

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 1513 (等級 )

審查日期 :

苯甲醇	Benzyl alcohol
容許濃度	參考資料 : OSHA PV2009 7/1993 [1]
勞動部 : 未制定	分子式 : C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> OH
OSHA : 未制定	分子量 : 108.13
NIOSH : 未制定	
ACGIH : 未制定	別名 : Benzenecarbinol; Benzenemethanol;
(1 ppm = 4.42 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)	Benzoyl alcohol; α-Hydroxytoluene;
基本物性 :	Phenylcarbinol; Phenylmethanol;
液態, 密度 1.042 g/mL	α-Toluenol
沸點 : 204.7 °C	CAS No. : 100-51-6
閃火點 : 101 °C (213 °F) (閉杯測試)	RTECS No. : DN3150000 ; 19460

採樣	分析
採樣介質 : XAD-7 採樣管 (100 mg/50 mg)	儀器 : GC/FID
流 率 : 50~200 mL/min	分析物 : benzyl alcohol
採樣體積 : 最小 0.5 L @ 5 ppm	脫附 : 1 mL 甲醇, 放置 30 分, 偶爾輕微搖動
最大 32 L @ 10 ppm	注射量 : 1 µL
樣本運送 : 例行性	溫度—注入口 : 230 °C
樣本穩定性 : 28 天, 室溫	—偵檢器 : 250 °C
現場空白樣本 : 每批樣本數的 10%, 至少需 2 個以上	—管 柱 : 150 °C (恆溫)
準確度	載流氣體 : 氮氣, 13 mL/min
範圍 : 10.8~43.4 mg/m <sup>3</sup> (24 L)	管柱 : Stabilwax
偏差 : 0.25%	60 m × 0.53 mm ID, 1 µm
總變異係數 (CV <sub>T</sub> )* : 0.05	標準樣本 : 分析物溶於甲醇中
準確度 (overall accuracy) : 10.3%	檢量線範圍 : 0.010~1.56 mg/mL
	可量化最低量 : 0.010 mg/樣本
	分析變異係數 (CV <sub>a</sub> ) : 1.06%

適用範圍 : 未確認。

干 擾[1] : 未確認。

安全衛生注意事項 : 甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險。因此, 在使用時, 必須在排煙櫃中進行。詳閱物質安全資料表。

註 : 本方法有標出參考文獻處, 指內容係直接引用該文獻。

\* CV<sub>T</sub> : CVs 直接引用 5% 而得。

## 1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲醇 (分析級)。
- 1.2 分析物：苯甲醇 (分析級)。
- 1.3 氫氣。
- 1.4 氬氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

## 2. 設備

- 2.1 捕集設備：XAD-7 採樣管 (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：流率約 10~200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器 (FID)。
- 2.4 1.8 mL 及 4 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL、2 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10  $\mu$ L 到 500  $\mu$ L 微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

## 3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結 XAD-7 採樣管，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 50~200 mL/min，應採集的空氣體積約 0.5~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

## 4. 脫附效率測定與樣本脫附

### 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 XAD-7 採樣管兩端切開，倒出後段的吸附介質，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的吸附介質上。添加量為 0.261~1.04 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 XAD-7 採樣管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之吸附介質倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之玻璃綿，後段之吸附介質倒入另一個 1.8 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 放置 30 分，偶爾輕微搖動。

## 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 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約為 0.010~1.56 mg/mL。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 以分析物的波峰面積 (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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]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	GC/FID
管柱	Stabilwax 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL / min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	13
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	150 (恆溫)

註：以 SHIMADZU GC 14B plus 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	滯留時間 (分)
甲醇	1.34
苯甲醇	9.25

6.3 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	變異係數 CV <sub>a</sub> (%)
苯甲醇	-	-	0.261~1.04	93.8	1.06

\*採樣介質為 SKC 226-95 採樣管 (Lot 7307)。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀。

6.5 以波峰面積 (或高度), 自檢量線求出濃度乘以脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

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 / m<sup>3</sup>)

V : 採樣氣體體積 (L)

W<sub>f</sub> : 前段採樣管所含之分析物質量 (mg)

W<sub>b</sub> : 後段採樣管所含之分析物質量 (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, 應於報告中註明。

8. 方法覆驗

	測試 1	測試 2*
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	150 (恆溫)	200 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	13	8.7
平均脫附效率 (%)	93.8	93.8
分析變異係數 CV <sub>a</sub> (%)	1.06	2.63
滯留時間 (分)	9.25	4.09

\* 測試 2 之管柱為 DB-WAX, 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm

9. 高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

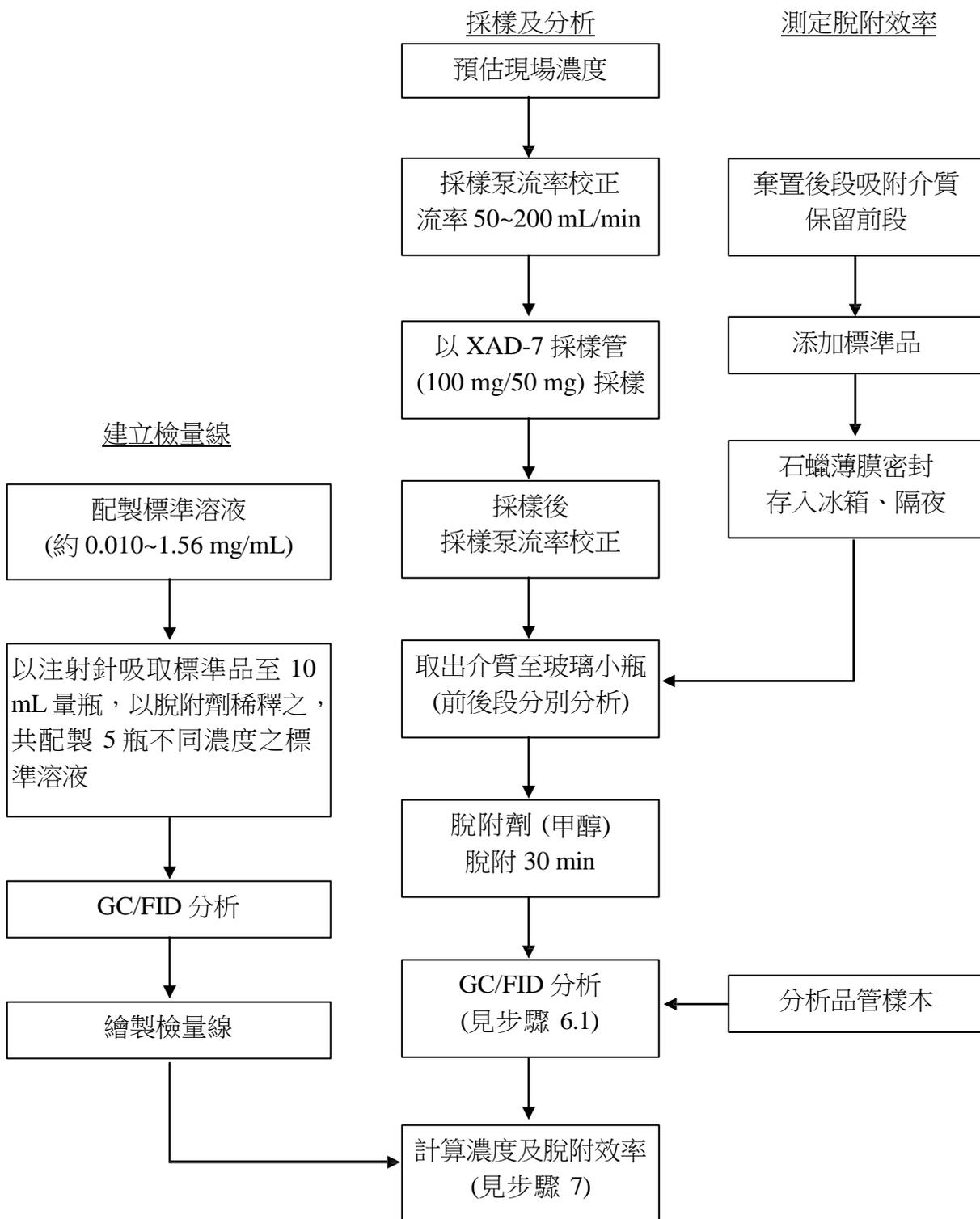
本方法評估是以注射針法產生標準氣體, 並於 30 ± 3°C, 80 ± 5% RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試; 苯甲醇測試濃度為 10.4 ppm, 採樣流率為 200 mL/min, 經 240 分鐘後無破出現象產生, 故建議最大採樣體積為 32 L。

於高濕環境採集 30 個樣本, 進行 28 天樣本儲存穩定性測試, 室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 100.9%, 14 天相對回收率為 97.8%, 21 天相對回收率為 99.6%, 28 天相對回收率為 102.8%; 於冷藏 (<5 °C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.8%, 14 天相對回收率為 99.1%, 21 天相對回收率為 98.4%, 28 天相對回收率為 99.6%, 表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天, 詳見表 3。

10. 文獻

- [1] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. PV2009, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), July 1993.
- [2] 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。
- [3] 「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」，行政院勞工委員會，民國 84 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 OSHA PV2009 分析方法而成。
2. 儀器分析條件：

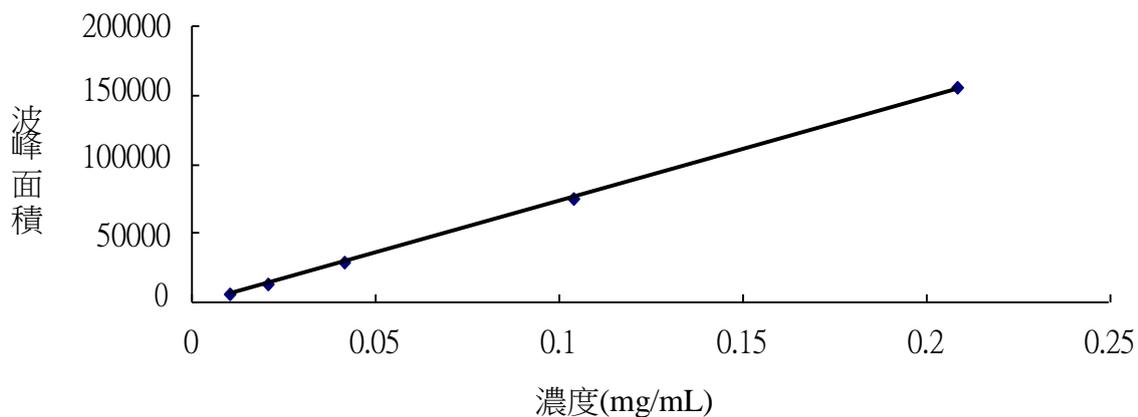
方 法：GC/FID  
 脫 附：1 mL 甲醇，放置 30 分  
 注射量：5  $\mu$ L  
 溫度—注入口：180  $^{\circ}$ C  
       —偵檢器：220  $^{\circ}$ C  
       —管 柱：80  $^{\circ}$ C  $\xrightarrow{1^{\circ}\text{C}/\text{分}}$  160  $^{\circ}$ C  
 管柱：DB-1，60 m  $\times$  0.32 mm ID，1  $\mu$ m 毛細管柱  
 載流氣體：氫氣，2 mL/min  
 標準樣本：苯甲醇溶於甲醇  
 估計偵測極限：0.001 mg/樣本  
 分析變異係數 (CV<sub>a</sub>)：0.97%

表 1 分析方法覆驗

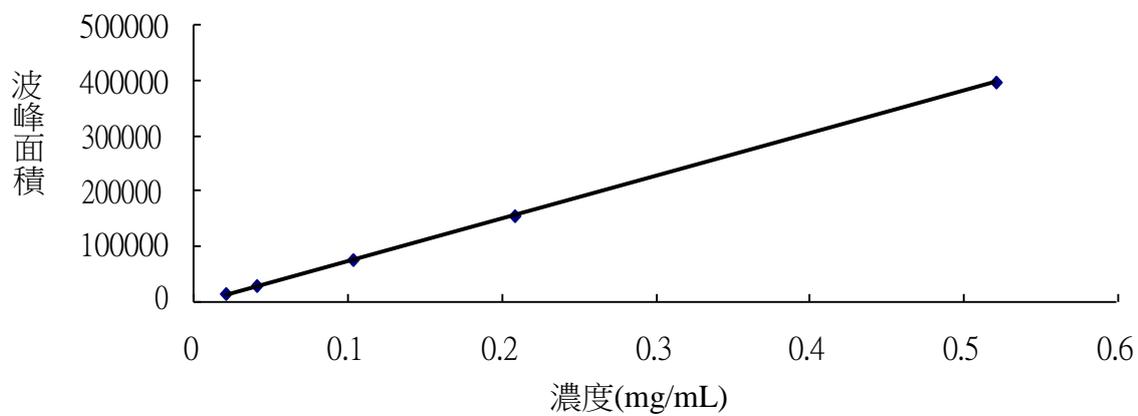
執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU GC 14B)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 ( $^{\circ}$ C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管 柱	150 (恆溫)	200 (恆溫)
流率 (mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	13	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.01~1.56	0.01~1.56
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	93.8	93.8
分析變異係數 (%)	9.25	4.09

檢量線及層析圖譜

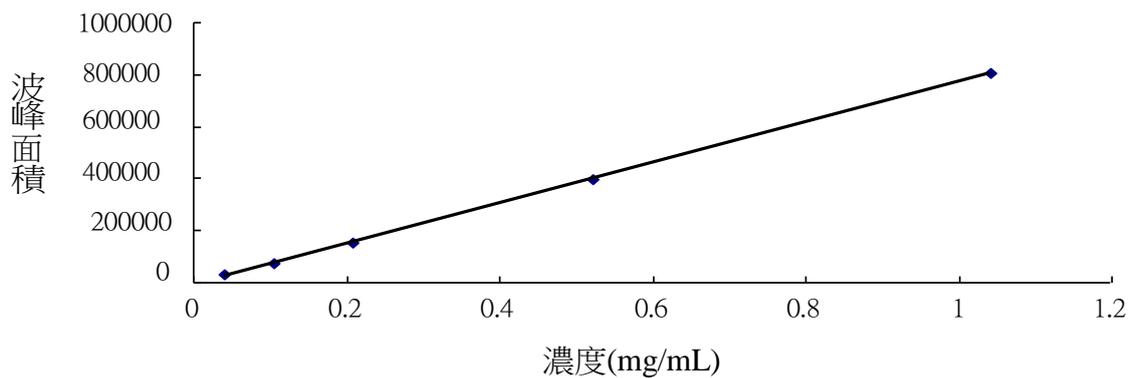
檢量線



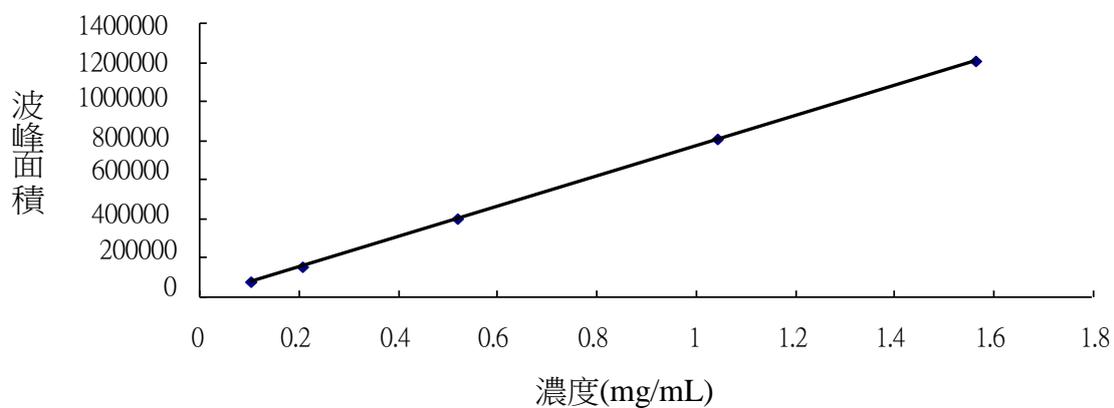
編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD1	0.010	0.011	5.35	0.99988
STD2	0.021	0.022	4.03	
STD3	0.042	0.041	0.85	
STD4	0.104	0.102	1.92	
STD5	0.208	0.209	0.46	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD2	0.021	0.023	8.98	0.99997
STD3	0.042	0.042	0.94	
STD4	0.104	0.102	2.05	
STD5	0.208	0.208	0.35	
STD6	0.521	0.522	0.12	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD3	0.042	0.044	6.72	0.99998
STD4	0.104	0.104	0.52	
STD5	0.208	0.208	0.28	
STD6	0.521	0.518	0.67	
STD7	1.04	1.04	0.17	



編號	配製值 (mg)	計算值 (mg)	RPD%	r 值
STD4	0.104	0.105	0.83	0.99999
STD5	0.208	0.209	0.31	
STD6	0.521	0.518	0.54	
STD7	1.04	1.04	0.15	
STD8	1.56	1.56	0.01	

註：本檢量線為多段迴歸，共有 4 條檢量線

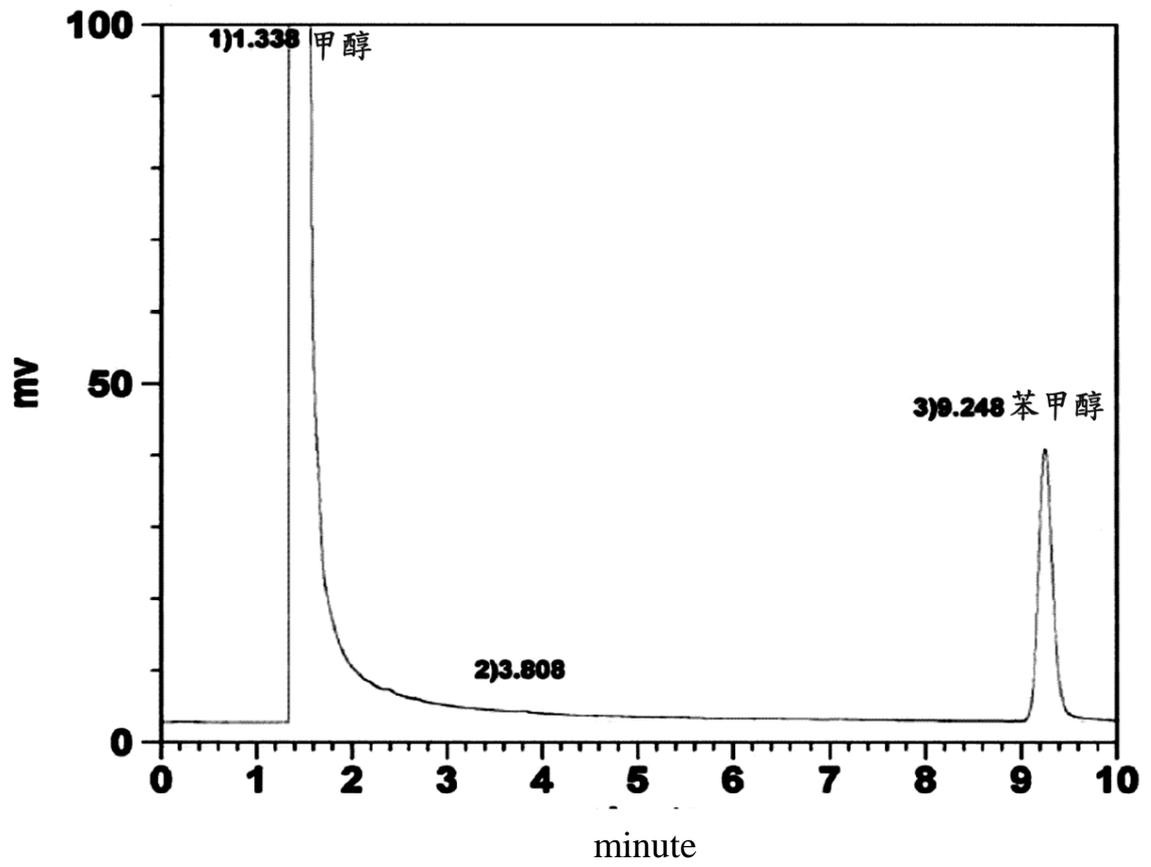


表 2 回收率 (或脫附效率)

	介質空白	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
	分析量 (mg)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)
1	0	0.261	0.244	93.6	0.521	0.496	95.1	1.04	0.975	93.6
2	0	0.261	0.240	92.1	0.521	0.493	94.7	1.04	0.996	95.5
3	0	0.261	0.242	93.0	0.521	0.487	93.4	1.04	0.990	95.0
4		0.261	0.243	93.2	0.521	0.489	93.9	1.04	0.989	94.9
5		0.261	0.242	93.1	0.521	0.494	94.8	1.04	0.987	94.8
6		0.261	0.238	91.5	0.521	0.478	91.7	1.04	0.974	93.5
平均值			0.242	92.7		0.489	93.9		0.985	94.6
標準偏差			0.0021			0.0067			0.0086	
變異係數			0.86%			1.36%			0.88%	

相當採樣體積 24 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 93.8%

分析變異係數 (CV<sub>a</sub>) = 1.06%

表 3 樣本儲存穩定性測試

樣本測試日	冷藏 (4 °C)						室溫 (27 °C)						備註
	$X_1$ (mg)	$X_2$ (mg)	$X_3$ (mg)	$\bar{X}$ (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	$X_1$ (mg)	$X_2$ (mg)	$X_3$ (mg)	$\bar{X}$ (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	
第 1 天	0.501	0.501	0.506	0.503	100	0.0031	0.500	0.509	0.500	0.503	100	0.0053	
第 7 天	0.488	0.471	0.502	0.487	96.8	0.0148	0.507	0.512	0.504	0.508	100.9	0.0040	
第 14 天	0.499	0.495	0.501	0.498	99.1	0.0028	0.490	0.493	0.492	0.492	97.8	0.0012	
第 21 天	0.482	0.499	0.504	0.495	98.4	0.0114	0.497	0.495	0.511	0.501	99.6	0.0087	
第 28 天	0.488	0.503	0.511	0.501	99.6	0.0119	0.506	0.525	0.519	0.517	102.8	0.0097	

1. 樣本添加量 ( $X_0$ ) = 0.521 mg，第 1 天測試回收率 ( $\bar{X} / X_0$ ) = 96.6%， $\geq 75\%$ 。
2. 第 7 天以後測試結果的平均值應在第 1 天測試平均值的 90~110%，否則停止測試，並以上回測試日為樣本穩定儲存天數，若 28 天仍穩定，則以 28 天為最長之可穩定儲存天數。測試數據應一併註明 4 °C 或室溫。

表 4 分析方法可量化最低量測試

1. 預估可量化最低量

a. 預估可量化最低量 0.016 mg，以此預估可量化最低量為下表第 1 次測試量。

2. 確認分析方法可量化最低量

測試	測試量 (mg)	$X_1$ (mg)	$X_2$ (mg)	$X_3$ (mg)	$\bar{X}$ (mg)	SD (mg)	CV (%)	$ \bar{X} - X_0  / X_0$ (%)
1	0.016	0.015	0.016	0.016	0.016	0.00025	1.61	0.25

a. 樣本前處理最終溶液體積 1 mL。

b. 測試樣本變異係數 (CV) 須  $\leq 7\%$ ，且測試平均值與添加量的差異 ( $|\bar{X} - X_0| / X_0$ ) 應  $\leq 20\%$ 。

c. 若測定結果變異係數  $\leq 7\%$ ，與配製值之差異  $\leq 20\%$ ，則以該檢量線最低濃度與溶劑體積之乘積為本方法之可量化最低量。

圖 1 採樣介質破出測試

1. 實驗條件

- a. 測試濃度  $10.4 \text{ ppm} = 46 \text{ mg/m}^3$  ( $\text{mg/m}^3 = \text{ppm} \times \text{MW}/24.45$ )，其中 MW 為分析物的分子量
- b. 最大採樣流率  $0.2 \text{ L/min}$
- c. 測試溫度  $30 \pm 3^\circ\text{C}$ ，相對濕度  $80 \pm 5\% \text{ RH}$ 。

2. 實驗結果

- a.  $C_{in}$ ：流入採樣介質樣品氣體或蒸氣濃度。
- b.  $C_{out}$ ：流出採樣介質樣品氣體或蒸氣濃度。
- c. 將  $C_{out}/C_{in}$  的比值對時間作圖。
- d. 當  $C_{out}/C_{in} = 0.05$  時，即為破出時間，而破出體積  $48 \text{ L} = \text{最大採樣流率 } 0.2 \text{ L/min} \times \text{破出時間 } 240 \text{ min}$ 。
- e. 最大採樣體積  $32 \text{ L} = 0.67 \times \text{破出體積 } 48 \text{ L}$ 。

