

行政院勞工委員會採樣分析參考方法

5043丙烯醇

Allyl alcohol

容許濃度 參考資料：NIOSH 402 8/15/1994[1]

勞委會：2ppm(皮)[2]

OSHA：2ppm(皮膚)

NIOSH：2ppm，STEL 4ppm(皮膚)

ACGIH：2ppm，STEL 4ppm(皮膚)

(1ppm=2.37mg/m³)

基本物性：

液態：密度0.854 g/mL@20°C

沸點：96-97°C

熔點：-50°C

蒸氣壓：2.3kPa(17mmHg，0.8%v/v)@25°C RTECS No.：BA 5075000

爆炸範圍：4.4~16%(v/v in air)

分子式：CH₂=CHCH₂OH;C₃H₆O

分子量：48.08

別名：2-propen-1-ol, vinyl carbinol

CAS No.：107-18-6

採 樣	分 析
<p>採樣介質：活性碳管(100mg/50mg)</p> <p>流 率：10~200mL/min</p> <p>採樣體積：最小：1L[1]</p> <p style="text-align: right;">最大：32L@40ppm</p> <p>樣品運送：例行性</p> <p>樣品穩定性：15天@冷藏4°C</p> <p>現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上。</p>	<p>方 法：GC/FID</p> <p>分 析 物：丙烯醇</p> <p>脫 附：1mL CS₂(內含5% 2-propanol助脫附劑及0.1% n-hexane內標物)，放置30分鐘以上</p> <p>注 射 量：2 μL</p> <p>儀器分析條件：</p> <p>溫度—注入口：200°C</p> <p>—偵檢器：250°C</p> <p style="text-align: center;">12°C/min</p> <p>—管柱：30°C —————> 80°C</p> <p style="text-align: center;">(5min) (1min)</p> <p>載流氣體：氮氣，8.5mL/min</p> <p>管 柱：fused silica WCOT FFAP，30m× 0.53mmID</p> <p>標準樣品：丙烯醇溶於1mL含內標物之CS₂中</p> <p>檢量線範圍：1.2~14.2 μg/mL</p> <p>可量化最低濃度：1.2 μg/mL</p> <p>分析變異係數(CVa)：1.6%</p>
準 確 度[1]	
<p>範 圍：1.8~8.4mg/m³(0.2~0.1mg/樣品)</p> <p>偏 差：未測定</p> <p>總變異係數(CV_T)：11.1%</p> <p>準 確 度：± 20%</p>	

適用範圍：10L空氣樣品，本方法有效分析濃度範圍為1~10mg/m³；在此方法中，藉著改變GC的分析條件(如昇溫程式)可同時測2種以上分析物。

干 擾[1]：高濕度會降度採樣量，本方法亦可用其它管柱，如：3m× 3mm不鏽鋼管填充10% FFAP on Chromosorb W-AW或其他管柱，若有相等或更佳的解析度(如毛細管柱)亦可使用。在採樣時活性碳管中不易揮發的物質，可能取代較易揮發的物質致使採樣發生偏差。

安全衛生注意事項：丙烯醇及CS₂均屬第3類危害物質。為易燃液體，會刺激眼睛、皮膚、呼吸系統；應置於陰涼且通風良好處，並遠離火源，CS₂亦為第6類危害物質，屬毒性物質；使用操作時應在通風櫃中，並配戴護目鏡、口罩及手套，需在通風良好的煙櫃中進行。

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：CS₂(層析級)，含5%(v/v)2-propanol脫附劑及可內含0.1% n-hexane內標物（或其他合適的內標物）。
- 1.2 分析物：丙烯醇(試藥級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管(100mg/50mg)，見通則之採集介質。
- 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)、積分器，以及管柱。
- 2.4 2mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1mL的吸管和吸球。
- 2.6 5，10，25，100 μ L之注射針筒。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見通則之採樣。
- 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1~32L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見通則之脫附效率。

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 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 $2.4\sim 9.5\ \mu\text{g}$ 。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封，冷藏靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個2mL的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑5mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 放置30分，偶爾搖動。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見通則之檢量線製作與品管。

5.1.2 以注射針筒直接注入含有1mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 $1.2\sim 14.2\text{Mg/mL}$ 。

(註：至少應配製5種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.3 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.4 以波峰面積(或高度)與內標物波峰面積(高度)之比值。

5.2 品質管制

5.2.1 見通則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	fused silica WCOT, FFAP 30m× 0.53mm ID	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	33 mL/min	
氮氣	8.5 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	12°C / min 30°C → 80°C (5min) (1min)	

註：以HP5890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

化 合 物	滯 留 時 間(分鐘)
正己烷	1.06
CS ₂	1.54
2 丙醇	3.80
丙烯醇	8.18

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/sample)	平均脫附 效率(%)	分析變異 係數CVa(%)
丙烯醇	2	0.5~2.0	2.4~9.5	80.5	1.6

* 採樣介質為SKC 226-01 Lot 120活性碳管(100mg/50mg)

6.4 注射樣品進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術 (solvent flush injection technique) — 利用10 μ L之注射針筒先以溶劑 (CS₂)沖刷數次，濕潤針管與活塞，取3 μ L溶劑後，吸入0.2 μ L空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入2 μ L樣品後，在空氣中後退1.2 μ L，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔1.9~2.1 μ L。

註：假如波峯面積比值超過標準溶液的線性範圍，則以脫附劑稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積(或高度)，分析結果自檢量線上求出。

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：採集氣體體積(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 ：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B_b ：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > ($W_f/10$)即表破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(HP 5890)	GC/FID(HP 5890)
分析條件		
溫度	200°C	200°C
注入口	250°C	250°C
偵檢器	20°C /分	15°C /分
管 柱	80°C → 140°C (3min) (1min)	30°C → 80°C (4min) (8min)
流率		
空氣	400mL/min	400mL/min
氫氣	30mL/min	33mL/min
氮氣	9.7mL/min	6.0mL/min
管柱	fused silica WCOT , 30 m× 0.53 mm ID	fused silica WCOT , 30 m× 0.53 mm ID
平均脫附效率	88.7%	81.5%
CVa	1.8%	2.9%
滯留時間	2.9分鐘	9.5分鐘

9. 高濕環境下破出測試與樣品儲放穩定性測試

本方法評估是以採樣袋法 (sampling bag method) 產生標準氣體，並於 30°C，80%RH 高濕環境下同時進行 6 個樣品之破出測試；乙腈測試濃度為 4ppm，採樣流率為 200 mL/min，每個樣本採樣時間，分別為 40、80、120、160、200 和 240 分鐘，並以氣相層析儀分析前、後段分析，則於 240 分鐘，仍未有破出現象產生，故其建議最大採樣體積為 32L。在高濕環境採集 36 個樣品，進行 15 天樣品貯放穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為 96%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 98%。

10. 參考文獻

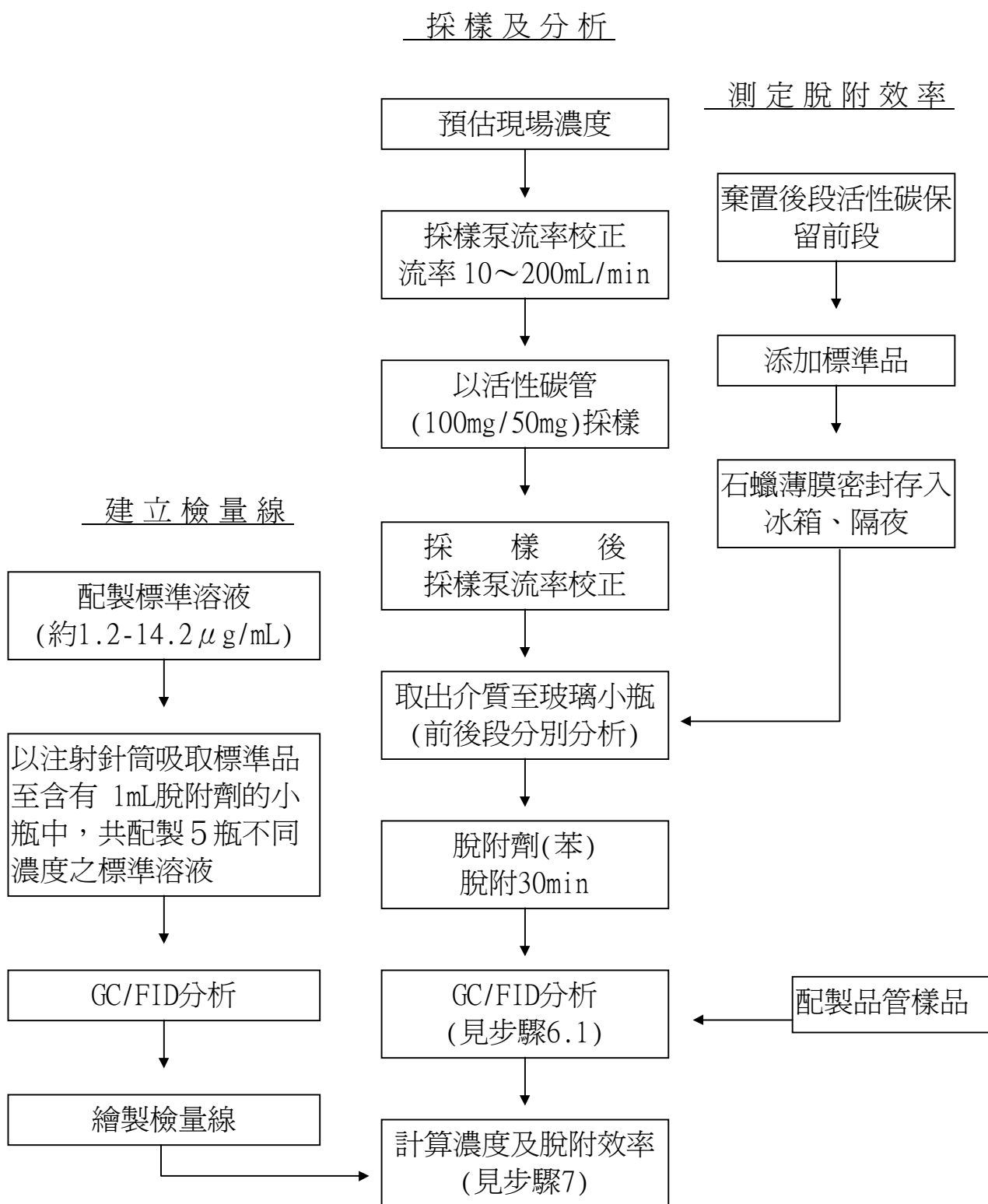
[1]NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1402, 1994.

[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84年9月。

[3]勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國84年12月。

[4]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., 1977.

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 NIOSH第二版S52[4]及NIOSH第四版1402分析方法[1]。

2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

脫 附：1mL CS₂，含助脫附劑5%(v/v)2-propanol及內標物0.1%
(v/v)n-hexane成0.2%(v/v)n-pentadecane，或其它合適的內
標物。

注射量：5 μL

溫度—注入口：200°C

—偵檢器：250°C ~ 300°C

—管 柱：80°C ~ 120°C

載流氣體：氮氣或氦氣，30 mL/min

管 柱：玻璃管柱，3m× 2mm ID，10% SP-1000 on 80/100mesh
Supelcoport。

標準樣品：分析物溶於含內標物之CS₂中。

測試範圍：0.02~0.1 mg/樣品

分析變異係數值(CVa)：2.3%

預估偵測極限：0.01mg/樣品

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID(HP5890)		GC/FID(HP5890)		GC/FID(HP5890)	
分析條件		fused silica WCOT FFAP 30 m× 0.53 mm ID		fused silica WCOT FFAP 30 m× 0.53 mm ID		fused silica WCOT FFAP 30 m× 0.53 mm ID	
溫度		200°C		200°C		200°C	
注入口		250°C		250°C		250°C	
偵檢器		12°C /分		12°C /分		12°C /分	
管柱		30°C————→80°C (5分) (1分)		80°C————→140°C (3分) (0分)		30°C————→80°C (5分) (1分)	
流率		400mL/min		400mL/min		400mL/min	
空氣		33mL/min		30mL/min		33mL/min	
氫氣		8.5mL/min		9.7mL/min		6.0mL/min	
氮氣							
檢量線範圍		0.0012-0.0142mg/mL		0.0015-0.0238mg/mL		0.0012-0.0142mg/mL	
線性相關係數		0.9999		0.9999		0.9998	
平均脫附效率		80.5%		88.7%		81.5%	
分析變異係數		1.6%		1.8%		2.9%	
盲樣 測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)
樣品一	0.0019	0.0018	-5.26	0.0019	0.00	0.0017	-10.53
樣品二	0.0031	0.0033	6.45	0.0032	3.23	0.0031	0.003
樣品三	0.0061	0.0061	0.00	0.0062	6.56	0.0063	3.28
樣品四							
平均							

*脫附劑為CS₂內含5%(v/v)2-propanol為助脫附劑，0.1%n-hexane為內標物

二、分析圖譜及分析條件

1. 圖譜

2. 分析條件

	條	件
儀器	(HP5890) GC/FID	
管柱	fused silica WCOT FFAP, 30 m× 0.53 mm ID	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	33 mL/min	
氮氣	8.5 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	12°C / min 30°C → 80°C (5min) (1min)	

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5PEL			1PEL			2PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)
1	0	0.0024	0.0020	83.1	0.0048	0.0038	80.3	0.0095	0.0076	80.0
2	0	0.0024	0.0020	83.2	0.0048	0.0038	81.3	0.0095	0.0076	78.6
3	0	0.0024	0.0020	83.7	0.0048	0.0038	80.9	0.0095	0.0076	77.3
4	0	0.0024	0.0019	81.4	0.0048	0.0038	80.4	0.0095	0.0076	79.6
5	0	0.0024	0.0020	81.9	0.0048	0.0038	76.4	0.0095	0.0076	80.0
6	0	0.0024	0.0020	82.0	0.0048	0.0039	77.5	0.0095	0.0076	79.7
平均值				82.4			79.5			79.2
標準偏差				7.5			2.02			1.08
變量係數				0.9			2.6			1.4

三個濃度之平均脫附效率=80.4%

分析變異係數(CVa)=1.6%

表三 儲存穩定性

天數	丙烯醇相對回收率*(%)(添加量=1.760 μ g/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100	100	100	100	100	100
3	100.5	99.1	98.9	100.4	98.5	97.8
6	99.4	98.9	96.7	98.4	99.6	101.1
9	98.7	97.6	99.1	99.6	94.3	98.7
12	99.0	95.7	95.4	100.1	96.7	96.5
15	98.5	97.8	98.4	97.5	96.5	95.1
第十五天平均值	98.2%			96.4%		

*指相對於第一天分析結果之回收率