

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1231

正丙酯

分子式：C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>  分子量：102.13	n-propyl acetate  參考資料：NIOSH 1450 (2/15/84)  編輯日期：4/12/90
容許濃度標準(TLV)  OSHA：200 ppm  NIOSH：無  ACGIH：200 ppm  勞委會：200 ppm  ( 1 ppm：4.18 mg/m <sup>3</sup> @NTP )	基本物性：  密度：0.836 g/mL @20°C  沸點：102°C  蒸氣壓：33 KPa (25 mmHg) @20°C
化合物：n-propyl acetate; CAS # 109-60-4	
採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)  流速：10~200 mL/min  採樣量：一最小 1 L @OSHA 標準 一最大 10 L  樣品運送：密封  樣品穩定性：未測定  現場空白樣品：樣品數的 10%	方法：GC/FID  分析物：n-propyl acetate  脫附：1 mL CS <sub>2</sub> ，靜置 30 分鐘以上  注射量：2μL  溫度—注射器：230°C  偵測器：250°C
準 確 度	

<p>範圍：0.5 ~ 2X OSHA[2]( 10 L 樣品 )</p> <p>偏差：不顯著 [2]</p> <p>全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：0.05~0.09[2];</p> <p>見方法評估</p>	<p>管柱：</p> <p>6°C/min</p> <p>55°C ——— 100°C</p> <p>(2分) (2分)</p> <p>載流氣體：氮氣，6.32 mL/min</p> <p>管柱：fused silica WCOT,DB-WAX</p> <p>30m × 0.53mmID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub> 中</p> <p>檢量線範圍：0.209~1.881 mg/mL</p> <p>預估偵測極限：0.209 mg/mL</p> <p>分析精密度偏差(CV<sub>1</sub>)：2.78%</p>
<p>適用範圍：10 升的空氣樣品，其有效測試濃度為 84~2520 mg/m<sup>3</sup> 藉著 GC 分析條件(如 temperature programming)的設定，可同時測兩種或兩種以上之分析物。在高濕環境下活性碳的吸附能力和破出體積都會大大降低。</p>	
<p>干擾：未確定，若有干擾出現時，以 SP-1000 Chromosorb WHP 可作替代之管柱。</p>	
<p>其它方法：本方法是參照 NIOSH S48 及 1450 分析方法。</p>	

## 1. 試藥

1.1 脫附劑：CS<sub>2</sub>\*：層析分析級，可內含合適的內標定品。如：0.1%(v/v) benzene 或 1% (v/v) tridecane, dodecane,undecane 或其它。

1.2 分析物：試藥級\*。

1.3 純化的氮氣。

1.4 預先純化的氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

\* CS<sub>2</sub>有毒，易燃(閃火點 = -30°C)。準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃(hood)中進行。

## 2. 設備

2.1 捕集設備：活性碳管 100mg/50mg，見採樣介質通則。

2.2 個人採樣泵：流速約 10 ~ 200 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器(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 10，25，50，100  $\mu\text{L}$  之注射針筒。

2.6 量瓶。

### 3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，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 10~200mL/min，總採集空氣量約 1~10L。

3.3 以塑膠封?不可用橡膠)，並以石臘薄膜(parafilm)加封後運送。

### 4. 樣品脫附

4.1 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 的玻璃小瓶中。取出分隔的 PU 泡綿，後段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。

4.2 玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 1 小時以上，並偶爾搖動。

### 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 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。

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 將活性管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量見表。

5.2.4 以塑膠誘皂袖□■?parafilm)封管，靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後進行分析。

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 HP 5890 GC/FID  
 HP 7672 autoinjector  
 管柱 fused silica WCOT, DB-WAX  
 30m x 0.53 mm ID  
 流速 (mL/min)  
 空氣 402  
 氫氣 29  
 氮氣 6.32  
 溫度 (°C)  
 注射器 230  
 偵測器 250  
 管柱 55°C (2 分)~100°C (2 分),6°C/分

---

## 6.2 大約滯留時間 (retention time)

滯流時間

化合物	(A)	(B)*
CS <sub>2</sub>	1.51	2.05
n-propyl acetate		2.96
benzene	3.09	4.22
acetone		2.57

\* 以 0.25 kg/cm<sup>2</sup> 之流速進行測試之分析條件

## 6.3 脫附效率\*

化合物	全部				分析		
	方法	濃度範圍	破出體積*	精密度偏差	濃度範圍	脫附效率	精密度偏差
	[1,2]	(mg/m <sup>3</sup> )	(L)	(CV <sub>1</sub> )	(mg/樣品)		(CV <sub>1</sub> )
n-propyl acetate	S48	208-871	34.2	5.1%	2.6-10	87%	1.9%

\*5%破出，200 mL/min，在乾燥空氣下最高濃度範圍。

## 8.4 其他驗證分析方法

		測試 1	測試 2
儀器		GC/FID	GC/FID
溫度		225 °C	225 °C
注射器		250 °C	250 °C
偵測器		12°C/分	80°C/分
管柱		55 °C—— 120 °C ( 1 分)      (2 分)	55 °C—— 88 °C (0.6 分)      (6.2 分)
速度(mL/min)			
	空氣	400	400
	氫氣	33	33
	氮氣	6.5	10
管柱		fused silica WCOT, DB- Wax, 30m×0.53 mm ID	fused silica WCOT DB- WAX , 30m x 0.53mm ID
n-propyl	平均脫附效率	87.76%	91.31%
acetate	平均 CV <sub>1</sub> 值	0.36%	2.78%

a:玻璃管柱 10% Carbowax 20m on Chromosorb P-AW-DWCS, 4M×2mm ID，以 30mL/min，在 160°C 下持續三分鐘。

b:fused silica WCOT DB-Wax，30m×0.53mm ID，以 24.5 mL/min，在 65°C 下持續七分  
鐘。

c:fused silica WCOT DB-FEA, 30m×0.53mm ID，以 3mL/min，在 70°C 下持續五分鐘。

d:玻璃管柱，10%Carbowax 20m on Chromosorb P-AW-DMCS, 60/80mesh，2m×2mm ID，以 30mL/min，在 50°C 下持續五分鐘。

#### 9. 高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

以往射針驅動法(syringe drive method)產生標準氣體，並於 30°C，80%RH 高濕環境下進行採樣測試，ethyl acrylate 200 ppm，採樣流速 200mL/min 下各別採集，則分別於採集 71 分，有 5%破出(break through)，其建議破出體積分別為 32 L，由實驗顯示，於高濕環境下採樣樣品後，將樣品冷藏貯放，則於貯放 15 天後樣品之回收率，可達 94%以上。

## 10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd ed., V.2, U.S.Department of Health,Education, and Welfare , Publ. (NIOSH)77 - 157-B (1977) 。
- [2] Documentation of the NIOSH Validation Tests , U.S.Departmentof Health, Education,and Welfare ,Publ., (NIOSH)77-185(1977).
- [3] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4121-N (unpublished , November15, 1983)
- [4] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 77 年 6 月。

### 方法校訂參考：

Robert W. Kurimo , NIOSH/DPSE ; method originally validated underNIOSH Contract CDC-99-74-45.

測試撰寫人：郭錦堂、陳以新、鄭進峰、洪建泰、賴珊珊

驗 證 人：郭慶輝、施慧中、張火炎、歐芬芳、胡安仁、郭慶輝

增修日期：06/30/92

正丙酯  
採樣及分析流程圖

