

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 1508 等級 A

審查日期：99 年 12 月 8 日

乳酸正丁酯	Butyl lactate
容許濃度	參考資料：OSHA PV2080 10/1994 [1]
勞動部：5 ppm	
OSHA：無	分子式：CH ₃ CHOHCOOC ₄ H ₉ ，C ₇ H ₁₄ O ₃
NIOSH：5 ppm	
ACGIH：5 ppm (30 mg / m ³) (1ppm=5.98 mg / m ³ , @ NTP)	分子量：146.21
基本物性：	別名：butyl α-hydroxypropionate；lactic acid， butyl Ester；2-hydroxypropionate acid，butyl ester
液態，密度 0.968 g / mL	
沸點：188 °C	
溶點：-43 °C	CAS No.：138-22-7
閃火點：75.5 °C (168 °F)(閉杯測試)	RTECS No.：OD4025000

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：Butyl lactate	
採樣體積：最小0.1 L @ 5 ppm 最大32 L		脫附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5，v/v)，放置30分 ，偶爾輕微搖動	
樣本運送：例行性		注射量：1 μL	
樣本穩定性：冷藏 28 天，室溫 14 天		溫度 -注入口：230 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10 %，至少 需二個以上		-偵檢器：250 °C	
		-管 柱：16 °C / min 140 °C (3 min) → 180 °C	
		載流氣體：氮氣，12 mL/min	
		管柱：ZB-WAX	
		60 m × 0.53 mm ID，1 μm 毛細管柱	
		標準樣本：分析物溶於二氯甲烷/甲醇中	
		檢量線範圍：0.003~1.16 mg / mL	
		可量化最低量：0.003 mg / 樣本	
		分析變異係數(CV _a)：3.40 %	

準 確 度 [1]

範 圍：未確認
偏 差：未確認
總變異係數(CV_T)：未確認
準確度(overall accuracy)：未確認

適用範圍[1]：未確認。

干 擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項[1]：二氯甲烷為致癌物，甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險，乳酸正丁酯會刺激皮膚及眼睛，因此，在使用時此三種化學品時，必須是在通風良好的排煙櫃中進行。

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：二氯甲烷(分析級)。
- 1.2 脫附劑：甲醇(分析級)。
- 1.3 分析物：乳酸正丁酯(分析級)。
- 1.4 氮氣。
- 1.5 氫氣。
- 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「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」。
- 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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。
- 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「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 10 ~ 200 mL / min，應採集的空氣體積約 0.1 ~ 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「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

0.145 ~ 0.581 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「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 0.003~1.16 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

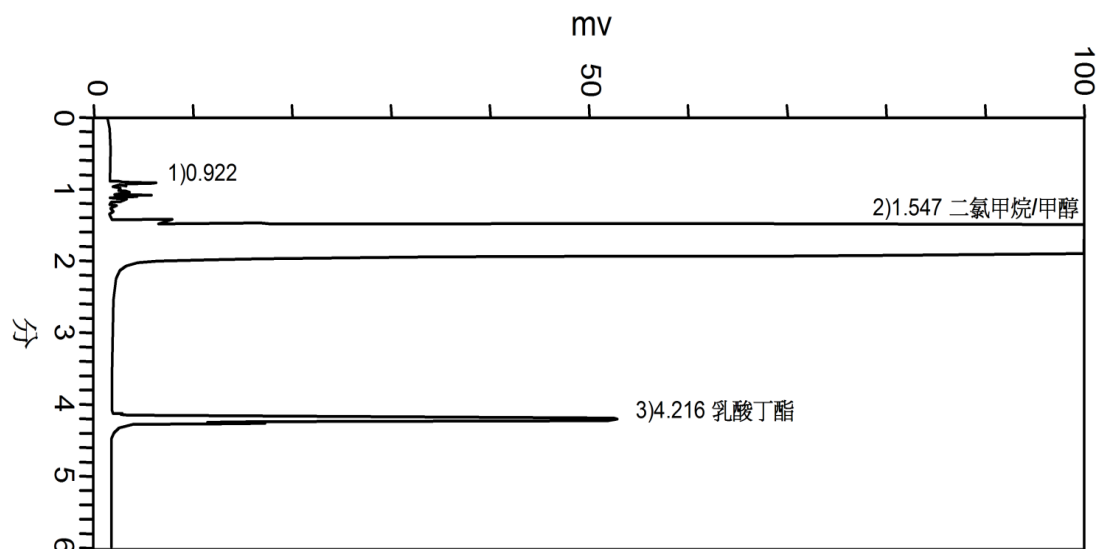
	條	件
儀器	GC / FID	
管柱	ZB-WAX 60 m × 0.53 mm ID , 1 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	12	
溫度 (°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管 柱	16 °C / min 140 °C (3 min) → 180 °C	

註：以 SHIMADZU GC-14B 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	1.55
二氯甲烷	1.80
乳酸正丁酯	4.22

6.3 分析圖譜



6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體積(L)	脫附量 (mg / 樣本)	平均脫附 效率(%)	分析變異係數 CVa(%)
乳酸正丁酯	5	4.8~19.2	0.145~0.581	98.6	3.40

* 採樣介質為 SKC 226-01(100 mg / 50 mg) 活性碳管(Lot 2000)。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μL 樣品溶液。

6.5 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度×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 : 前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段活性碳管所含分析物之質量(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.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14B)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	16 °C / min 140 °C (3 min) → 180 °C	30 °C / min 80 °C (3 min) → 180 °C
流率(mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	12	15
管柱	ZB-WAX , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX , 30 m× 0.25 mm ID , 0.25 μm
檢量線範圍(mg/mL)	0.003 ~ 1.16	0.003 ~ 1.18
線性相關係數	0.999 ^{**}	0.999
平均脫附效率(%)	98.6 [*]	101.3
CVa (%)	3.40 [*]	1.07
滯留時間(分)	4.22	3.01

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有 3 條檢量線，r 值分別為 0.999，0.999 及 0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

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

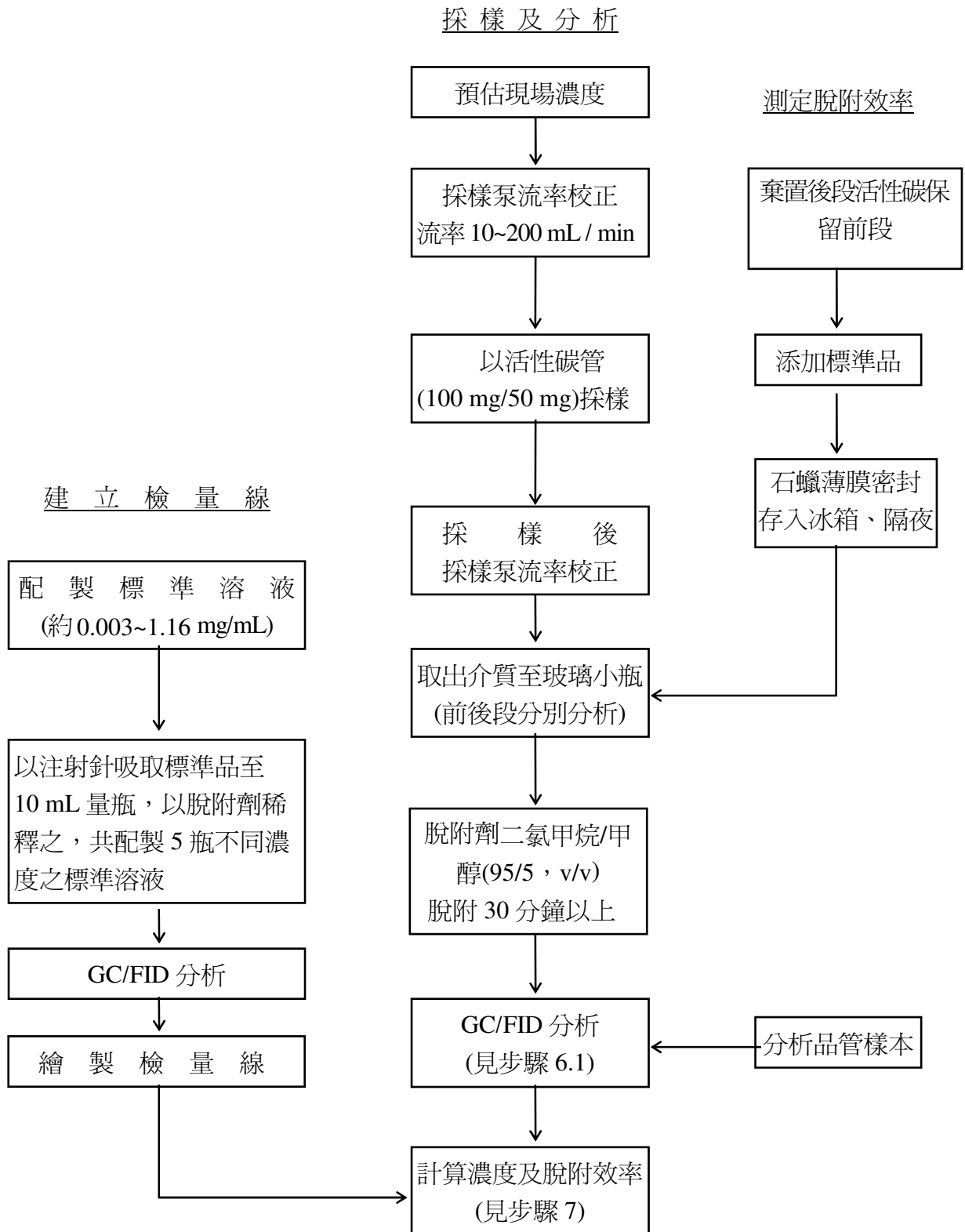
下進行 6 個樣本之破出測試；乳酸正丁酯 測試濃度為 10.4 ppm，採樣流率為 200 mL / min，經 240 分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 92.5 %，14 天相對回收率為 93.2%，21 天相對回收率為 89.8 %，28 天相對回收率為 79.7 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.6 %，14 天相對回收率為 102.0 %，21 天相對回收率為 96.3 %，28 天相對回收率為 92.2 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 14 天，冷藏 28 天，詳見表 2。

10.文獻

- [1] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. PV2080, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), October 1994.
- [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 PV2080 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5, v/v)

注射量：1 μ L

溫 度-注入口：200 $^{\circ}$ C

-偵檢器：325 $^{\circ}$ C

-管 柱： $\begin{array}{c} 10^{\circ}\text{C} / \text{min} \\ 50^{\circ}\text{C} \longrightarrow 170^{\circ}\text{C} \end{array}$

管 柱：Rtx-volatiles, 60 m \times 0.32 mm ID, 1.5 μ m 毛細管柱

載流氣體：氮氣, 3.0 mL / min

標準樣本：乳酸正丁酯 溶於二氯甲烷/甲醇。

測試範圍：0.03~0.598 mg / 樣本

估計偵測極限：0.95 μ g / 樣本

分析變異係數(CV_a)：1.3 %

表 1 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	0.145	0.144	99.2	0.290	0.284	97.7	0.581	0.550	94.6
2	0	0.145	0.144	99.4	0.290	0.287	98.8	0.581	0.535	92.1
3	0	0.145	0.146	100.3	0.290	0.275	94.6	0.581	0.596	102.6
4		0.145	0.149	102.5	0.290	0.275	94.6	0.581	0.542	93.3
5		0.145	0.155	106.8	0.290	0.293	101.0	0.581	0.549	94.5
6		0.145	0.148	102.1	0.290	0.290	100.0	0.581	0.584	100.5
平均值			0.148	101.7		0.284	97.8		0.559	96.3
標準偏差			0.0041			0.0078			0.0246	
變異係數			2.80			2.74			4.40	

相當採樣體積 10 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=98.6 %

分析變異係數(CVa)=3.40 %

表 2 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 (%)	S D (mg)	X_1 (mg)	X_2 (mg)	X_3 (mg)	\bar{X} (mg)	相對回 收率 (%)	S D (mg)	
第 1 天	0.293	0.300	0.296	0.296	100.0	0.0034	0.287	0.288	0.304	0.293	100.0	0.0094	
第 7 天	0.294	0.281	0.282	0.286	96.6	0.0072	0.271	0.270	0.274	0.272	92.5	0.0019	
第 14 天	0.303	0.301	0.302	0.302	102.0	0.0006	0.273	0.272	0.275	0.273	93.2	0.0018	
第 21 天	0.283	0.284	0.286	0.285	96.3	0.0015	0.271	0.258	0.258	0.263	89.8	0.0070	
第 28 天	0.285	0.267	0.267	0.273	92.2	0.0105	0.238	0.232	0.233	0.234	79.9	0.0038	

1. 樣本添加量(X_0)=0.290 mg，第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0)102.1 %，第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0)101.4 % 須 ≥ 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品穩定儲存天數，若長於 28 天，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。