914	95.0	1.92	1.86	96.7
平均值			0.456	94.8		0.918	95.4		1.88	97.6
標準偏差			0.0020			0.0052			0.0124	
變異係數			0.43%			0.56%			0.66%	

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) = 95.9%

分析變異係數 (CV_a) = 0.56%

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	1.00	1.01	1.00	1.00	100	0.0067	1.01	1.02	1.02	1.02	100	0.0105	
第 7 天	1.02	1.03	1.02	1.02	102.0	0.0061	1.00	1.00	1.01	1.00	98.7	0.0065	
第 14 天	0.985	0.997	0.999	0.994	98.9	0.0075	1.00	1.00	1.01	1.00	98.7	0.0047	
第 21 天	0.992	0.995	0.992	0.993	98.8	0.0016	0.999	1.00	1.01	1.00	98.6	0.0049	
第 28 天	1.02	1.00	0.965	0.994	98.9	0.0265	1.01	1.01	1.00	1.01	98.9	0.0029	

1. 樣本添加量 (X_0) = 0.962 mg，第 1 天測試回收率 (\bar{X}/X_0) = 105.8%， $\geq 75\%$ 。

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) $50 \text{ ppm} = 205 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，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	0.048	0.047	0.049	0.048	0.00106	2.17	0.21

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 $101 \text{ ppm} = 413 \text{ mg/m}^3$ ($\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$)，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 $32 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 48.0 \text{ L}$ 。

