

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1230

異丙酯

<p>分子式：C₅H₁₀O₂</p> <p>分子量：102.13</p>	<p>iso-Propylacetate</p> <p>參考資料：NIOSH 1450 (2/15/84)</p> <p>編輯日期：4/12/90</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：250 ppm</p> <p>NIOSH：無</p> <p>ACGIH：無</p> <p>勞委會：250 ppm</p> <p>(1 ppm：4.18 mg/m³ @NTP)</p>	<p>基本物性：</p> <p>密度：0.872 g/mL @20°C</p> <p>沸點：85°C</p>
<p>化合物：iso-propylacetate</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)</p> <p>流速：10~200 mL/min</p> <p>採樣量：一最小 1 L @OSHA 標準 一最大 10 L</p> <p>樣品運送：密封</p> <p>樣品穩定性：未測定</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：GC/FID</p> <p>分析物：n-Butyl acetate</p> <p>脫附：1 mL CS₂T，靜置 30 分鐘以上</p> <p>注射量：2μL</p> <p>溫度—注射器：230°C</p> <p>偵測器：250°C</p>
<p>準 確 度</p>	

<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_T)：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 CS₂ 中</p> <p>檢量線範圍：</p> <p>預估偵測極限：</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：2.57%</p>
<p>適用範圍：10 升的空氣樣品，其有效測試濃度為 84~2520 mg/m³ 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：CS₂*：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。

* CS₂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 μL 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。此二樣品應分開分析。

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 以塑膠誘皂梳()?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 7673 autoinjector
 管柱 fused silica WCOT , DB-WAX
 30m x 0.53 mm ID
 流速 (mL/min)
 空氣 400
 氫氣 29
 氮氣 6.32
 溫度 (°C)
 注射器 230
 偵測器 250
 管柱 6°C / min
 55°C ————— 100°C
 (2分) (2分)

6.2 大約滯留時間 (retention time)

滯流時間

化合物	(A)	(B)*	
CS ₂	1.51	2.05	
iso-propyl acetate		2.62	
benzene		3.09	4.22
acetone		2.57	

* 以 0.25 kg/cm² 之流速進行測試之分析條件

6.3 脫附效率*

化合物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	脫附效率* (%)	CV ₁ (%)
isopropyl acetate	250	0.5~2.1	0.508~2.032	84.4	2.00

* SKC 批號 120 活性碳管(CAT NO. 226-01)

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)—10 μL 之注射器先以溶劑沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μL 溶劑後，吸入 0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 5 μL 樣品後，在空氣中後退 1.2 μL ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1 μL 。

6.5 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位:L)

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V} \text{ mg/m}^3$$

C：濃度 mg/m^3

V：採集氣體量(L)

W_f：前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b：後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 $W_b > W_f / 10$ 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 1450 分析方法

8.1 本分析方法是綜合下列諸方法而成 S41 及 S44

8.2 儀器分析條件：

方法：GC/FID

分析物：iso-Propyl acetate

脫附：1 mL CS₂，靜置 30 min

注射量：5 μL

溫度：注射器：200 ~ 225°C

偵測器：250 ~ 300°C

管柱：1) 100°C

2) 90°C

載流氣體：氮氣或氦氣 30 mL/min

管柱：不銹鋼管，3m x 3mm，5% FFAPon 100/120 mesh Chromosorb WHP

標準樣品：分析物溶於 CS₂

範圍和精密度偏差(CV₁)：2.57%

預估偵測極限：0.02 mg/樣品[3]

8.3 NIOSH 1450 分析方法評估

下面所列之方法 1974.9.6 刊行，除了 S51，它於 1975[1].1.17.發佈。每種化合物的氣體藉由有刻度的注射器於乾燥的空氣採取 10L 之空氣樣品[2]。樣品向來用於研究測量其精密度及脫附的效率(DE)，結果如下：

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 ³)	(L)	(CV ₁)	(mg/樣品)		(CV ₁)
iso-Propyl acetate	S50	463-1852	9.2	6.7%	3.7-15.4	86%	6.9%

* 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		
注射器	190 °C	190 °C
偵測器	250 °C	250 °C
管 柱	40°C/分 65 °C—— 140 °C (4 分) (0.5 分)	15°C/分 40 °C—— 140 °C (9 分) (1 分)
速度(mL/min)		
空氣	400	0.9 kg/cm ²
氫氣	33	0.6 kg/cm ²

氮氣		16.3	3.2 kg/cm ²
管柱		fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID	fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID
isopropyl	平均脫附效率	97.94%	90.53%
acetate	平均 CV ₁ 值	3.71%	2.57%

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，iso-propyl acetate 500 ppm，採樣流速 200mL/min 下各別採集，則分別於採集 37 分，有 5%破出(break through)，其建議破出體積分別為 11.5 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.Department of Health，Education, and Welfare ,Publ.，(NIOSH)77 - 185 (1977).

[3] User check，UBTL,NIOSH Seqence #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 under NIOSH 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

異丙酯
採樣及分析流程圖

