

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA5022

丙烯酸甲酯 Methyl Acrylate

容許濃度		參考資料：NIOSH 1459 8/15/94 [1]	
勞委會：10 ppm(皮)		分子式：CH ₂ =CHCOOCH ₃	
OSHA：10 ppm(皮)		分子量：86.09	
NIOSH：10 ppm(皮)		別名：Methyl propenoate, 2-propenoic acid methyl ester	
ACGIH：10 ppm(皮)		CAS No.：96-33-3	
(1 ppm=3.58 mg/m ³)		RTECS No：AT 2800000	
基本物性：			
液態：密度 0.9574 g/mL @24℃			
沸點：80.5℃			
熔點：75℃			
蒸氣壓：65 mmHg @20℃			
採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管(100mg/50mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10-200 mL/min		分析物：丙烯酸甲酯	
採樣體積：最小 1 L @10ppm		脫 附：1mL CS ₂ 含5%異丙醇，振盪30分鐘	
最大 5 L		注射量：2 μL	
樣品運送：例行性		溫 度：—注入口：15℃	
樣品穩定性：未測定		—偵檢器：180℃	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		—管 柱：55℃ $\xrightarrow[25^{\circ}\text{C}/\text{分}]{120^{\circ}\text{C}}$ (4分) (0.5分)	
準 確 度 [1]			
範 圍：13.9~58.4 mg/m ³		載流氣體：氮氣，10 mL/min	
偏 差：10.4%		管柱：fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53 mmID	
總變異係數：(CVT)：6.6%		標準樣品：分析物溶於CS ₂ 中	
準 確 度：23.3%		檢量線範圍：0.04~2.00 mg/mL	
		可量化最低濃度：0.04 mg/mL	
		分析變異係數(CVa)：3.0%	
適用範圍：於23℃，760mmHg下，6L的空氣樣品本方法之有效分析濃度範圍為13.9~58.4 mg/m ³ 。			
干 擾：空氣中的水份量過多時，吸附管中有凝結現象，無法有效捕捉有機蒸氣。若氣相層析法中有近似滯留時間之干擾，可改變管柱的分析條件。			
安全衛生注意事項：1.丙烯酸甲酯，危害性分類為第三類易燃液體。			
2.CS ₂ 有毒易燃，準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的氣櫃中進行。			

1.試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂含5%異丙醇(層析級)。可內含合適的內標物(如正辛烷)。
- 1.2 分析物：丙烯酸甲酯(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(100mg/50mg)，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：備有火焰離子化偵檢器(FID)、積分器，以及管柱。
- 2.4 2mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1mL定量吸管和吸球。

2.6 5,10,25,100 μ L之注射針筒。

2.7 10mL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10~200 mL/min。應採集的空氣體積約1~5L。

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上。添加量為 0.096~0.384 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，前管之活性碳倒入2mL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 2mL 的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 1mL，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 加已知量的標準品至10mL之量瓶中，再以CS₂稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.04~2.0 mg/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 見通則之檢量線製作與品管。

6.儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器 管柱	GC/FID fused silica WCOT, DB-1, 30 m× 0.53 mmID
流率(mL/min) 空氣 氫氣 氮氣	400 40 10
溫度(°C) 注入口 偵檢器 管 柱	150 180 25 °C / 分 55°C —————> 120°C (4分) (0.5分)

註：以HP 5890為例，亦可使用其他廠牌同級之儀器，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	1.9

二硫化碳	2.4
丙烯酸甲酯	3.5
正辛烷	7.3

6.3 脫附效率*

	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 (%)
丙烯酸甲酯	10	2.7~10.9	0.096~0.384	94.0	3.0

* 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 μ L之注射針先以溶劑(CS₂+5%異丙醇)沖刷數次濕潤針管與活塞，取3 μ L溶劑後，吸入0.2 μ L空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入2 μ L樣品後，在空氣中後退1.2 μ L，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 μ L。

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)

W_f：前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b：後段活性碳管所含分析物之質量(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	GC/FID(Shimadzu GC 14A)	GC/FID (HP 5890)
分析條件		
溫度(°C) 注入口 偵檢器 管柱	220°C 250°C 40°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 136°C (2.0分) (1.5分)	150°C 180°C 40°C $\xrightarrow{12^\circ\text{C}/\text{分}}$ 136°C (2分) (2分)
流率 空氣 氫氣 氮氣 管柱	250 kPa 125 kPa 7.7 mL/min 30m× 0.53mm ID DB-1	400 mL/min 40 mL/min 10 mL/min fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.53mmID, 1.5 μ m
平均脫附效率	88.5%	99.9%
CVa	1.5%	2.1%

9.文獻

[1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1459, 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。

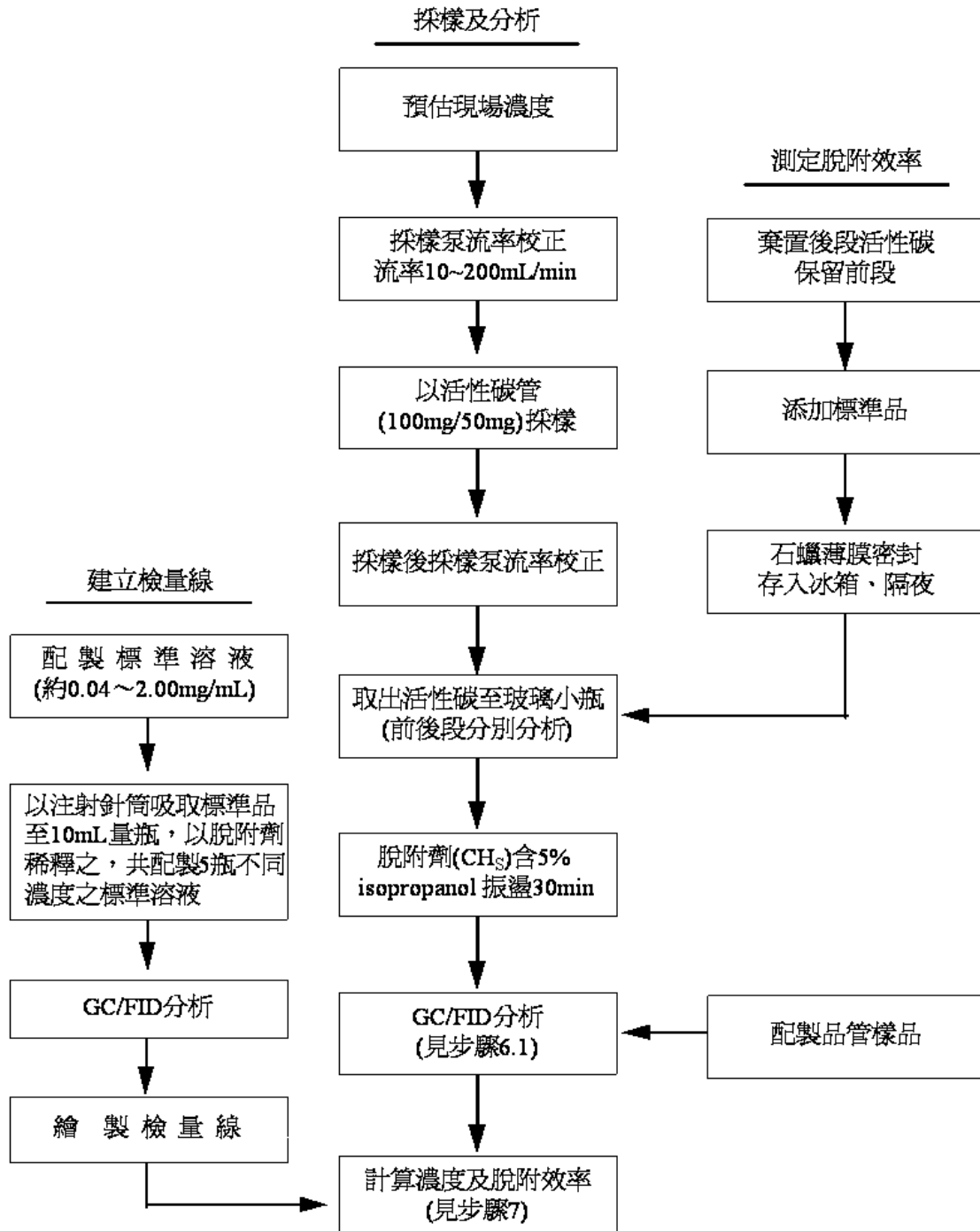
[3] White, L.D. et al., "A Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Ind.

ustrial Atmosphere", Amer. Ind. Hyg. Assoc. Jo, 31:225, 1970.

[4] Documentation of the NIOSH Validation Tests, NIOSH Contract No.CDC-99-74-45, 1978

[5] Final Report, NIOSH Contract HSM-99-71-31. "Personal Sampler Pump for Charcoal Tubes", September, 1972.

附註一 採樣分析流程圖



CS₂

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 1459, OSHA S38分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1mL 1% CS₂，放置30分鐘

注射量：5 μ L

溫度—注射器：225°C

—偵檢器：250°C

—管柱：70°C

管柱：不銹鋼管，10ft $\times$ 1/8in，5% FFAP stationary phase on 100/120 mesh Supelcoport.

標準樣品：分析物溶於CS₂

測試範圍：13.9~58.4 mg/m³

分析變異係數差(CVa)：6.6%

預測偵測極限：13.9~58.4 mg/樣品

3.方法評估

本方法吸附範圍上限，依活性碳之吸附而定，前段的吸附量在空氣濃度59 mg/m³以0.19 L/min採樣240分鐘時，為2.7mg。故有效採集之濃度範圍為7~70 mg/m³。

—