

## 勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號：5052 (等級A)

審查日期：98年2月26日

2,3-環氧-1-丙醇

Glycidol

容許濃度

參考資料：NIOSH 1608 8/15/1994 [1]

勞動部：25 ppm

OSHA：50 ppm

分子式：CH<sub>2</sub>OHCHCH<sub>2</sub>O

NIOSH：25 ppm

ACGIH：25 ppm

分子量：74.08

(1 ppm = 3.03 mg/m<sup>3</sup>, @ NTP)

基本物性：

別名：2,3-epoxy-1-propanol;  
2-(hydroxymethyl)oxirane;oxiranemethanol**液態，密度 1.117 g/mL @ 20 °C**

CAS No. : 556-52-5

沸點：167 °C

蒸餾點：-45 °C

RTECS No. : UB4375000

蒸氣壓：0.120 kPa (0.9 mmHg)

爆炸範圍：0.12 %(v/v) @20 °C

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10~200 mL/min	分析物：2,3-環氧-1-丙醇
採樣體積：最小：5 L @ 150 mg/ m <sup>3</sup>	脫 附：1 mL 四氫呋喃，放置30分鐘，偶爾 微搖動
最大：32 L	注射量：1 μL
樣本運送：冷藏	儀器分析條件：
樣本穩定性：28天，冷藏4 °C	溫度—注入口：230 °C
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二 個以上	—偵檢器：250 °C
<b>準 確 度 [1]</b>	—管柱：90 °C恆溫)
範圍：73~310 mg/ m <sup>3</sup> (50 L)	載流氣體：氮氣，20 mL/min
<b>偏差：-2.90%</b>	管柱：FFAP
總變異係數(CV <sub>T</sub> )：8%	30 m × 0.530mm ID, 1 μm 毛細管柱
準確度：±13.2 %	標準樣本：分析物溶於四氫呋喃中
	檢量線範圍：0.0335~16.8 mg/mL
	可量化最低量：0.0335 mg/樣本
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：2.72 %

適用範圍[1]：本方法是以50 L的空氣為樣本時，有效分析範圍5~150 ppm(16~450 mg/ m<sup>3</sup>)。採樣時高濕會降低破出體積。

干擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項[1]：2,3-環氧-1-丙醇會刺激上呼吸道、皮膚及黏膜，並會侵蝕許多塑膠、橡膠及外層。可經由皮膚吸收進入人體。因此，在使用時，必須是在排煙櫃中進行。

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：四氫呋喃 (分析級)。
- 1.2 分析物：2,3-環氧-1-丙醇(分析級)。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 2.2 個人採樣泵：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 1.8 mL及4 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10  $\mu$ L到50  $\mu$ L的微量注射針筒；1 mL的注射針筒。
- 2.6 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件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。應採集的空氣體積約5~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

## 4. 脫附效率測定及樣本脫附

### 4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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0.670~2.68 mg。
- 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 樣本脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿取出丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 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 1.8 mL 的玻璃小瓶中。

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 以振盪器振盪 30 分鐘後，立即進行分析。

### 5. 檢量線製作與品管

#### 5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

5.1.2 以注射針筒將標準品直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之

檢量線濃度範圍約為 0.0335~16.8 mg/mL。(註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.3 將樣品標準溶液與空白樣品一起分析。

5.1.4 以波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線。

#### 5.2 品質管制

5.2.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

## 6. 儀器分析

## 6.1 儀器分析條件

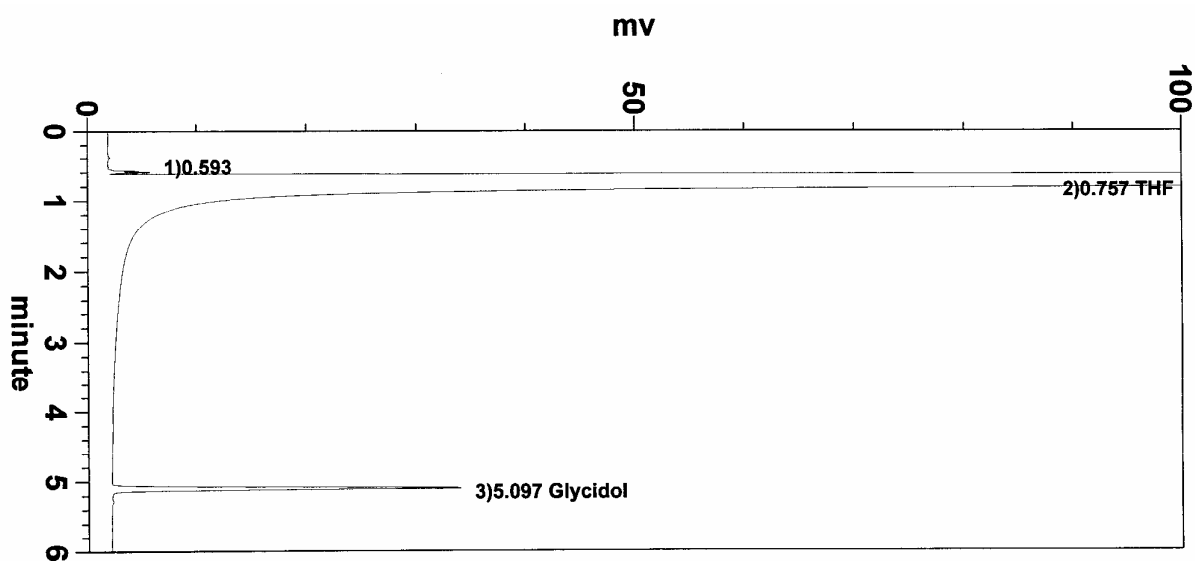
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	FFAP 30 m(長)×0.53 mm(內徑),膜厚 1 $\mu$ m
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	20
分流比	不分流
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	90(恆溫)

註：以SHIMADZU GC-14A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 (分鐘)
四氫呋喃	0.757
2,3-環氧-1-丙醇	5.10

## 6.3 分析圖譜



## 6.4 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CV <sub>a</sub> (%)
2,3-環氧-1-丙醇	25	17.7~70.8	0.670~2.68	94.1	2.72

\* 採樣介質為SKC 226-01(100 mg/50 mg) 活性碳管

6.5 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技術(solvent flush injection technique)——利用10 μL 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，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1 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0.9~1.1 μL實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

## 7. 計算

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積（以 mL 為單位），得到每個樣本分析物的質量(**W**)。

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

C：空氣中有害物濃度 (mg/m<sup>3</sup>)

V：採集氣體體積 (L)

W<sub>f</sub>：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

W<sub>b</sub>：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

B<sub>f</sub>：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B<sub>b</sub>：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如(W<sub>b</sub>) > (W<sub>f</sub>/10)即表破出，樣本可能有損失。

## 8. 方法驗證

	測試1	測試2
儀 器	GC/FID (SHIMADZU GC-14A)	GC/FID (AGILENT GC-6890)
分析條件 溫度 (°C)		
注入口	230 °C	250 °C
偵檢器	250 °C	250 °C
管 柱	90 °C(恒溫)	90 °C (5 min) $\xrightarrow{20\text{ °C/min}}$ 250 °C (1 min)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	40
氮氣	20	3.60
分流比	不分流	4 : 1
管柱	FFAP 30 m(長)×0.53 mm(內徑),管內膜 厚1 μ m	DB-WAX 60 m(長)×0.25 mm(內徑),膜厚 0.25 μ m
檢量線範圍	0.0335~16.8 mg/mL	0.0335~16.8 mg/mL
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率	94.1 %	95.0 %
CV <sub>a</sub>	2.72 %	1.48 %
滯留時間	5.10 min	9.34 min

## 9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30 °C，80 % RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；2,3-環氧-1-丙醇測試濃度為51.6ppm，採樣流率為200 mL/min，經240分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為32L。

## 10. 樣本貯放穩定性測試

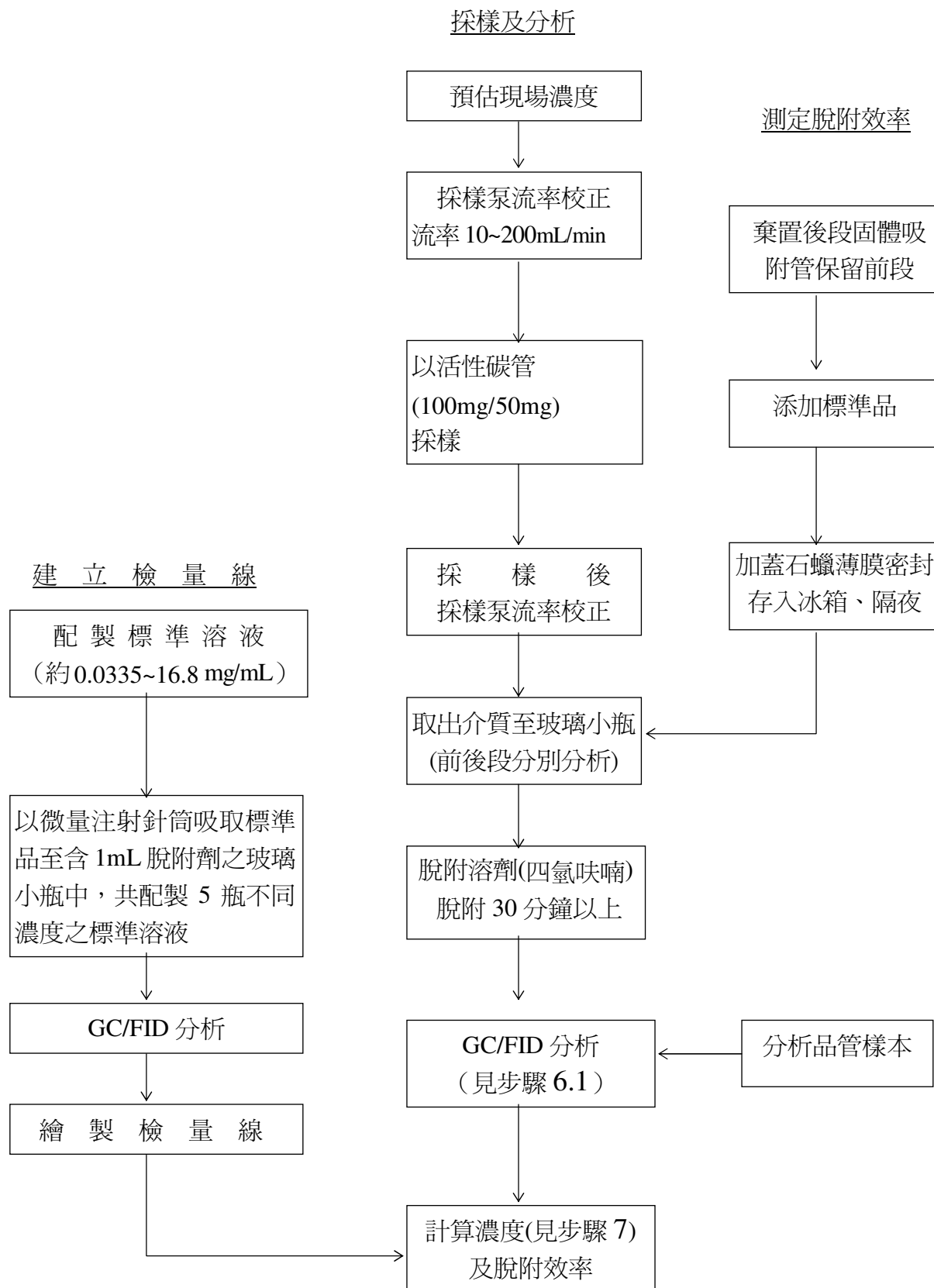
添加1.34mg2,3-環氧-1-丙醇於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之相對回收率為34.6%，14天相對回收率為13.2%，21天相對回收率為4.36%，28天相對回收率為2.13%；於冷藏下貯存7天樣本之相

對回收率為99.7%，14天相對回收率為100.5%，21天相對回收率為94.5%，28天相對回收率為90.3%，見表二。

#### 11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 4th ed. Method 1608 ,U.S. Department of Health , Education ,and Welfare, Publ. (NIOSH),1994.
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，107年3月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國108年7月。

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第4版分析方法1608而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：**0.500** mL四氫呋喃，放置30分鐘，偶爾輕微搖

注射量動5 $\mu$ L

溫度 — 注入口：225 °C

— 偵檢器：260 °C

— 管 柱：155 °C(恒溫)

載流氣體：氮氣，25 mL/min

**管 柱：不銹鋼管柱，~~1/8~~ 2-mm ID，10 %SEAP填充100/120mesh Chromosorb  
W-HP。**

標準樣本：2,3-環氧-1-丙醇溶於四氫呋

喃。測試範圍：**0.800**~22 mg/樣本

分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：2.72 %

估計偵測極限：未測試

表一 2,3-環氧-1-丙醇脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：0.6702mg		添加量：1.3404mg		添加量：2.6808mg	
		分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)
1	0	0.597	89.1	1.24	92.1	2.65	98.9
2	0	0.587	87.6	1.28	95.4	2.77	103.2
3	0	0.585	87.2	1.26	94.1	2.72	101.3
4	0	0.589	87.9	1.25	93.2	2.84	106.1
5	0	0.563	84.0	1.25	93.1	2.67	99.6
6	0	0.623	92.9	1.22	90.8	2.61	97.2
平均脫附效率(%)			88.1	93.1		101.04	
變異係數(%)			3.28	1.70		3.19	

三個濃度的平均脫附效率：94.1 %

分析變異係數：2.72 %

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	1.34	100	1.34	100
7	3	1.34	99.7	0.464	34.6
14	3	1.35	100.5	0.177	13.2
21	3	1.27	94.5	0.0584	4.36
28	3	1.21	90.3	0.0286	2.13

\* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

\* 2,3-環氧-1-丙醇添加量 1.34mg