

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1241

乙酸戊酯

| | |
|---|--|
| 分子式：C ₇ H ₁₄ O ₂ 分子量：130.18 | n-Amyl acetate 參考資料：NIOSH 1450 (2/15/84) 編輯日期：4/12/90 |
| 容許濃度標準(TLV) OSHA：100 ppm NIOSH：無 ACGIH：100 ppm 勞委會：100 ppm | 基本物性： 密度：0.879 g/mL @20°C 沸點：142°C 蒸氣壓：0.5 KPa(4mmHg) @20°C |
| 化合物：n-amyl acetate; CAS # 628-63-7 | |
| 採 樣 | 分 析 |
| 採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流速：10~200 mL/min 採樣量：— 最小：1 L @OSHA 標準 — 最大：10 L 樣品運送：密封 樣品穩定性：未測定 現場空白樣品：樣品數的 10% | 方法：GC/FID 分析物：n-Amyl acetate 脫附：1 mL CS ₂ ，放置 1 小時以上 注射量：2μL 溫度—注射器：230°C 偵測器：250°C 管柱： |
| 準 確 度 | 6°C/min |

| | |
|--|--|
| <p>範圍：0.5 ~ 2X OSHA[2](10 L 樣品)</p> <p>偏差：不顯著 [2]</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：0.05~0.09[2]；</p> <p>見方法評估</p> | <p>55°C ————100°C (2 分) (2 分)</p> <p>載流氣體：氮氣，6.32 mL/min</p> <p>管柱：fused silica WCOT,DB-WAX 30m × 0.53mmID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 CS₂ 中</p> <p>檢量線範圍：0.132~1.187 mg/mL</p> <p>預估偵測極限：0.132 mg/mL</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：2.67%</p> |
| <p>適用範圍：10 升的空氣樣品其有效測試濃度範圍為 50~1575 mg/m³ 藉著 GC 分析條件(如 temperature programming)的設定，可同時測兩種或兩種以上之分析物。在高濕環境下活性碳的吸附能力和破出體積都會大大降低。</p> | |
| <p>干 擾：未確定，若有干擾時可，以 SP-1000 Chromosorb WHP 可作為替代之管柱。</p> | |
| <p>其他方法：本方法是參照 NIOSH S51[1,2]及 1450 分析方法。</p> | |

1. 試藥

1.1 脫附劑：CS₂*：層析分析級，可內含合適的內標定品。如：0.1%(v/v) benzene 或 1% (v/v) tridecane, dodecane,undecane 或其它。

1.2 分析物：試藥級*。

1.3 純化的氮氣。

1.4 預先純化的氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

* CS₂有毒，易燃(閃火點 = -30°C)。準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃(hood)中進行。

2. 設備

2.1 捕集設備：活性碳管 100mg/50mg，見採樣介質通則。

2.2 個人採樣泵：流速約 10 ~ 200 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器 (FID)、積分器，以及管柱。

2.4 2 mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。。

2.5 10，25，50，100 μL 之注射針筒。

2.6 量瓶。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見採樣通則。

3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介 10~200 mL/min,總採集空氣量約 1~10L。

3.3 以塑膠封?不可用橡膠)，並以石臘薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 樣品脫附

4.1 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。取出分隔的 PU 泡綿，後段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。此二樣品應分開分析。

4.2 玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑,立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 1 小時以上，並偶爾搖動。

5. 檢量與品管

5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍 2-ethoxyethyl acetate 為 0.036~10.800mg/mL, isobutyl acetate 為 0.048~14.250mg/mL。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液測試分析，以建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量每樣品。

5.2.4 以塑膠誘皂梳()?parafilm)封管，靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)相對於分析物回收毫克繪製圖形。

5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

條 件

儀器 HP 5890 GC/FID
 HP 7673 autoinjector
 管柱 fused silica WCOT, DB-WAX
 30m x 0.53 mm ID, 3.0 μ m
 流速 (mL/min)
 空氣 400
 氫氣 29
 氮氣 6.32
 溫度 (°C)
 注射器 230
 偵測器 250
 管柱 55°C(2分)~100°C(2分),6°C/分

6.2 大約滯留時間 (retention time)

滯留時間

| 化合物 | (A) | (B)* | |
|-----------------|------|------|--|
| CS ₂ | 1.51 | 2.05 | |
| benzene | 3.09 | 4.22 | |
| acetone | | 2.57 | |

* 以 0.25 kg/cm² 之流速進行測試之分析條件

6.3 脫附效率*

| 化合物 | TLV (ppm) | 相當採樣量 (L) | 脫附濃度 (mg/mL) | 脫附效率 (%) | CV ₁ (%) |
|----------------|--------------|--------------|-----------------|-------------|------------------------|
| n-amyl acetate | 100 | 0.5~2.0 | 0.266~1.064 | 79..4 | 2.96 |

* SKC 批號 120 活性碳管 (CAT NO. 226-01)

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 之注射器先以溶劑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 5 μ

L 樣品後，在空氣中後退 1.2 μL ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1 μL 。

6.5 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位:L)

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

C : 濃度 mg/m^3

V : 採集氣體量(L)

W_f : 前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b : 後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f : 現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b : 現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 $W_b > W_f / 10$ 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 1450 分析方法

8.1 本分析方法是綜合下列諸方法而成 S41 及 S44

8.2 儀器分析條件：

方法：GC/FID

分析物：n-Amyl acetate

脫附：1 mL CS₂，靜置 30 min

注射量：5 μL

溫度：注射器：200 ~ 225°C

偵測器：250 ~ 300°C

管柱：60~100°C

載流氣體：氮氣或氦氣 30 mL/min

管柱：不銹鋼管，3m×3mm，5% FFAPon 100/120 mesh Chromosorb WHP

標準樣品：分析物溶於 CS₂ 中

範圍和分析精密度偏差(CV₁)：1.70%

預估偵測極限：0.02 mg/樣品[3]

8.3 NIOSH 1450 分析方法評估下面所列之方法 1974.9.6.刊行，除了 S51，它於

1975[1].1.17.發佈。每種化合物的氣體藉由有刻度的注射器於乾燥的空氣採取 10 L 之空氣樣品[2]。樣品向來用於研究測量其精密度及脫附的效率(DE)，結果如下：

| 化合物 | 全部 | | | | 分析 | | |
|----------------|-------|----------------------|-------|--------------------|---------|------|--------------------|
| | 方法 | 濃度範圍 | 破出體積* | 精密度偏差 | 濃度範圍 | 脫附效率 | 精密度偏差 |
| | [1,2] | (mg/m ³) | (L) | (CV ₁) | (mg/樣品) | | (CV ₁) |
| n-amyl acetate | S51 | 384-1610 | 17.9 | 5.6% | 4.2-17 | 93% | 1.8% |

* 5%破出，200 mL/min，在乾燥空氣下最高濃度範圍

8.4 其他驗證分析方法

| | 測試 1 | 測試 2 |
|----------------------|---|---|
| 儀器 | GC/FID | GC/FID |
| 溫度 | 225 °C | 225 °C |
| 注射器 | 250 °C | 250 °C |
| 偵測器 | 12°C/分 | 80°C/分 |
| 管柱 | 55 °C—— 120 °C (1分) (2分) | 55 °C—— 88 °C (0.6分) (6.2分) |
| 速度(mL/min) | | |
| 空氣 | 400 | 400 |
| 氫氣 | 33 | 33 |
| 氮氣 | 6.5 | 10.2 |
| 管柱 | fused silica WCOT, DB- Wax, 30m×0.53 mm ID | fused silica WCOT DB- WAX, 30m x 0.53mm ID |
| 平均脫附效率 | 86.4% | 97.83% |
| 平均 CV ₁ 值 | 2.29% | 1.54% |

- a:玻璃管柱 10% Carbowax 20m on Chromosorb P-AW-DWCS, 4Mx2mm ID, 以 30mL/min, 在 160°C 下持續三分鐘。
- b:fused silica WCOT DB-Wax, 30m×0.53mm ID, 以 24.5 mL/min, 在 65°C 下持續七分
鐘。
- c:fused silica WCOT DB-FEA, 30m×0.53mm ID, 以 3mL/min, 在 70°C 下持續五分
鐘。
- d:玻璃管柱, 10%Carbowax 20m on Chromosorb P-AW-DMCS, 60/80mesh, 2m×2mm
ID, 以 30mL/min, 在 50°C 下持續五分
鐘。

9. 高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試以往射針驅動法(syringe drive method)產生標準氣體, 並於 30°C, 80%RH 高濕環境下進行採樣測試 n-amyl acetate 於 198 ppm, 採樣流速 200mL/min 下各別採集, 則分別於採集, 有 5%破出(break through), 其建議破出體積分別為 21 L, 由實驗顯示, 於高濕環境下採樣樣品後, 將樣品冷藏貯放, 則於貯放 15 天後樣品之回收率, 可達 94%以上。

10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.2, U.S.Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH)77 - 157-B (1977)。
- [2] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S.Department of Health, Education, and Welfare, Publ., (NIOSH)77-185 (1977).
- [3] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4121-N (unpublished, November 15, 1983)
- [4] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準, 行政院勞工委員會, 民國 77 年 6 月。

方法校訂參考:

Robert W. Kurimo, NIOSH/DPSE; method originally validated under NIOSH Contract CDC-99-74-45.

測試撰寫人: 郭錦堂、陳以新、鄭進峰、洪建泰、賴珊珊

驗證人: 郭慶輝、施慧中、張火炎、歐芬芳、胡安仁、郭慶輝

乙酸戊酯
採樣及分析流程圖

