

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1002(等級A)

乙酸第二丁酯

sec-butyl acetate

編輯日期：2005.11.29

容許濃度

參考資料：NIOSH 1450 3/15/2003 [1]

勞委會：200 ppm [2]

OSHA：200 ppm

分子式：CH₃COO CH(CH₃) (C₂H₅)

NIOSH：200 ppm

ACGIH：200 ppm

分子量：116.16

(1 ppm = 4.75 mg/m³, @ NTP)

基本物性：

別名：acetic acid, 1-methyl propyl ester

液態，密度 0.865 g/mL @ 20°C

沸點：112 °C

CAS No.：105-46-4

RTECS No.：AF7380000

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：乙酸第二丁酯
採樣體積：最小：1 L @ 100 ppm[1]	脫 附：1 mL 二硫化碳，振盪30分鐘以上
最大：10.8 L	注射量：1 μL
樣本運送：例行性	儀器分析條件：
樣本穩定性：28天，冷藏	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
	—管柱：70°C
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，14.5 mL/min
範圍：432~1729 mg/m ³ (5 L 空氣樣本)	管柱：MTX-1
偏差：5.25 %	30 m × 0.53 mm ID, 1 μm 毛細管柱
總變異係數 (CV _T)：0.0031	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
準確度：±11.43%	檢量線範圍：0.0837~20.93 mg/mL
	可量化最低量：0.083mg/sample
	分析變異係數(CV _a)：2.50%

適用範圍：高濕度會嚴重降低樣本吸附量及破出體積。

干擾：未確認。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳為有毒的易燃液體(閃火點=-30°C)，使用時需在通風良好的排煙櫃中進行，並穿戴適當的防護衣及手套。

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：二硫化碳(分析級)。
- 1.2 分析物：乙酸第二丁酯(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「行政院勞工委員會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 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50 μ L之微量注射針筒，刻度至0.1 μ L；1 mL的注射針筒，刻度至0.01 mL。
- 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「行政院勞工委員會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，應採集的空氣體積約1~10.8 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，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「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率[3]。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，使開口與管徑同大，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 2.16~8.65 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 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「行政院勞工委員會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 以微量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 0.0837~20.93 mg/mL。(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「行政院勞工委員會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

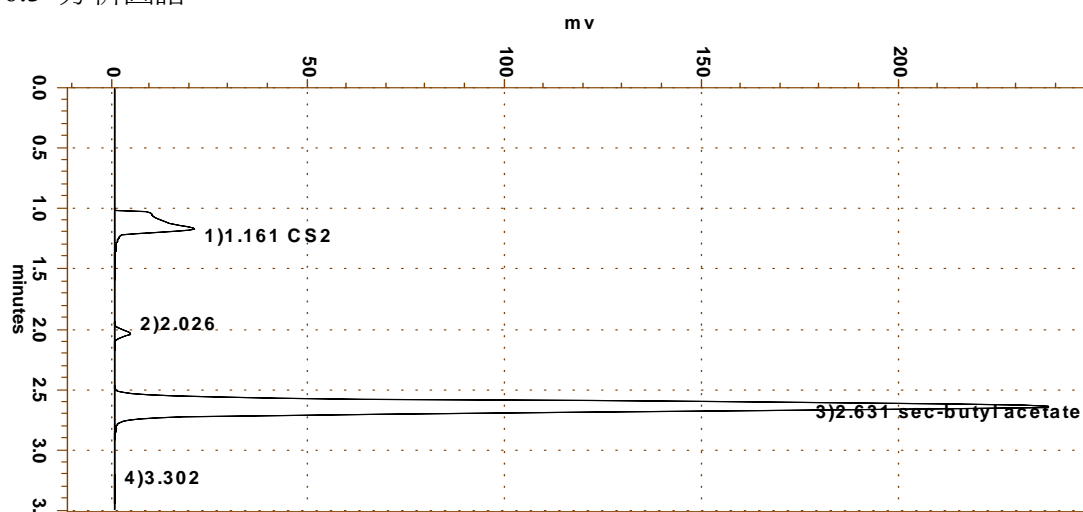
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	14.5	
溫度(°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管柱	70	

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)
二硫化碳	1.61
乙酸第二丁酯	2.63

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/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
乙酸第二丁酯	200	2.27-9.11	2.16~8.65	104.5	2.50

* 採樣介質為SKC226-01 活性碳管(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

6.5 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注射技術(solvent flush injection technique)——利用10 μ L 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取約3 μ L溶劑後，吸入約0.2 μ L 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1 μ L 樣本後，在空氣中後退約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0.9 ~1.1 μ L。

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^3)

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1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID(HP6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	70	70
流率(mL/min)		
空氣	410	410
氫氣	38	38
氮氣	14.5	2.5
分流比	不分流	不分流
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	DB-1 30 m × 0.32 mm ID, 0.25 μm
檢量線範圍	0.4758~15.22 mg/mL	0.0837~20.93 mg/mL
線性相關係數	0.9985	0.9996
平均脫附效率	104.5%	94.3 %
CV _a	2.50 %	2.10 %
滯留時間	2.63 min	2.28 min

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯放穩定性測試

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個樣本之破出測試；乙酸第二丁酯測試濃度為397.1 ppm，採樣流率為200 mL/min，經81分鐘後，有破出現象產生，故建議最大採樣體積為10.8L。

10. 樣本貯放穩定性測試

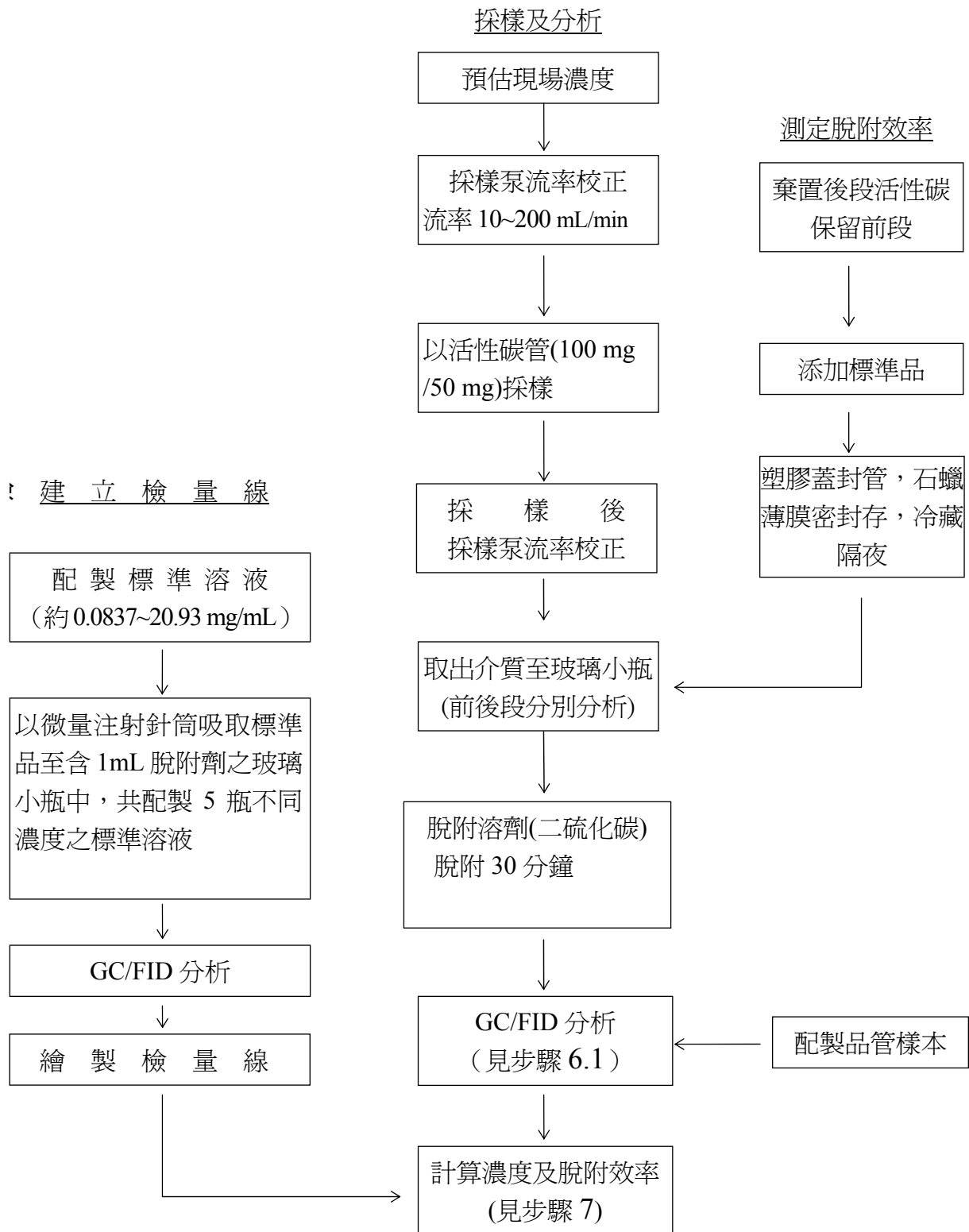
添加4.325mg乙酸第二丁酯於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為91.1%，14天回收率為93.7%，21天回收率為90.3%，28天回收率為88.9%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為92.5%，

14天回收率為94.5%，21天回收率為91.0%，28天回收率為90.3%，見表二。

11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 3th ed. Method 1450 ,U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH),2003.
- [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] 勞工作業環境空氣中有害標準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] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S165, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C,1977。

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第三版分析方法1450而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二硫化碳，放置30分鐘。

注射量：5 μ L

溫度 — 注入口：200-225 $^{\circ}$ C

— 偵檢器：250-300 $^{\circ}$ C

— 管 柱：50 $^{\circ}$ C(8 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 110 $^{\circ}$ C(3 min)

載流氣體：氮氣，4 mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.32 mm ID, 0.5 μ m，DB-WAX或同性質管柱。

標準樣本：乙酸第二丁酯溶於二硫化碳。

測試範圍：0.014~0.44 mg/sample

分析變異係數($C\bar{V}_a$)：0.0062

預估偵測極限：0.0009 mg/sample

表一 乙酸第二丁酯脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：2.163mg		添加量：4.325mg		添加量：8.650mg	
		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	2.137	98.8	4.341	100.4	9.354	108.1
2	0	2.300	106.4	4.525	104.6	9.279	107.3
3	0	2.050	94.8	4.424	102.3	9.281	107.3
4	0	2.318	107.2	4.429	102.4	9.285	107.3
5	0	2.273	105.1	4.442	102.7	9.215	106.5
6	0	2.292	106.0	4.614	106.7	9.322	107.8
平均脫附效率(%)			103.0		103.2		107.4
變異係數(%)			4.89		2.12		0.50

三個濃度的平均脫附效率：104.5 %

分析變異係數：2.50 %

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(%)	平均分析量(mg)	相對百分比(%)
0	3	4.325	100	4.325	100
7	3	4.003	92.5	3.940	91.1
14	3	4.085	94.5	4.053	93.7
21	3	3.938	91.0	3.906	90.3
28	3	3.905	90.3	3.844	88.9

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 乙酸第二丁酯添加量 4.325mg