

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5010

醋酸

Acetic acid

容許濃度	參考資料：NIOSH 1008 (8/15/94) [1]
勞委會：10 ppm	分子式：CH ₃ COOH, C ₂ H ₄ O ₂
OSHA：10 ppm	分子量：60.05
NIOSH：10 ppm	
ACGIH：——ppm	
(1 ppm=2.46mg/m ³)	
基本物性：	別名：乙酸、冰醋酸
液態：密度1.049 g/ml @25°C	glacial acetic acid; methane carboxylic acid; ethanoic acid
沸點：118°C；	CAS No.：64-19-7
熔點：17°C	RTECS No.：AF1225000
蒸氣壓：1.5kPa(11mmHg, 1.4%v/v)@20°C	
爆炸範圍：5.4~16%(v/v in air)	

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管 (100mg/50mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10~1000 mL/min		分析物：acetic acid	
採樣體積：最小 20 L		脫 附：1 mL 甲酸(可含0.1%丙酸)內標定品，	
最大 300 L		放置60分鐘	
樣品運送：例行性		注射量：5 μL	
樣品穩定性：大於7天 @25°C		溫度—入口：230°C	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需		—偵檢器：230°C	
二個以上		—管 柱：210°C恆溫	
		載流氣體：氮氣，30 mL/min	
		管柱：玻璃管，10% AT-1200+1% H ₃ PO ₄ on	
		(Chromosorb WAW 80/100 mesh 2mx	
		2mm ID)	
		標準樣品：分析物溶於甲酸中	
		檢量線範圍：0.1 ~ 12.6 mg/mL	
		可量化最低濃度：0.031 mg/mL	
		分析變異係數(CVa):5.4%	
準 確 度[1]			
範圍：12.5~50 mg/m ³ (173<空氣樣品)			
偏差：5.4%			
總變異係數(CVT)：5.8%			
準確度：15.5%			

適用範圍：100 L的空氣樣品，本分析方法的適用範圍是 2~40 ppm (5~100mg/m³)。高濕環境下(90 % RH)採樣，於 39 mg/m³ 濃度採集，4.6小時不會有破出現象產生 [2]。

干 擾：甲酸含有少量的乙酸故會有顯著的空白實驗值(blank value)產生，故必需使用高純度的甲酸以達到被接受的可量化最低濃度。其他可用的管柱包括：
 玻璃管柱，1mx 4mm ID, Carbopack B 60/80 mesh /3% Carbowax 20 M / 0.5 H₃PO₄
 玻璃柱，3mx 2mm ID, 0.3% SP-1000 + 0.3% H₃PO₄ on Carbopack A
 玻璃柱，2.4mx 2mm ID, 0.3% Carbowax 20 M/0.5 H₃PO₄ on Carbopack C
 除以上所列以外之同級品。

安全衛生注意事項：應避免甲酸或醋酸接觸皮膚，這些試劑會導致燒傷。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲酸 (88%~95%之水溶液)，高純度(小於0.02%之醋酸)，可內含合適的標定品。如濃度為 0.1% (v/v) 的丙酸或其它。
 註：每瓶甲酸內含乙酸量不同，先測試再用。

1.2 分析物：冰醋，試藥級

1.3 丙酸：試藥級

1.4 氮氣

1.5 氫氣

1.6 經過濾之空氣

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管（100 mg / 50 mg），見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約10~1000 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 2 mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯（PTFE）內襯的蓋子。
- 2.5 10 mL定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L之注射針筒。
- 2.7 10 mL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 10~1000 mL/min。應採集的空氣體積約20~300 L。
 - 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0.25~0.98mg。
 - 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，前段之活性碳倒入 2 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 2 mL 的玻璃小瓶。
 - 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 以超音波振盪器振盪60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 以注射針筒直接注入含有1 mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為2.6~10.5 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	CG/FID	
管柱	玻璃管柱，10% AT-1200+1% H3PO4 on Chromosorb W-AW 80/100 mesh 2m × 2mm ID	

流率 mL/min	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	30
溫度(°C)	
注射口	23°C
偵檢器	23°C
管 柱	85°C等溫 4 分鐘

註：以Shimadzu-14A為例，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(retention time)

化合物	分 鐘
甲 酸	0.4
醋 酸	1.1
丙 酸	2.2

6.3 脫附效率 *

化 合 物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體 積 (L)	添加濃度 (mg/mL)	平均回收 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
醋 酸	10	10-40	0.25-0.98	94.5	5.4

* 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 之注射針筒先以溶劑（甲酸）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。

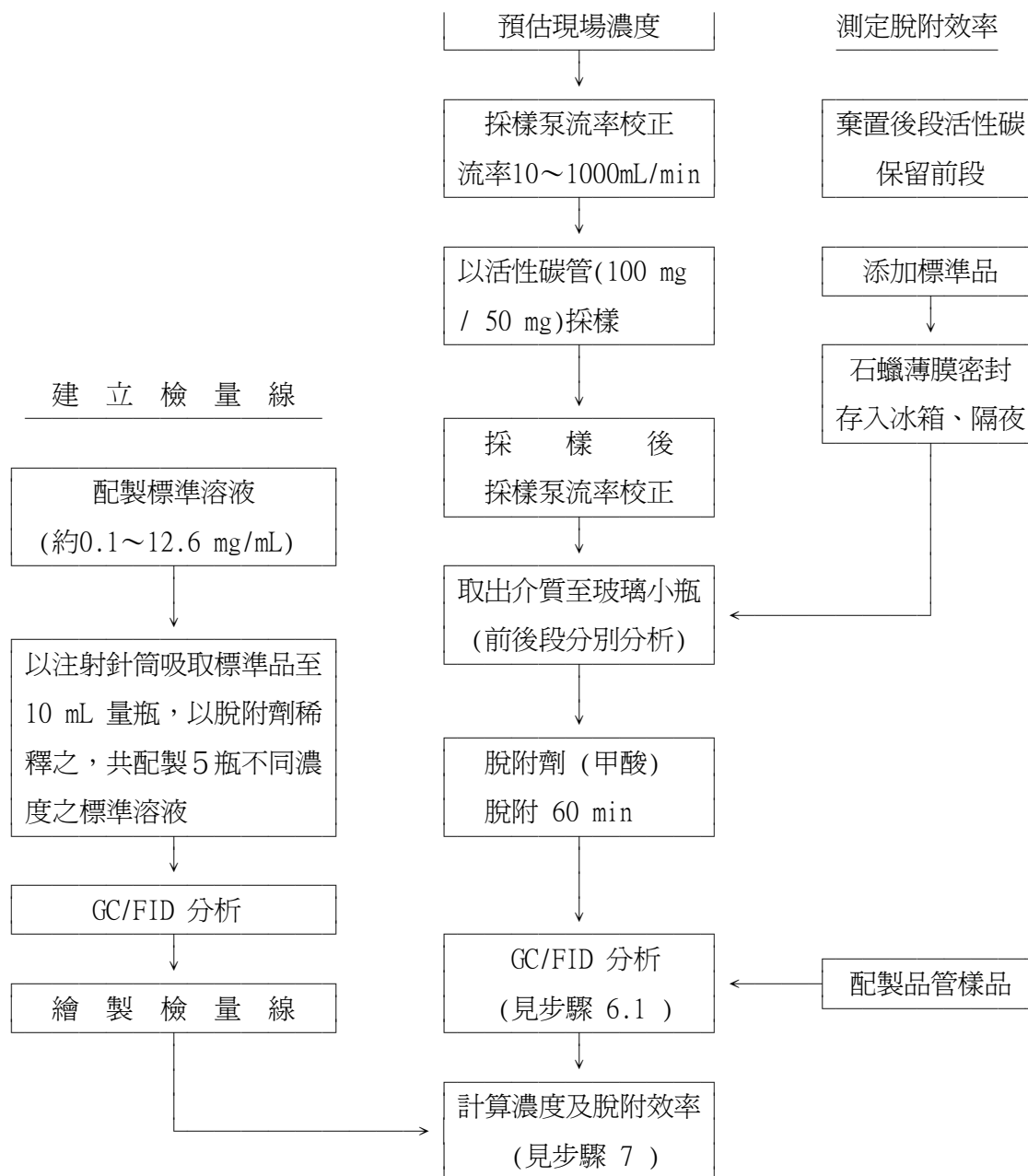
6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積（或高度），分析結果自檢量線上求出。

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)



附註二 NIOSH 1603 分析方法

1. 本分析方法是參照S169 [1] 分析方法。

2. 儀器分析條件：

方法：GC/FID

脫附：1 mL 甲酸；放置 60 分鐘。

注射量：5 μ L。

溫度—注入口：230°C

—偵檢器：230°C

—管柱：130~180°C/分，以10°C/分升溫或100°C 恆溫。

載流氣體：氮氣或氦氣，60 mL/min。

管柱：玻璃管柱，1x 4mm ID；填充Carbopack B 60/80 mesh /3 %

Carbowax \times 20M /0.5 % H3PO3。

標準樣品：分析物溶於濃度 88 ~ 95 % 的甲酸中。

檢量線範圍：0.5~10 mg/樣品

可量化最低濃度：0.01 mg/樣品

分析變異係數 (CVa) : 0.7% , 0.3~5 mg/樣品

溶NIOSH 1603 分析方法評估

S169方法發佈於1977年5月13日[2]。在溫度22°C及壓力767 mmHg，濃度範圍 12.5~50 mg/m³，以 173 L 空氣樣品進行驗證[3,5]。總變異係數 (CVT) 是 5.8%，平均回收率是 105.4%，沒有顯著的誤差。醋酸的濃度經過氫元素分析儀校正過。濃度範圍在 2.1~8.4 mg/樣品時的脫附效率是 96%。在高濕環境下 (90% 相對濕度) 10.4 mg的醋酸，採樣量 269 L，採樣 4.6小時，並沒有發生破出現象 (後段測出濃度為測試濃度之 5%) 發生。使用者校對在 0.3~5 mg/樣品[4]的濃度範圍內脫附效率是101 %，而方法可量化最低濃度則是 0.01 mL/min。

-