

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1218 等級：A 編輯日期：95年11月9日

2-甲酚	o-cresol
容許濃度	參考資料：NIOSH 2546 8/15/1994 [1]
勞委會：5 ppm(皮) [2]	
OSHA：5 ppm	分子式：CH ₃ C ₆ H ₄ OH
NIOSH：2.3 ppm	
ACGIH：5 ppm	分子量：108.14
(1 ppm = 4.42 mg/m ³ , @ NTP)	別名：2-methylphenol
基本物性：	
液態，密度 1.047 g/mL @ 20°C	
沸點：190.95°C	CAS No.：1319-77-3
熔點：30.9 °C	
蒸氣壓：33 Pa (0.25mmHg.) @ 25°C	RTECS No.：GO5950000

採 樣	分 析
採樣介質：XAD-7 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10 ~ 100 mL/min	分析物：2-甲酚
採樣體積：最小：1 L @ 5 ppm	脫 附：1 mL 甲醇，振盪30分鐘
最大：32 L	注射量：1 μL
樣品運送：例行性	儀器分析條件：
樣品穩定性：21天，室溫	溫度—注入口：230°C
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二	—偵檢器：250°C
個以上	—管柱：95°C
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，16 mL/min
範圍：未評估	管柱：MXT-1
偏差：未評估	30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm 毛細管柱
總變異係數(\bar{S}_{RT})：未評估	標準樣品：分析物溶於甲醇中
準確度：未評估	檢量線範圍：0.0022~1.05 mg/mL
	可量化最低量：0.0022 mg/sample
	分析變異係數(CV _a)：1.13%

適用範圍[1]：以20 L的空氣為樣品時，本方法測試範圍從0.25~15 ppm (1-60 mg/m³)。

干擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項：甲酚會造成嚴重灼傷，經由皮膚、吸入及食入進入人體會產生危害。使用操作時應在通風良好的排煙櫃中進行。

註：本方法標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲醇 (分析級)。
- 1.2 分析物：2-甲酚 (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：XAD-7 (100 mg/50 mg)，見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之採樣介質[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率 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玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10 μ L到500 μ 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 個人採樣泵連結採樣管，進行流率校正，見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」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 10~100 mL/min。應採集的空氣體積約1 ~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之脫附效率[3]。
- 4.1.2 將採樣管兩端切開，倒出後段的XAD-7，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XAD-7上。添加量為 0.168~0.670 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 打開採樣管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，將前段之XAD-7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XAD-7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，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管 [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 0.026 ~ 1.05 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 以分析物波峰面積(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「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管 [3]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

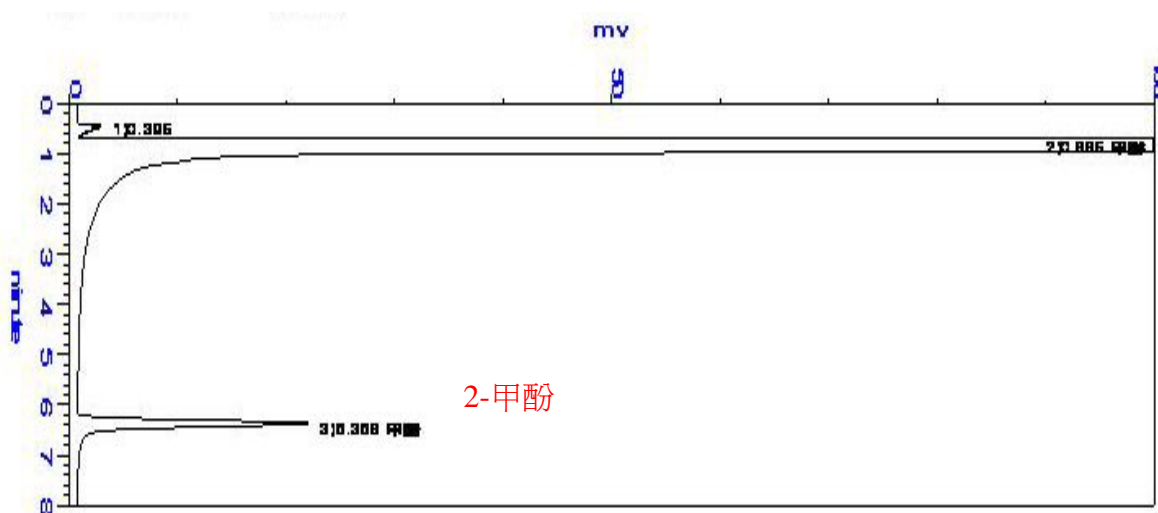
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	MXT-1 30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	16
分流比	不分流
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	95

註：以SHIMADZU GC-14B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)
甲醇	0.89
2-甲酚	6.37

6.2 分析圖譜



6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)**	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
甲酚	5	7.6 ~ 30.3	0.168 ~ 0.670	90.5	1.13

* 採樣介質為SKC226-95 XAD-7(100 mg/50 mg)

**民國92年12月，勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準。

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3 μL 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1 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，則以甲醇稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 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），得到每個樣品分析物的質量(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^3)

V：採集氣體體積 (L)

W_f ：採樣管前段所含分析物之質量 (mg)

W_b ：採樣管後段所含分析物之質量 (mg)

B_f ：現場空白樣品前段的平均質量 (mg)

B_b ：現場空白樣品後段的平均質量 (mg)

註：如(W_b) > ($W_f/10$)即表破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

	測試一	測試二
儀 器	GC/FID (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID(HP 6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	95	90
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	40
氮氣	16	6.5
分流比	不分流	不分流
管柱	MXT-1, 30 m × 0.53 mm (ID), 1 μ m	DB-1, 30 m × 0.32 mm (ID), 0.25 μ m
檢量線範圍	0.0022 – 1.05 mg/mL	0.00084 – 0.8376 mg/mL
線性相關係數	0.9998	0.9999
平均脫附效率	90.5%	89.13
CV _a	1.13 %	2.43%
滯留時間	6.37min	10.7 min

9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30°C，80% RH高濕環境下進行6個樣品之破出測試；甲酚測試濃度為10.18 ppm，採樣流率為100 mL/min，經480分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為32L。

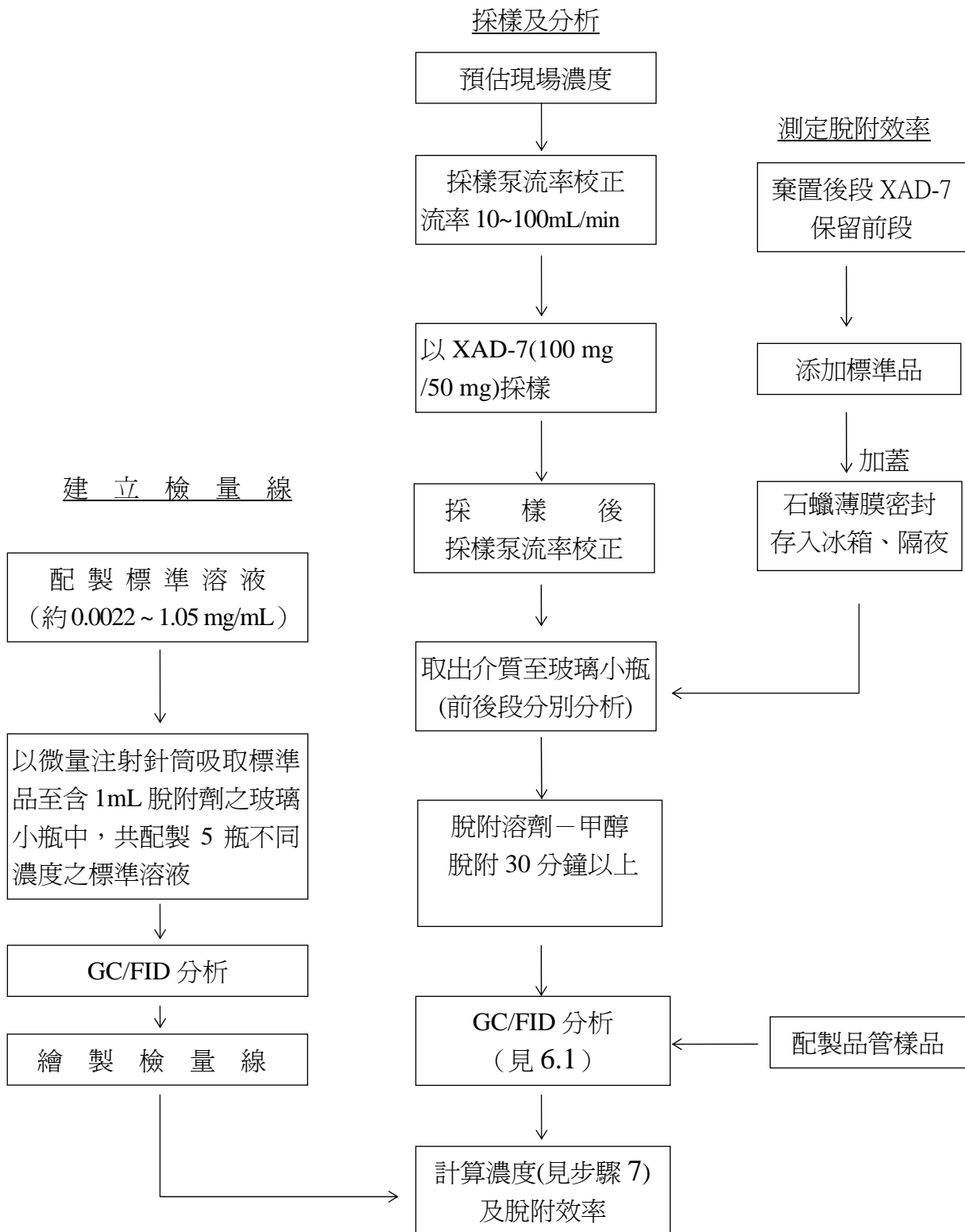
10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.335mg甲酚於採樣管，進行樣品貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣品之回收率為95.2%，14天回收率為98.2%，21天回收率為90.1%，28天回收率為81.5%；於冷藏下貯存7天樣品之回收率為103%，14天回收率為97.3%，21天回收率為94.0%，28天回收率為81.5%，見表二。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 1th ed. Method 2546, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 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92年12月。
- [3] 作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇，行政院勞工委員會，民國80年6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第一版分析方法2546[1]而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：2 mL 甲醇，放置30分鐘。

注射量：1 μ L

溫度 — 注入口：250°C

— 偵檢器：300°C

— 管 柱：160-225°C(3°C/min)

載流氣體：氮氣或氦氣，1mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.32 mm ID，0.25 μ m，Stabilwax DA

標準樣品：甲酚溶於甲醇。

測試範圍：0.02 ~ 0.8 mg/sample

分析變異係數(CV_a)：2.8 %

預估偵測極限：0.003 mg/sample

表一 甲酚脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量：0.168 mg		添加量：0.335 mg		添加量：0.670 mg		
	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	
	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	
1	0	0.157	93.5	0.307	91.6	0.601	89.7
2	0	0.155	92.3	0.307	91.6	0.591	88.2
3	0	0.153	91.1	0.298	88.9	0.593	88.5
4	0	0.157	93.5	0.305	91.0	0.593	88.5
5	0	0.157	93.5	0.306	91.3	0.582	86.9
6	0	0.154	91.9	0.306	91.3	0.577	86.1
平均脫附效率(%)			92.5		91.0		88.0
變異係數(%)			1.05		1.13		1.46

三個添加量的平均脫附效率：90.5%

分析變異係數：1.13%

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	0.335	100	0.335	100
7	3	0.345	103	0.319	95.2
14	3	0.326	97.3	0.329	98.2
21	3	0.315	94.0	0.302	90.1
28	3	0.273	81.5	0.273	81.5

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率

* 甲酚添加量 0.335 mg