

行政院勞工委員會
勞工安全衛生研究所採樣分析參考方法

RM013A 丙烯酸	ACRYLIC ACID	12/11/1996
容許濃度	參考資料：OSHA 28 (April, 1981)[1]	
勞委會：10ppm[2]		
OSHA：2 ppm	分子式：CH ₂ CHCOOH	
NIOSH：-- ppm		
ACGIH：2 ppm (1ppm=2.95mg/m ³)	分子量：72.06	
基本物性：	別名：Acroleic acid, propenoic acid, ethylene carboxylic acid, propene acid, vinyl formic acid	
液態：密度 1.05g/mL@25°C/4°C	CAS No.：79-10-7	
沸點：141°C	RTECS No.：AS4375000	
熔點：13°C		
蒸氣壓：426.56Pa(3.2 mm Hg)@20°C		
爆炸範圍：5.5~20.5%(v/v in air)		

採 樣	分 析
採樣介質：XAD-8 100mg	方 法：HPLC/UV
流 率：100mL/min	分析物：Acrylic acid
採樣體積：最大 18 L@20ppm	脫附：5mL 1/1(v/v) H ₂ O/CH ₃ OH
樣品運送：例行性	注射量：25μL
樣品穩定性：至少 15 天，室溫	管柱：stainless steel ODS-2, 150mm× 4.6mm ID, 5μm
現場空白樣品：每批樣品數的 10%，或至少 需二個以上	移動相：96/4(v/v) 水/乙腈 及 0.1%(v)磷酸
準 確 度[1]	流率：1.0 mL/min
範 圍：0.082~0.327mg/樣品	偵測波長：210nm
偏 差：--%	標準樣品：丙烯酸溶於 1:1(v/v) H ₂ O/CH ₃ OH
總變異係數(CV _T)：14%	檢量線範圍：0.0028~0.1414mg/ mL
準確度：--%	可量化最低濃度：0.0028mg/mL
	分析變異係數(CV _a)：3.0%

適用範圍[1]：24L 的空氣樣品，本方法之有效分析範圍為 0.082~0.327mg/樣品。

干 擾[1]：若空氣中有聚合反應引發劑時，丙烯酸會聚合而使分析結果偏低，在本分析條件下，丙酸與丙烯酸僅部份分離，欲完全分離，使用僅含 0.1% H₃PO₄ 之水溶液當流洗液，並以 1mL/min 流速流過管柱。本方法用 universa UV 偵測器，在有干擾時之定性與定量判斷，仍應有其他技術佐証為佳。

安全衛生注意事項：丙烯酸的危害性分類為第三（易燃液體）、第八（腐蝕性物質）二類。

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：5mL 1/1 甲醇/水(層析級)。
- 1.2 分析物：丙烯酸(試藥級)。丙烯酸標準溶液須冷藏於冰箱。
- 1.3 甲醇(層析分析級)。
- 1.4 乙腈(層析分析級)。
- 1.5 水(層析分析級)，須過濾。
- 1.6 氮氣。
- 1.7 氬氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：含 100mg XAD-8 之 Anasorb 708 採樣管，見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 100mL/min。
- 2.3 液相層析儀：備有 UV 偵檢器、25 μ l loop、管柱及電腦。
- 2.4 6 mL 玻璃小瓶。
- 2.5 10 μ L 及 5mL 之注射針筒。
- 2.6 10 mL 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結兩隻串聯之 Anasorb 708 採樣管，進行流率校正，見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[3]。
- 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 100mL/min，應採集的空氣體積約 18L。
- 3.3 採樣後避免採樣管暴露於光和熱之下，以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜 (parafilm) 加封後運送。

4.脫附效率測定與樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之之脫附效率”[3]。

4.1.2 將 Anasorb 708 管兩端切開,以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入 XAD-8 上。添加量為每樣品約 0.0713~0.2835mg。

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

4.1.4 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開 Anasorb 708 管塑膠蓋，把前端之玻璃綿拿出丟棄，並將 XAD-8 倒入 6mL 的玻璃小瓶中。同法將串聯採樣管後隻管中之 XAD-8 倒入 6mL 的玻璃小瓶。此二樣品分開分析。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入 5mL 脫附劑 1/1 CH₃OH/H₂O，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“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10mL 量瓶中，以脫附劑稀釋至刻度後，以配成儲備溶液 1。再以脫附劑將儲備溶液 1 稀釋 5 倍後成儲備溶液 2。以儲備溶液 2 配製標準溶液，所建立之檢量線濃度範圍約為 0.0028~0.1414 mg/mL。

（註：至少應由儲備溶液 2 配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。）

5.1.3 將樣品、標準溶液與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積（或與內標定品之波峰面積之比值）對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

見“勞委會有毒物採樣分析建議方法通則篇之之檢量線製作與品管”[3]。

6 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	HPLC/UV	
管柱	stainless steel, ODS-2, 150mm× 4.6mm ID× 5μm	
移動相	96/4(v/v) 水/乙腈 含 0.1%(v)磷酸	
流率	1.0 mL/min	
UV 偵測器	210 nm	
注射體積	25 μL	

註：以 HP1050 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）
甲醇	2.5
丙烯酸	6.6

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(%)
丙烯酸	10	2.4-9.6	0.0713~0.2835	95.4	3.0

* 採樣介質為 SKC 226-30-08 批號 932 之 Anasorb 708 採樣管，或可使用其他廠牌之同級品。

6.4 使用自動注射器注射樣品 25 μ L 進入 HPLC。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算之面積（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：採樣氣體體積(L)

W_f：前隻 XAD-8 管所含之分析物質量(mg)

W_b：後隻 XAD-8 管所含之分析物質量(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	HPLC/UV, HP 1050	HPLC/UV, Waters 600
移動項	96/4/0.1% (v/v/v) 水/乙腈/磷酸	同左
流率	1.0mL/min	1.0mL/min
管柱	stainless steel, ODS-2, 150mm× 4.6mmID, 5µm	stainless steel, ODS-2, 150mm× 4.6mmID, 5µm
偵測波長	210nm	210nm
平均脫附效率	99.2%	95.2%
CVa 值	1.5%	0.8%
滯留時間	5.8 分	5.7 分

9.高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

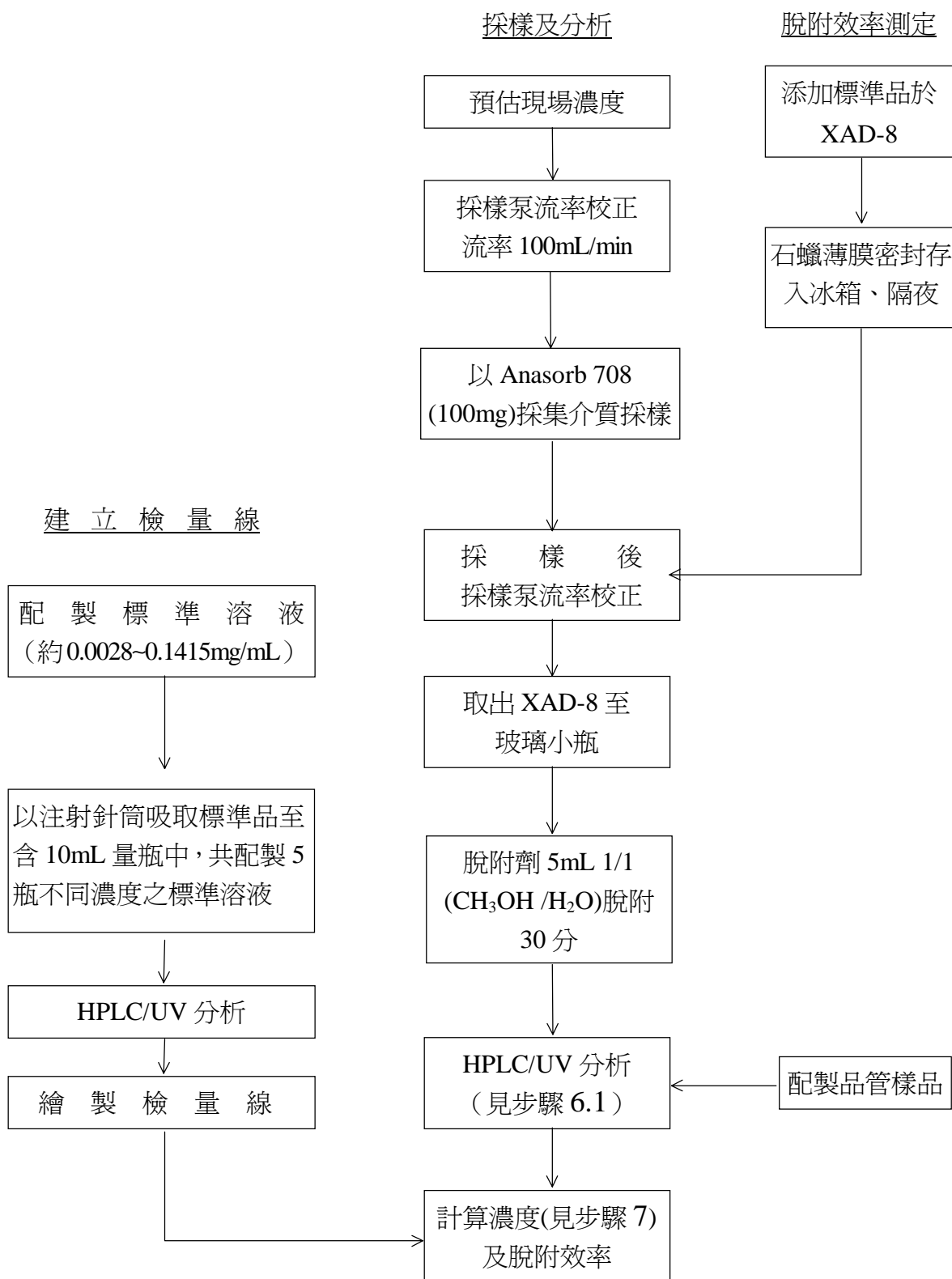
本方法評估是以擴散管法(diffusion tube method)產生標準氣體，並於 30°C，80%RH 高濕環境下進行 6 個樣品之破出測試；丙烯酸測試濃度為 19.17ppm，採樣流率為 112.5mL/min，經 240 分鐘後，仍未有破出現象產生，故破出體積 27L，最大採樣體積 18L。

於 30°C，80%RH 高濕環境下採集 36 個樣品，15 天後，於室溫貯存樣品之回收率為 103.4%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 99.2%，表示樣品可穩定貯放 15 天。

10. 參考文獻

- [1] OSHA Method 28, “Acrylic acid”, Organic Methods Evaluation Branch, OSHA analytical Laboratory, salt Lake city, April 1981.
- [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 6 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] “Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices”, ACGIH, 1993~1994.

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 28 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：HPLC/UV

脫 附：5mL CH₃OH/H₂O (1/1)

注射量：25μL

移動相：96/4(v/v) 水/乙腈及 0.1%(v)磷酸

管 柱：stainless steel, 25cm× 4.6mmID, Zorbax 8μm

ODS-bound, spherical, silica particles

標準樣品：分析物溶於 1/1 CH₃OH/H₂O 溶液中

測試範圍：0.082~0.317mg/樣品

分析精密度偏差：0.85%

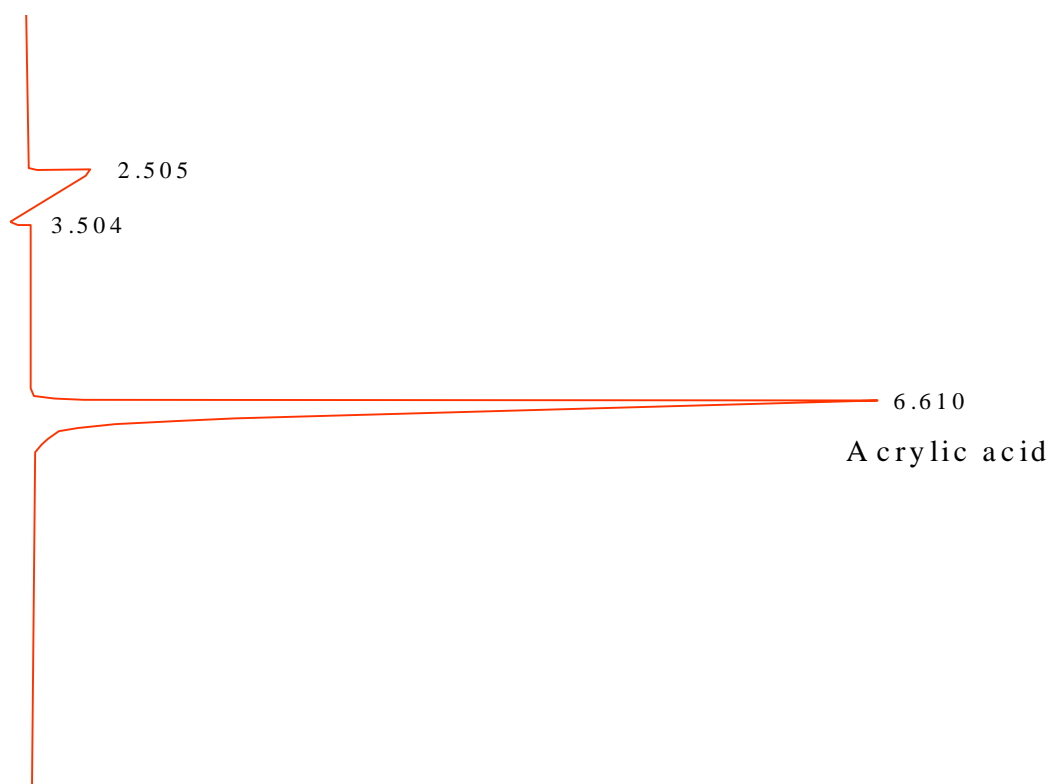
可量化最低偵測極限：1.0μg/樣品

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		HPLC/UV		HPLC/UV		HPLC/UV	
分析條件							
偵測波長(nm)		210		210		210	
移動項		96/4(v/v) 水/乙月青, 含 0.1%磷酸		96/4(v/v) 水/乙月青, 含 0.1%磷酸		96/4(v/v) 水/乙月青, 含 0.1%磷酸	
流率(mL/min)		1.0		1.0		1.0	
管柱		ODS-2, 5 μ m 150mm \times 4.6mm ID		ODS-2, 5 μ m 150mm \times 4.6mm ID		ODS-2, 5 μ m 150mm \times 4.6mm ID	
檢量線範圍 (mg /樣品)		0.0071-0.0707		0.0071-0.071		0.0355-0.357	
線性相關係數		0.9999		0.9999		0.9999	
平均脫附效率(%)		95.4		99.2		95.2	
分析變異係數(%)		2.3		1.5		0.8	
盲樣 測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)
樣品一	0.2142	0.2275	+6.2	0.2206	+3.0	0.2274	+6.2
樣品二		0.2266	+5.8	0.2335	+9.0	0.2272	+6.1
樣品三		0.2282	+6.5	0.2308	+7.7	0.2277	+6.3
平均	0.2142	0.2274	+6.2	0.2283	+6.6	0.2274	+6.2
樣品一	0.0715	0.0746	+4.3	0.0751	+5.0	0.0742	+3.8
樣品二		0.0765	+7.0	0.0731	+2.2	0.0745	+4.2
樣品三		0.0775	+8.4	0.0726	+1.5	0.0736	+2.9
平均	0.0715	0.0762	+6.6	0.0736	+2.9	0.0741	+3.6

二、分析圖譜及分析條件

1.圖譜



2.分析條件

	條	件
儀器	HPLC	
管柱	ODS-2, 150mm× 4.6mmID× 5μm	
偵檢器	UV detector	
偵測波長	210nm	
流洗液	H ₂ O : H ₃ PO ₄ : acetonitrile = 96 : 0.1 : 4	
流洗液流率	1.0 mL/min	
脫附劑	5mL 之 1/1(v/v) H ₂ O/CH ₃ OH	

表二 丙烯酸脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)
1	0	0.0713	0.0735	102.9	0.1425	0.1295	90.9	0.2835	0.2575	90.9
2	0	0.0713	0.0710	99.7	0.1425	0.1325	93.2	0.2835	0.2615	92.3
3	0	0.0713	0.0710	99.8	0.1425	0.1365	96.1	0.2835	0.2640	93.3
4	0	0.0713	0.0725	101.4	0.1425	0.1345	94.7	0.2835	0.2625	92.7
5	0	0.0713	0.0705	98.8	0.1425	0.1310	92.0	0.2835	0.2894	94.9
6	0	0.0713	0.0675	94.4	0.1425	0.1330	93.7	0.2835	0.2710	95.6
平均值				99.50			93.43			93.28
變異係數				2.91			1.99			1.85

三個濃度之平均回收率=95.41%

分析變異係數 (CV_a)=2.30%

表三 儲存穩定性

天數	丙烯酸 相對回收率* (%) (添加量 = 0.597 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
3	100.7	98.9	100.6	101.2	92.9	103.4
6	105.5	103.2	106.2	93.8	96.9	101.7
9	104.5	106.7	107.4	99.4	94.6	98.5
12	105.2	104.5	105.1	97.5	100.0	101.5
15	106.7	105.5	98.0	102.6	98.1	97.0

* 指相對於第一天分析結果之回收率