

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA5009

呋喃甲醛

Furfural

容許濃度	參考資料：NIOSH 2529 8/15/94[1]	
勞委會：2 ppm (皮)	分子式：	C_5H_4OCHO, C_5H_4O
OSHA：5 ppm (皮)	分子量：	96.09
NIOSH：無 ppm [3]		
ACGIH：2 ppm (皮)		
(1 ppm = 3.93 mg/M ³)		
基本物性：	別名：2-furaldehyde; 2-furancarboxaldehyde	
液態：密度1.16g/mL @20°C	CAS No.：98-01-1	
沸點：162°C	RTECS No.：LT 7000000	
熔點：-36°C		
蒸氣壓：0.26kPa (2mmHg, 2600ppm)@20°C		
爆炸範圍：2.1~19.3% (v/v in air)		

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管 (100mg/50mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10-50 mL/min		分析物：呋喃甲醛	
採樣體積：最小 1 L @5ppm		脫 附：5mL CS ₂ 脫附劑，超音波振盪30分鐘	
最大 12 L		注射量：1 μ L	
樣品運送：例行性		溫 度—入口：225°C	
樣品穩定性：14 天 25 °C		—偵檢器：250°C	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		—管 柱：100°C	
準 確 度 [1]		載流氣體：氮氣，10 mL/min	
範圍：2.6~40 mg/M ³		管柱：fused silica WCOT, DB-1	
偏差：7.0%		30m $\times$ 0.53 mm ID	
總變異係數(CS _T)：7.6%		標準樣品：分析物溶於CS ₂ 中	
準確度：21.9%		檢量線範圍：23.2~2320 μ g/mL	
		可量化最低濃度：23.2 μ g/mL	
		分析變異係數(CV _a)：1.2%	

適用範圍：採樣中，呋喃甲醇會造成干擾，經研究顯示，注入 11.3 mg呋喃甲醇，在溫度 25°C，相對濕度 68% 通過 180 L空氣後，樣品在室溫下保存14天，會有 410 μ g 的呋喃甲醇變成呋喃甲醛，在 -20°C 下保存，則有135 μ g 變成呋喃甲醛。

干 擾：無研究。

安全衛生注意事項：1.危害性分類為第三類易燃液體。
2.呋喃甲醛可由皮膚吸收，造成中樞神經系統興奮[3.6]，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

1. 試藥

1.1 脫附劑：CS₂ (層析級)。

(含0.1% 之乙苯內標物及 2% 異丙醇助脫附劑)

1.2 分析物：呋喃甲醛 * (試藥級)。在氮氣下蒸餾以除去不純物，並於 0 °C 下保存。

1.3 檢量儲備溶液，500 μ g/ μ L。取 5 g 呋喃甲醛加入 10 mL 量瓶中，以 CS₂稀釋至刻度。

1.4 無水硫酸鎂粉末。

1.5 氮氣。

1.6 氫氣。

1.7 經過濾之空氣。

* 呋喃甲醛在水中溶解度為 8% ，分析過程中加入無水硫酸鎂以除去水分。
呋喃甲醛加入乙苯會產生混濁現象，在配製儲備溶液時必須搖晃1~2分後較佳。

2. 設備

- 2.1 採集設備：石油醚基活性碳管（100 mg/50 mg），見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約10~50 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 2 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯（PTEE）內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 5,10,25,100 μ L 之注射針筒。
- 2.7 10 mL 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 10~50 mL/min，應採集之空氣體積約 1~12 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4. 脫附效率測定與樣品脫附

- 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上。添加量為 0.2~0.8 μ L。
 - 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，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 5 mL 脫附劑（CS₂）內含 2% 異丙醇及0.1% 乙苯，並加入約 100 mg 之無水硫酸鎂，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約為0.023~2.32mg/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）對分析物的濃度，繪製檢量線。
- 5.2 品質管制
 - 5.2.1 見通則之檢量線制作與品管。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID	

流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	10
溫度 (°C)	
注入口	225
偵檢器	250
管 柱	110

註：以Hitachi 263-30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	滯留時間 (分鐘)
異丙醇	1.1
CS ₂	1.5
呋喃甲醛	3.8
乙苯	4.9

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 (%)
呋喃甲醛	5	2.8	0.039~0.127	89.6	1.2

*採樣介質為SKC批號208活性碳管

**參考勞委會民國74年4月之標準

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 mL 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 2 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 1.9 ~ 2.1 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：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)
Wb：後段活性碳管所含分析物之質量 (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。

8. 方法驗證

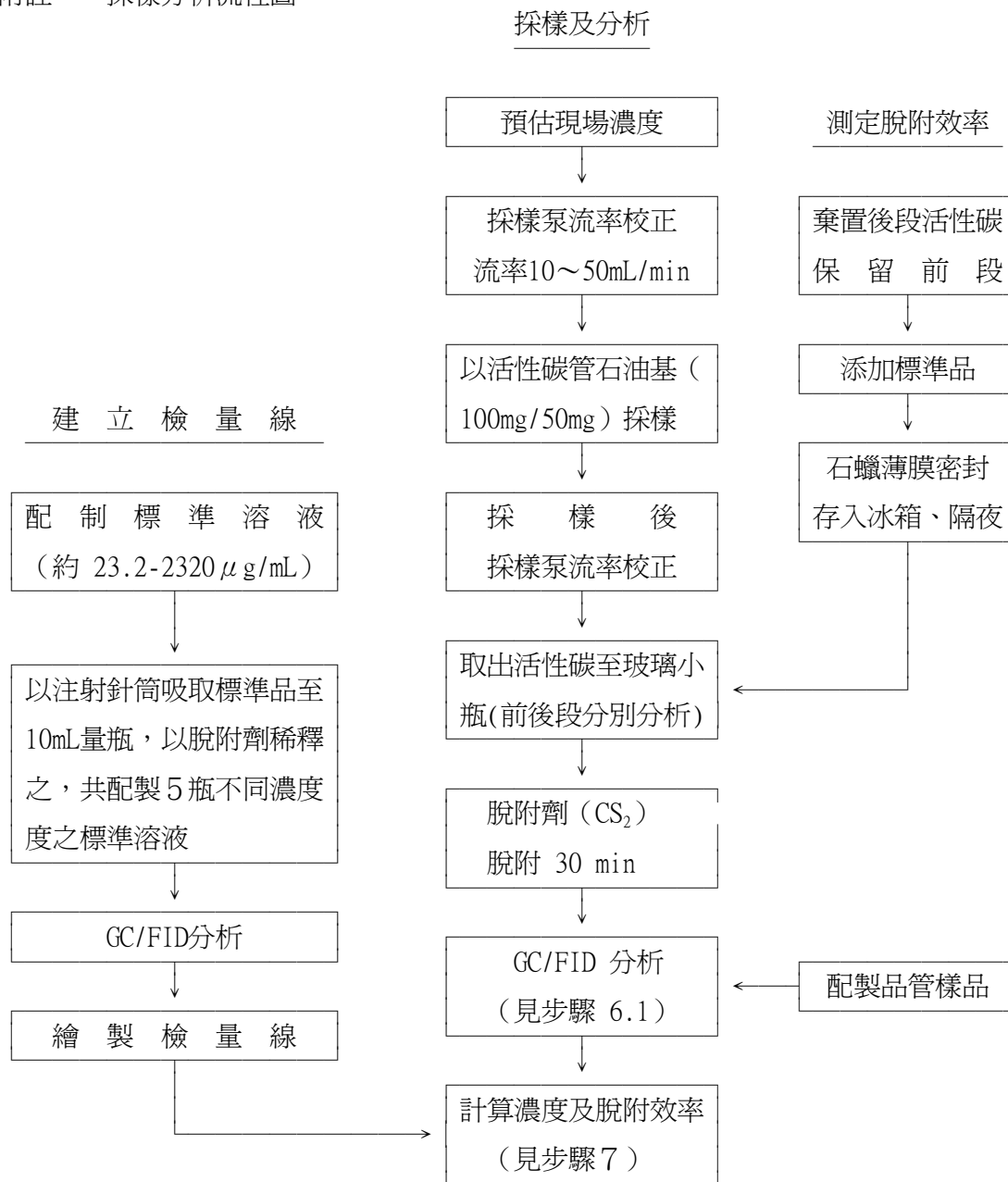
儀 器	測 試 1 *	測 試 2 *
分析條件 溫度 (°C) 注入口 偵檢器 管柱 流率 (mL/min) 空氣 氫氣 氮氣 管柱	GC/FID (HP 5890) 225 250 100 400 30 10 fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm ID	GC/FID (HP 5890) 225 250 100 400 30 10 fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm ID
平均脫附效率	96.6%	89.2%
CVa	4.0%	1.0%
滯留時間	3.6分	

*乙苯為內標物。

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2529, 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6月。
- [3] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, publ. (NIOSH) 81-123 (1981).
- [4] Kennedy, E.R. Y.T. Gangnon, J.R. Okenfuss and A.W. Teass, "Air sampling and analytical method for the determination of selected low-molecular weight aldehydes as their oxazolidines by capillary gas chromatography." Appl. Ind. Hyg., 3, 274-279(1988)
- [5] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 4, S17, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, publ. (NIOSH) 78-175 (1978).
- [6] The Merck Index, 10th ed., Merck & Co., Rahway, NJ(1983).
- [7] Kennedy, E.R. and R.H. Hill, Jr. "Determination of Formaldehyde in Air as an Oxazolidine Derivative by Capillary Gas Chromatography," Anal. Chem., 54, 1739-1741(1982).
- [8] Lipari, F. and S.J. Swarin. "Determination of Formaldehyde and other Aldehydes in Automobile Exhaust with an Improved 2,4-dinitrophenylhydrazine Method", J. Chromatog., 247, 297-306, (1982).

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 2529 分析方法而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：2mL 甲苯，超音波振盪30分鐘

注射量：1 μL

溫 度—注入口：250°C

—偵檢器：280°C

—管 柱：70°C ————— 20°C / 分

—管 柱：70°C ————— 290°C

(1分)

(2分)

管 柱：DB-5, 10m× 0.25mm, 1 μm

標準樣品：分析物溶於 CS₂

測試範圍：16~640 μg /樣品

分析變異係數 (CVa)：5.7%

預估偵測極限：5 μg /樣品

3. 方法評估

本方法利用呋喃甲醛水溶液以固定流率注入空氣氣流中瞬間蒸發產生呋喃甲醛蒸氣，在過程中相對濕度為 80% $\pm$ 5%。產生器和採樣系統請參考資料[7]。由 Lipari 和 Swarin 利用 2,4-dinitrophenylhydrazine 測定其蒸氣濃度[8]。測定範圍為 2.6 至 40 mg/M^3 ，測定體積為 15L，以直接注射方式所得之脫附效率在 16至 640 μg 為 94%。氣體回收率為 93%。由於在高濃度時（40 mg/M^3 ）有破出現象。回收率之定量是在低濃度下進行。

—