

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

1202

醇類(III)

Alcohols(III)

容許濃度：如表1
基本物性：如表1

參考資料：NIOSH 1402 (8/15/94)
化合物：cyclohexanol (環己醇)
isoamyl alcohol (異戊醇)

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流 率：10~200 mL/min 採樣體積：最小：1 L 最大：見表2 樣品運送：例行性 樣品穩定性：15 天 4 °C 現場空白樣品：每批樣品數的 10%或至少需二個以上。		方法：GC/FID 分析物：如上述化合物 脫附：1 mL二硫化碳(CS ₂) [含5%異丙醇(2-propanol)助脫附劑及 0.2%正十五烷(n-pentadecane)內標物]，放置30分鐘以上。 注射量：5 μL 溫度 - 注入口：200°C - 偵檢器：250°C - 管 柱：120°C 持續 17.5分鐘 載流氣體：氮氣或氬氣，30 mL/min 管 柱：玻璃管柱，10% FFAP 100/120 Chromosorb WHP 2m x 3.3mm ID 標準樣品：分析物溶於含內標定品的脫附劑中。 檢量線範圍：見表2 可量化最低濃度：見表2 分析變異係數 (CVa)：見表2	
準 確 度			
範圍：見表3 誤差：見表3 總變異係數：見表3 準確度：± 20%			

適用範圍：10 L 空氣樣品，本分析的有效分析範圍為15~150 mg/M³；在此方法中，藉著設定GC升溫條件(如temperature programming)可同時測定2種以上之分析物。

干 擾：高濕度會降低採樣量，本方法亦可用其他的管柱，如：不銹鋼管 3m× 3mm 填充 10% FFAP on Chromosorb W-AW，或玻璃管柱，3m× 2mm ID，10% SP-1000 on 80/100 mesh supelcoport或其餘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採樣發生偏差。

安全衛生注意事項：在危害物分類方面，異戊醇屬第三類可燃性液體，CS₂有毒、易燃、準備樣品及標準品時，需在氣櫃中進行。

1. 試藥

1.1 脫附劑：二硫化碳 (CS₂)，層析分析級，含5% (v/v) 異丙醇 (2-propanol) 助脫附劑，及可含 0.2% (v/v) 正十五烷 (n-pentadecane) 或其他合適之內標物。

1.2 分析物：試藥級 *

1.3 氮氣或氬氣

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(100 mg/50 mg)，見通則之採樣介質。

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 1 mL吸管和吸球。
- 2.6 5，10，25，100 μ L之注射針筒。
- 2.7 量瓶。
- 2.8 超音波振盪器。
3. 採樣
- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見通則之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流率是介於 10~ 200mL/min，應採集的空氣體積見表 2。
- 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 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳管。添加量參考如步驟6.3 (異戊醇0.16~0.65mg，環己醇0.1~0.39 mg)。
- 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 的玻璃小瓶中。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 2 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 以超音波振盪器振盪30分後測定。
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 1 mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍如表 3。
(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) 對分析物的濃度，繪製檢量線。
- 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	CG/FID	
管柱	玻璃管， 10% FFAP 100/120 Chromosorb WHP	
	2m x 3.3mm ID	
流率		
空氣	0.9 kg/c	

氫氣	0.6 kg/c
氮氣	30 mL/min
溫度 (°C)	
注入口	200°C
偵檢器	250°C
管柱	120°C 持續 17.5 分鐘

註：以 Shimadzu-GC14A 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	分 鐘
二硫化碳	1.0
異 丙 醇	1.2
異 戊 醇	3.6
環 己 醇	9.4
正十五烷	16.5

6.3 脫附效率*

化 合 物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體 積 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
異 戊 醇	100	0.5 ~ 2.0	0.163~0.650	91.8	2.8
環 己 醇	50	1.0 ~ 4.0	0.096~0.385	88.7	3.2

* 採樣介質為SKC批號120活性碳管。

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之注射針筒先以溶劑 (CS₂) 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，檢視注射針筒之針管樣品佔 4.9~5.1 μL。

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)
 Wf：前段活性碳管所含之分析物質量(mg)
 Wb：後段活性碳管所含之分析物質量(mg)
 Bf：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)
 Bb：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)
 註：如(Wb)(Wf/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)
溫度		
注入口	200 °C	190 °C
偵檢器	200 °C	230 °C
管 柱	80 °C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{分}}$ 120 °C (1.5分) (3分)	55°C $\xrightarrow{5^\circ\text{C}/\text{分}}$ 90°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 130°C (1分)
流率		
空氣	400 (mL/min)	20 psi
氬氣	33 (mL/min)	20 psi
氮氣	13 (mL/min)	10 mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-WAX 30m x 0.53, ID	fused silica WCOT DB-WAX 30m x 0.53mm, ID

8.2 平均脫附效率 (D.E.) 及平均分析變異係數CVa值

化合物	環己醇 (cyclohexanol)		異戊醇 (isoamyl alcohol)	
	平均脫附效率	平均CVa值	平均脫附效率	平均CVa值
測試 1*	95.1%	1.9%	94.3%	2.0%
測試 2**	105.2%	4.8%	98.7%	3.6%

* 內標物為正戊烷 (n-pentane)

** 內標物為正十四烷 (n-tetradecane)

本方法評估是以注射針驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於 30°C，80% RH高濕環境進行採樣測試，環己醇 (cyclohexanol) 於 100 ppm，異戊醇 (isoamyl alcohol) 於 200ppm，採樣流率 200mL/min下採集，則異戊醇 (isoamyl alcohol) 於 148分鐘時有 5%破出 (breakthrough) 而環己醇 (cyclohexanol) 於採集240分後仍無破出現象產生，其建議破出體積，環己醇 (cyclohexanol) 及異戊醇 (isoamyl alcohol) 分別為 32L 及19.7L。由實驗顯示，在高濕環境下採集後，將樣品冷藏貯存，則於貯放 15 天後，環己醇 (cyclohexanol) 及異戊醇 (isoamyl alcohol) 之回收率分別 100%及 92%，但環己醇 (cyclohexanol) 若貯放於室溫下貯存，則其回收率僅 88%，故於樣品採集後仍應冷藏保存，並儘速分析。

10文獻

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

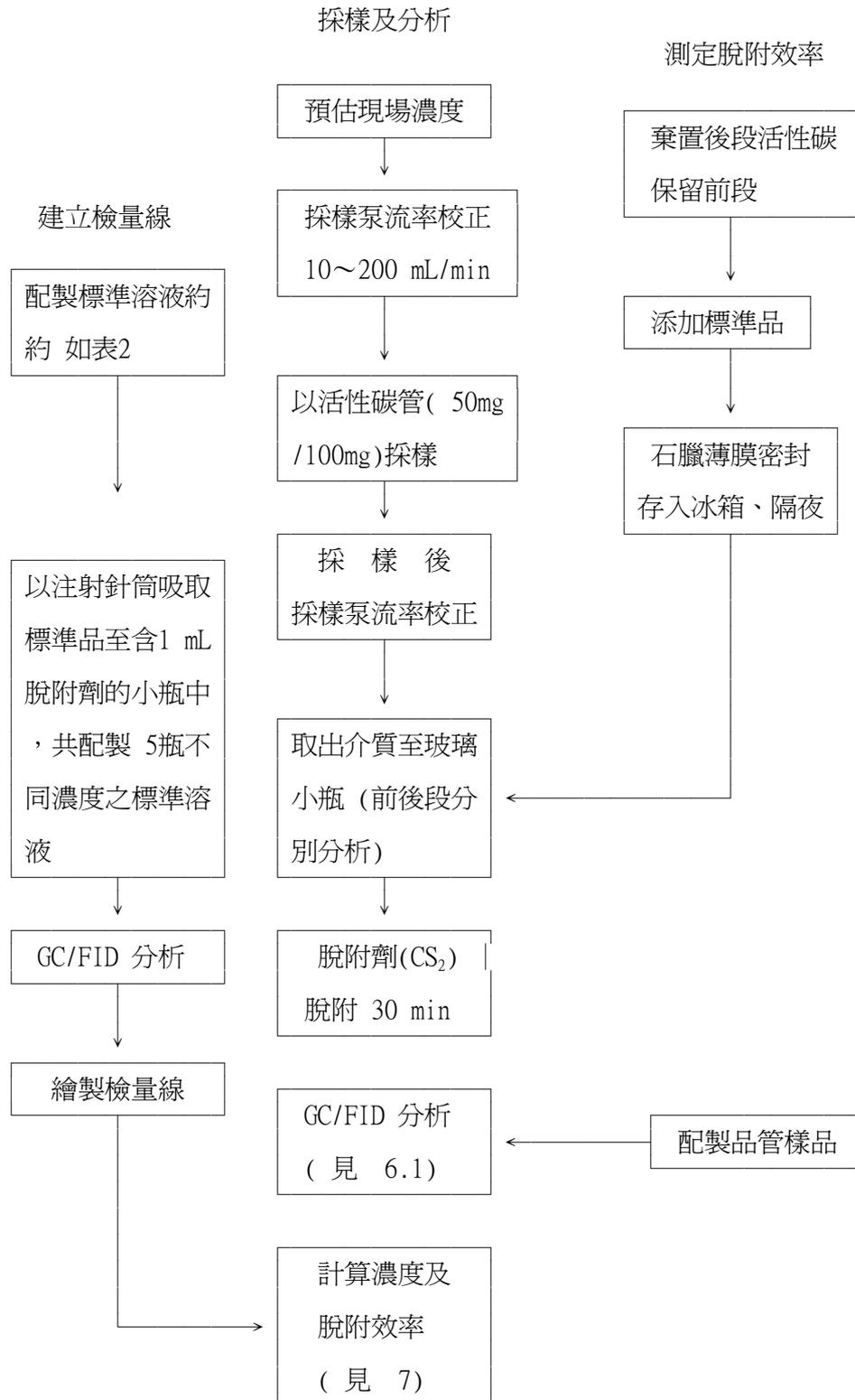
[2] User Check, UBTL, NIOSH Sequence #3990-X (unpublished, November

4, 1983).

[3]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., (NIOSH) 77-157-B (1977).

[4]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，84年 6 月。

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考NIOSH 1402分析方法之主要數據

本分析方法是參照NIOSH S54及S58[3]

式儀器分析條件

方法：GC/FID

脫附：1 mL 二硫化碳 (CS₂)，[含 5% (v/v) (異丙醇 (2-propanol) 及 0.1% (v/v) 正己烷 (hexane)，0.2% (v/v) 正十五烷 (n-pentadecane)，或其他適當之內標定品)]。

注射量：5 μL。

溫度 - 注入口：200 °C

- 偵檢器：250 °C ~ 300 °C

- 管 柱：80-120°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 80/100, Supelcoport

標準樣品：分析物溶於含內標定品之CS₂ 中。

測試範圍和分析變異係數 (CVa)：見方法評估。

可量化最低濃度：0.01 mg/樣品[2]。

溶分析方法評估

方法 S54 (cyclohexanol)，S58 (isoamyl alcohol)，公佈於 1975 年 1 月 17 日 [3]。是以採集 10L 的乾燥標準氣體，來驗證本方法。分析變異係數及回收率如表 3，在各方法間並無顯著差異。

表1 醇類(Ⅲ)化合物基本資料

化合物/別名/CAS.NO/ RTECS.NO.	容許濃度 勞委會		分子式	分子量	密度 (g/mL)	沸點 (°C)	蒸氣壓 20°C KPa (mm Hg)
	OSHA NIOSH ACGIH	mg/M ³ = 1ppm @ NTP					
cyclohexanol/ hydroxycyclohexanol/ 108-93-01 GV7875000	50 — 50 50		C ₆ H ₁₂ O	100.16	0.962	161 熔點 為24	0.13 (1.0) (5)
isoamyl- alcohol/ 3-methyl-1-butanol/ 123-51-31/ EL5425000	100 — 100 100		(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH C ₅ H ₁₂ O	88.15	0.813	132	0.3 (2)

表2 採樣分析資料

化合物	採樣體積		樣品穩定性*		檢量線範圍 (mg/mL)	可量化最低濃度 (mg/mL)	分析變異係數**
	最小 (L)	最大* (L)	<4°C	室溫			
環己醇	1	32	100	100	0.96-4.13	0.096	3.2
異戊醇	1	19.7	92	88	0.24-7.32	0.024	2.8

* 詳見步驟9

**詳見6.3

表 3 分析變異係數及回收率

化合物	總變異係數 (CVT)	回收率(%)	測試範圍		乾燥空氣中		分析變異係數 CVa
			mg/M ³	mg/樣品	破出量 @2x PEL	平均 脫附效率	
環己醇	8.0%	98.9	95~380	1~ 4	48L	99%	1.5%
異戊醇	7.7%	107.6	195~680	1.8~ 7	34L	99%	2.0%