

附件二 本部採樣分析建議方法之品質管制

一、分析數據之品質管制

(一)檢量線範圍

檢量線的線性相關係數 (r 值) 不得小於 0.995。標準溶液濃度的配製值和量測值的平均相對誤差 (relative error)，最高濃度之相對誤差不得大於 3%，其餘濃度之相對誤差減去最高濃度的相對誤差不得大於下列標準。

濃度	相對誤差	相對誤差
1/2 ~ 2 PEL	7.0 %	= (量測濃度 - 配製濃度 / 配製濃度) × 100%
其它	10.0 %	

(二)脫附效率之品質管制

如應有脫附過程，應作脫附效率之品質管制。

1. 樣品脫附效率的添加質量是相當於在最低採樣流率下，對 1/2、1 和 2 倍 PEL 濃度的氣體進行八小時採樣所得。使用添加法者，則其 CV 值需不大於 7.0%；若使用標準氣體吸附方法，則需不大於 10.5%。同時脫附效率需不小於 75%。
2. 上述三個濃度之個別平均脫附效率之最大者和最小者之差相對於最大者，需不大於 7.0%。即

$$\left(\frac{|\text{最大平均脫附效率} - \text{最小平均脫附效率}|}{\text{最大平均脫附效率}} \times 100\% \right) \leq 7\%$$

3. 平均脫附效率 (pooled desorption efficiency) 計算如下：

(1) 符號說明

- X 配製濃度
- \hat{X} 量測濃度
- \bar{X} 平均量測濃度
- m 同一配製濃度重複製備之樣品數(一般 m 取 6)
- n 不同之配製濃度(一般 n 為 3)
- SD 標準偏差
- CVa 分析變異係數
- \hat{X}_{ij} 配製濃度 X_i 之第 j 個重複配製樣品之量測濃度(設只量測一次)

m_i 配製濃度 X_i 計重複製備 m_i 個樣品

\bar{X}_i m_i 個 X_i 的平均量測濃度，

$$\bar{X}_i = \frac{\sum_{j=1}^{m_i} \hat{X}_{ij}}{m_i}$$

SD_i 量測配製濃度 X_i 樣品之標準偏差，

$$SD_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{m_i} (\hat{X}_{ij} - \bar{X}_i)^2}{m_i - 1}}$$

CV_i 量測配製濃度 X_i 樣品之變異係數，

$$CV_{ai} = \frac{SD_i}{\bar{X}_i}$$

(2) 計算：

$$\text{平均相對誤差} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{|X_i - \bar{X}_i|}{\bar{X}_i} \times 100\%}{n}$$

$$\text{平均變異係數} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m_i - 1) CV_{ai}^2}{\left(\sum_{i=1}^n m_i\right) - n}} \times 100\%$$

二、儀器分析準則

(一) 方法訂定及驗證

分析方法需量測以下事項，1.檢量線線性範圍、2.脫附效率 (DE) 和 CV 值、3.分析方法可量化最低濃度、4.最佳分析條件等，茲說明如下：

1.檢量線線性範圍

- (1)最低濃度：最低採樣體積 \times PEL \times 1/10。
- (2)最高濃度：最高採樣體積 \times PEL \times 2。無機分析時，最高濃度已超過檢量線之線性範圍者，請稀釋之。並以新所得之濃度最高者為檢量線最高濃度。
- (3)檢量線之最高濃度的配製值和量測值的相對誤差需小於 3%。
- (4)除了在最高和最低濃度各配製一瓶標準溶液外，於此濃度範圍內，另配製 3 個不同濃度的標準溶液，測定含氯、氟之化合物者，宜多配製數瓶不同濃度的標準溶液。
- (5)最低濃度之標準溶液需再配製一瓶。
- (6)最低濃度之數據不符合“分析數據品質管制”者，則需以較高的濃度為新的“檢量線最低濃度”。
- (7)最低濃度相對誤差減去最高濃度的相對誤差仍小於 10%者，則以最低濃度為本方法之檢量線最低線性濃度。
- (8)分段使用線性迴歸方式計算檢量線之相對誤差者，同一個濃度可能會被數條不同的檢量線所計算；則取最小之相對誤差為該濃度的相對誤差。
- (9)配製各標準溶液時，均應從儲備溶液直接配製。

2.脫附效率

- (1)添加量：分析物之添加量相當於 1/2 倍、1 倍、2 倍的 PEL 氣體濃度下，依建議的最低採樣體積所含的分析物質量，每一濃度各做 6 個，並有 3 個空白樣品。
- (2)使用內標物法 (internal standard method)者，需加以說明。
- (3)需註明採樣介質的廠牌及型號。

3.分析方法可量化最低濃度

於檢量線線性範圍之低濃度附近，添加化合物於採集介質中，製備三個樣品。經脫附，並以脫附效率校正後，以不大於 10% 的平均相對誤差及 7.0% 的平均變異係數為本方法之可量化最低濃度。

4.最佳分析條件

分析條件需可分離分子式極為接近之可能共存之干擾物。

(二)樣品分析

- 1.檢量線和品管樣品需符合品質管制標準，才可進行待測樣品的分析。
- 2.全部的檢量樣品、品管樣品、試劑空白樣品、現場空白樣品和空白樣品之總合需不少於總樣品數之 15%。現場空白樣品應為每批採樣樣品中 10%或至少二個以上。
- 3.檢量線濃度範圍需涵蓋待測物之濃度，不可用外插法推估待測物濃度。