

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂(層析級)。
- 1.2 分析物：乙酸異丙酯、乙酸異戊酯、乙酸正丙酯、乙酸正戊酯、乙酸正丁酯、乙酸異丁酯、乙二醇乙醚醋酸酯、丙烯酸乙酯(皆為試藥級)。
- 1.3 氮氣。
- 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「勞工作業環境空氣中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10~200 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(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10、25、50、100 μL之微量注射針筒。
- 2.7 10 mL量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中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10~200 mL/min，應採集的空氣體積詳如表3。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率[3]。

- 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。添加量見表3。
- 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。
- 4.1.6 以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2 樣本脫附

- 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 放置30分鐘，並偶爾搖動後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「勞工作業環境空氣中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1 mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍見表4。
(註：至少應配製5種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。)
- 5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。
- 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「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」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	GC/FID	
管柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT , DB-WAX , 管內膜厚 1.0 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	402	
氫氣	29	
氮氣	6.32	
溫度 (°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管 柱	6 °C/min	
	55 °C	————→ 100 °C
	(2min)	(2min)

註：以HP 5890爲例，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 (min)
二硫化碳	1.5
iso-propyl acetate	2.1
n-propyl acetate	3.0
benzene	3.1
iso-butyl acetate	3.9
n-butyl acetate	4.6
iso-amyl acetate	6.0
n-amyl acetate	6.5
2-ethoxyethyl acetate	9.5
acetone	2.6
ethyl acrylate	5.2

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/樣本)	平均脫附 效率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
iso-propyl acetate	250	0.5~2.0	0.508~2.032	84.4	2.0
n-propyl acetate	200	0.5~2.0	0.418~1.673	87.4	1.3
iso-butyl acetate	150	0.5~2.0	0.320~1.430	88.9	1.1
n-butyl acetate	150	0.5~2.0	0.356~1.425	79.9	2.5
iso-amyl acetate	100	0.5~2.0	0.262~1.049	84.4	2.3
n-amyl acetate	100	0.5~2.0	0.266~1.064	79.4	3.0
2-ethoxyethyl acetate	100	0.5~2.0	0.240~1.080	82.9	1.7
ethyl acrylate	25	0.5~2.0	0.047~0.188	91.1	2.5

*採樣介質為SKC型號226-01活性碳管

**勞委會民國84年6月之標準

6.4 注射樣本進入氣相層析儀，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(CS_2)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約3 μL 溶劑後，吸入約0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入2.0 μL 樣本後，在空氣中後退約1.2 μL ，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔2.0 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

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

式中：

C：空氣中有害物濃度 (mg/m³)

V：採集氣體體積 (L)

W_f：活性碳管採集介質前段所含分析物之質量 (mg)

W_b：活性碳管介質後段所含分析物之質量 (mg)

B_f：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B_b：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如(W_b) > (W_f/10)即表破出，樣本可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 一		測 試 二	
儀 器	GC/FID		GC/ FID	
分析條件				
溫度 (°C)				
注入口	225 °C		225 °C	
偵檢器	250 °C		250 °C	
管 柱	12 °C/min		80 °C/min	
	55 °C → 150 °C (1min) (2min)		55 °C → 88 °C (0.6min分) (6.2min)	
流率 (mL/min)				
空氣	400		400	
氫氣	33		33	
氮氣	6.5		10.2	
管 柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-WAX		30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-WAX	
結果	平均脫附效率 (%)	CV _a (%)	平均脫附效率 (%)	CV _a (%)
iso-propyl acetate	97.9	3.7	90.5	2.6
n-propyl acetate	87.8	0.4	91.3	2.8
iso-butyl acetate	91.4 ^a	1.7	94.9 ^b	1.3
n-butyl acetate	88.8	0.6	92.4	2.7
iso-amyl acetate	100.8	2.6	87.3	2.5
n-amyl acetate	90.2	0.4	93.6	2.7
2-ethoxyl acetate	86.4	2.3	97.8 ^b	1.5
ethyl acrylate	91.1 ^c	2.5	83.8 ^d	2.2

a: 4 m × 2 mm ID 玻璃管柱，管內填充 10 % Carbowax 20 m on Chromosorb P-AW-DMCS，以 30 mL/min，在 160 □下持續 3 分鐘；Varian 3400。

b: 30 m×0.53 mm ID, fused silica WCOT DB-WAX, 以 24.5 mL/min, 在 65 □下持續 7 分鐘；HP 5890。

c: 30m×0.53mm ID, fused silica WCOT DB-FFAP,以 24.5 mL/min, 在 65 □下持續 5 分鐘；HP 5890。

d: 2 m× 2 mm ID 玻璃管柱，管內填充 10 % Carbowax 20m on Chromosorb P-AW-DMCS, 60/80mesh, 以 30mL/min, 在 50 °C 下持續 5 五分鐘；Varian 3400。

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

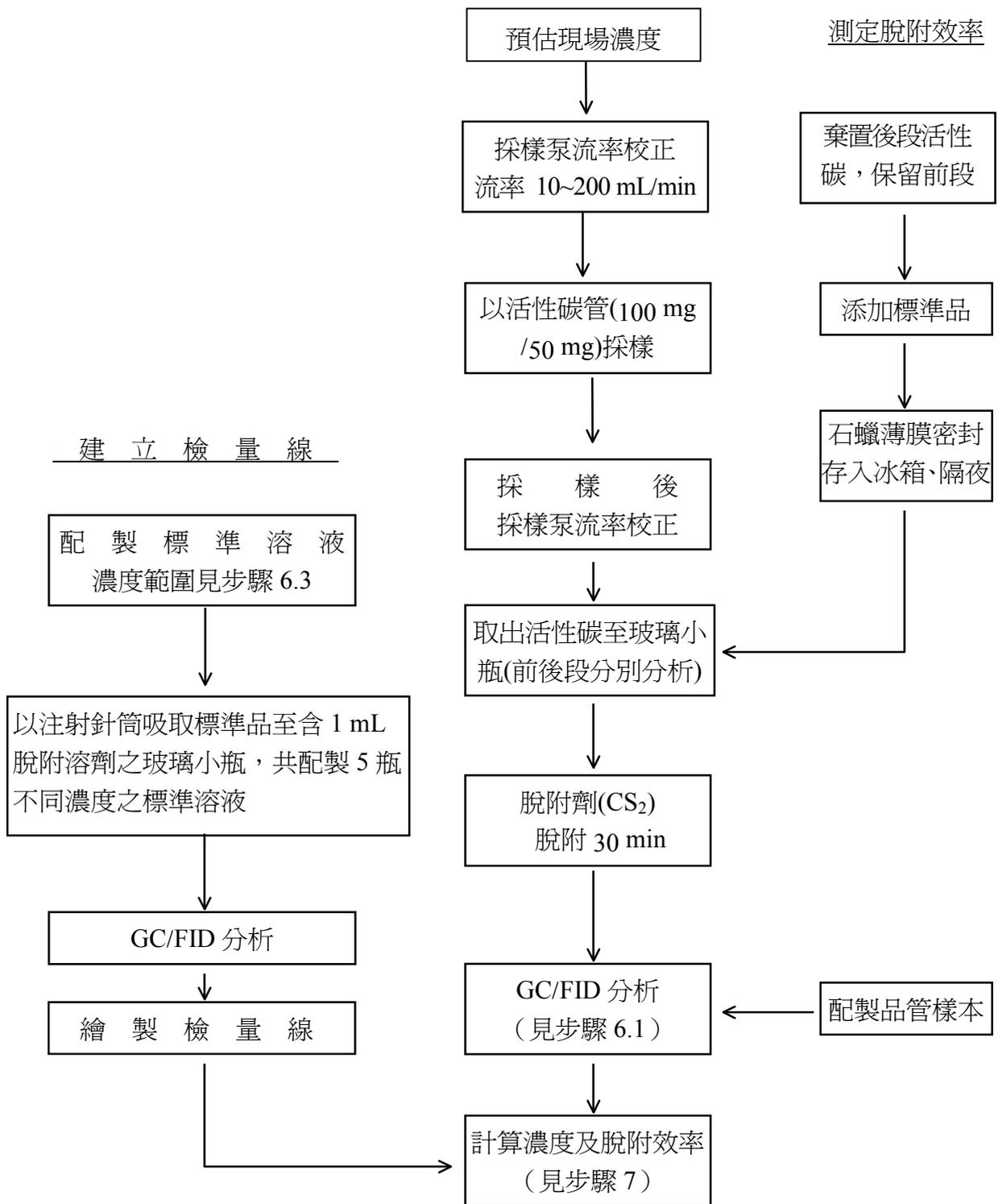
以注射針筒驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於 30 °C, 80 % RH 高濕環境進行採樣測試，iso-propyl acetate 於 500 ppm, n-propyl acetate 於 300 ppm, n-butyl acetate 於 300 ppm, iso-amyl acetate 於 190 ppm, n-amyl acetate 於 198 ppm, 2-ethoxyl acetate 於 200 ppm, ethyl acrylate 於 50 ppm, 採樣流率 200 mL/min 下個別採集，則分別於採集 37 分，71 分，86.5 分，70 分，160.5 分，160 分，240 分鐘時，有 5 % 破出 (breakthrough)，其建議破出體積分別為 4.9 L, 95 L, 11.5 L, 9.3 L, 21 L, 21.3 L, 及 32 L。由實驗顯示，在高濕環境下採集樣本，將樣本冷藏貯存，則於第 15 天後樣本之回收率，均可達 94 %，其中只有 2-ethoxylethyl acetate 於 15 天後樣本之回收率較低，其回收率為 88 %。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1450, 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] 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] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-185, 1977。

附註一 採樣分析流程圖

酯類 採樣及分析



附註二 所參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法是參考NIOSH 1450分析方法而成。

2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：酯類

脫 附：1 mL CS₂，放置 30 分鐘

注射量：5 μL

溫 度：— 注入口：200~225 °C

— 偵檢器：250~300 °C

— 管 柱：60~100°C

管 柱：3 m × 3mm, 不銹鋼，管內填充 5 % FFAP on Chromosorb WHP，100/120 mesh

標準樣品：分析物溶於 CS₂

範 圍：見表 4

分析變異係數(CV_a)：見表 5

預估偵測極限：見表 4

3. 方法評估

表 6 中所列之方法於 1974 年 9 月 6 日刊行，除了 S51，係於 1975 年 1 月 17 日發佈[1]。每種化合物係以驅動式注射針筒將標準樣品注入乾燥空氣中混合而成標準氣體，採集 10 L 之空氣樣本進行測試 [4]。添加樣本用於測試精密度及脫附的效率(DE)，結果如下表 6。

表 1 容許濃度(ppm)

化 合 物	OSHA	NIOSH	ACGIH	勞委會
iso-propyl acetate 乙酸異丙酯	250	—	—	250
n-propyl acetate 乙酸正丙酯	200	200	200	200
iso-butyl acetate 乙酸異丁酯	150	150	150	150
n-butyl acetate 乙酸正丁酯	150	150	150	150
iso-amyl acetate 乙酸異戊酯	100	100	100	100
n-amyl acetate 乙酸正戊酯	100	100	100	100
2-ethoxyethyl acetate 乙二醇乙醚醋酸酯	100	0.5	50	5(皮膚)
ethyl acrylate 丙烯酸乙酯	25	4	5	25(瘤)

表 2 分子式、分子量、物性

名 稱				mg/m ³ =1 ppm	蒸氣壓 @20□ (mmHg)	(kpa)	密 度 @20□ (g/mL)	RTECS
CAS. No.	分子式	分子量	沸點(□)					
iso-propyl acetate 108-21-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	102.13	85	4.18	—	—	0.872	
n-propyl acetate 09-60-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	102.13	102	4.18	25	33	0.836	AJ3675000
iso-butyl acetate 110-19-0	C ₆ H ₁₂ O ₂	116.16	117	4.75	13	1.7	0.871	A14025000
n-butyl acetate 123-86-4	C ₅ H ₁₂ O ₂	116.16	125	4.75	10	1.3	0.865	AF7350000
iso-amyl acetate 123-92-2	C ₇ H ₁₄ O ₂	130.18	142	5.32	4	0.5	0.876 (15 □)	NS9800000
n-amyl acetate 628-63-7	C ₇ H ₁₄ O ₂	130.18	142	5.32	4	0.5	0.879	AJ1925000
2-ethoxyethyl acetate 111-15-9	C ₆ H ₁₂ O ₃	132.16	156	5.40	2	0.3	0.973	KK8225000
ethyl acrylate 140-88-5	C ₅ H ₈ O ₂	100.11	99	4.09	30	3.9	0.941	AT0700000

表 3 採樣體積

化 合 物	最小採樣體積(L)	最大採樣體積(L)	測試濃度(ppm)
iso-propyl acetate 乙酸異丙酯	1	4.9	500
n-propyl acetate 乙酸正丙酯	1	95	300
iso-butyl acetate 乙酸異丁酯	1	—	—
n-butyl acetate 乙酸正丁酯	1	11.5	300
iso-amyl acetate 乙酸異戊酯	1	9.3	190
n-amyl acetate 乙酸正戊酯	1	21	198
2-ethoxyethyl acetate 乙二醇乙醚醋酸酯	1	21.3	200
ethyl acrylate 丙烯酸乙酯	1	32	50

表 4. 檢量線範圍及可量化最低量

化合物名稱	檢量線範圍	可量化最低量
iso-propyl acetate	0.029~2.89 mg/mL	0.029mg/樣本
n-propyl acetate	0.097~17.92 mg/mL	0.097mg/樣本
iso-butyl acetate	0.176~-1.59 mg/mL	0.035mg/樣本
n-butyl acetate	0.176~1.59 mg/mL	0.035mg/樣本
iso-amyl acetate	0.015~1.50 mg/mL	0.015mg/樣本
n-amyl acetate	0.062~11.4 mg/mL	0.062mg/樣本
2-ethoxyethyl acetate	0.135~10.8 mg/mL	0.029mg/樣本
ethyl acrylate	0.028~0.47mg/mL	0.028mg/樣本

表 5 準確度[1]

化 合 物	範圍(mg/樣本)	偏差	總變異係數	準確度
iso-propyl acetate 乙酸異丙酯	—	—	—	—
n-propyl acetate 乙酸正丙酯	4.2~17	6.9	5.6 %	± 16.8 %
iso-butyl acetate 乙酸異丁酯	3.5~14	1.8	6.5 %	± 11.1 %
n-butyl acetate 乙酸正丁酯	3.5~14	0.3	6.9 %	± 10.4 %
iso-amyl acetate 乙酸異戊酯	2.6~10	- 7.1	5.6 %	± 15.6 %
n-amyl acetate 乙酸正戊酯	2.6~10	0.3	5.1 %	± 10.3 %
2-ethoxyethyl acetate 乙二醇乙醚醋酸酯	2.5~11	9.6	6.2 %	± 19.4 %
ethyl acrylate 丙烯酸乙酯	0.5~2.0	- 7.1	5.4 %	± 15.7 %

表 6 NIOSH 1450 方法評估

化 合 物	方法	採 樣			分 析		
		範圍		偏差%	範圍		CVa
		mg/m ³	破出體積*		mg/樣本	脫附效率	
iso-propyl acetate	---	-----	-----	----	-----	-----	-----
n-propyl acetate	S48	384-1610	17.9	6.9	4.2-17	93 %	1.9 %
iso-butyl acetate	S44	306-1280	21.5	1.8	3.5-14	94 %	1.6 %
n-butyl acetate	S47	352-1475	20.5	0.3	3.5-14	94 %	2.0 %
iso-amyl acetate	S45	208- 874	32.3	-7.1	2.6-10	91 %	1.0 %
n-amyl acetate	S51	208-871	34.2	0.3	2.6-10	87 %	1.9 %
2-ethoxyethyl acetate	S41	262-1110	34.6	9.6	2.5-11	79 %	2.4 %
ethyl acrylate	S35	50- 210	>45	-7.1	0.5-2	95 %	2.9 %

*5 % 破出，200 mL/min 在乾燥空氣下最高濃度範圍。