

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：1220 (等級A)	審查日期：97年6月11日
化合物中文名：乙酸異丙酯	化合物英文名：Isopropyl acetate
容許濃度	參考資料：NIOSH 1454 8/15/1994 [2]
勞委會：250 ppm [1]	
OSHA：250 ppm	分子式：CH <sub>3</sub> COOCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>
NIOSH：無建議值	
ACGIH：250 ppm；310 ppm (STEL)	分子量：102.14
(1 ppm = 4.18 mg/m <sup>3</sup> , @ NTP)	
基本物性：	別名：methyl isobutyl acetate
液態，密度 0.87 g/mL @ 20°C	CAS No.：108-21-4
沸點：89.4 °C	
蒸氣壓：6.33 kPa (47.5 mmHg) @ 20°C	RTECS No.：AI4930000
溶解度：可溶於許多有機溶劑中	

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：20~200 mL/min	分析物：乙酸異丙酯
採樣體積：最小：0.1 L @ 250 ppm	脫 附：1 mL二硫化碳，振盪30分鐘
最大：8.3 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，室溫	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：50°C (恒溫)
準 確 度 [2]	載流氣體：氮氣，16 mL/min
範圍：446~1870 mg/m <sup>3</sup> (8 L空氣樣本)	管柱：DB-WAX
偏差：1.1%	30 m × 0.53 mm (ID)，1 µm毛細管柱
總變異係數(CV <sub>T</sub> )：0.067	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
準確度：±9.4%	檢量線範圍：8.7 × 10 <sup>-3</sup> ~ 17.4 mg/mL
	可量化最低量：8.7 × 10 <sup>-3</sup> mg/sample
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：2.47 %

適用範圍[2]：本方法是以8 L的空氣為樣本時，有效分析範圍1.5~450 ppm(6~1870 mg/m<sup>3</sup>)。

干擾[2]：未確認。

安全衛生注意事項[2]：二硫化碳(閃火點=-30°C)是非常易燃的有毒液體。因此，在使用時，必須是在排煙櫃中進行。

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：乙酸異丙酯 (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「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：20~200 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  $\mu$ L到50  $\mu$ 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 個人採樣泵連結活性碳管，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20~200 mL/min。應採集的空氣體積約0.1 ~ 8.3 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

## 4. 脫附效率測定及樣本脫附

### 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 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳管，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針筒取適量的脫附效率儲備液，直接注入前段的活性碳管上。添加量為 1.74~6.96 mg/sample。
- 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，前段之活性碳管倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲基醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳管倒入另一個 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  $8.7 \times 10^{-3} \sim 17.4 \text{ mg/mL}$ 。(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 以波峰面積對分析物的濃度，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

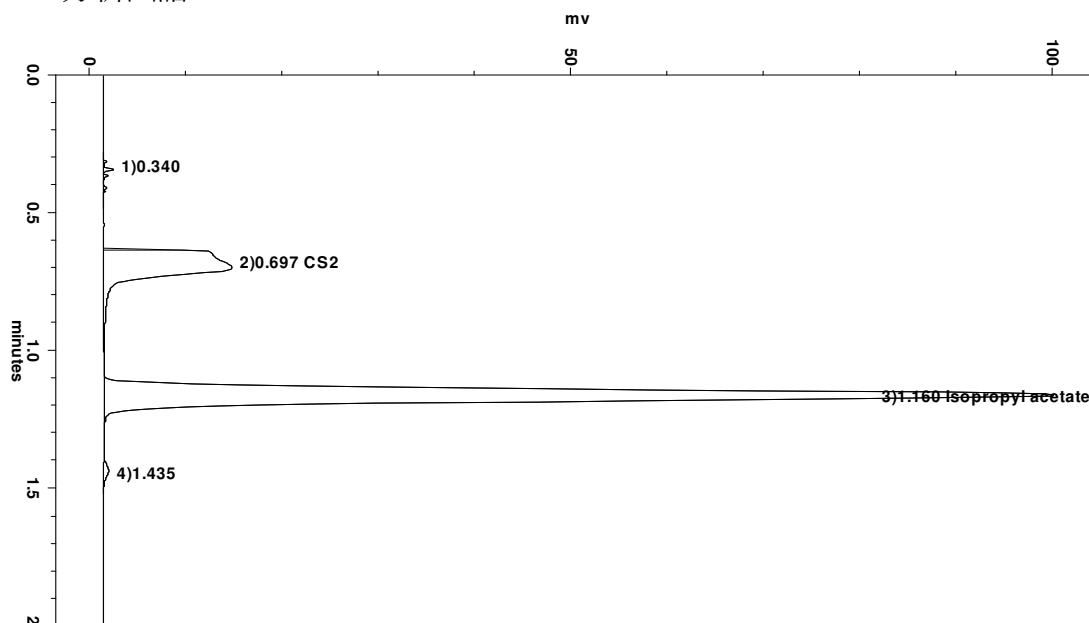
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	DB-WAX	
	30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	16	
分流比	不分流	
溫度(°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管柱	50 (恒溫)	

註：以SHIMADZU GC-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

化合物	滯留時間 (分鐘)
二硫化碳	0.697
乙酸異丙酯	1.160

### 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 (%)
乙酸異丙酯	250	1.67 ~ 6.66	1.74~6.96	102	2.47

\* 採樣介質為SKC 226-01 (100 mg/50 mg) 活性碳管

\*\*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，取約3 µL溶劑後，吸入約0.2 µL空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1 µL樣本後，在空氣中後退約1.2 µL，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔0.9~1.1 µL實際取樣量。

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<sup>3</sup>)

V：採集氣體體積 (L)

W<sub>f</sub>：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

W<sub>b</sub>：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

B<sub>f</sub>：現場空白樣本前段的平均質量 (mg)

B<sub>b</sub>：現場空白樣本後段的平均質量 (mg)

註：如(W<sub>b</sub>) > (W<sub>f</sub>/10)即表破出，樣本可能有損失。

## 8. 方法驗證

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14A)	GC/FID (AGILENT GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	50 (恒溫)	60 (恒溫)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	40
氮氣	16	4
分流比	不分流	不分流
管柱	DB-WAX 30 m(長)×0.53 mm(內徑)，管內 膜厚1 μm	DB-WAX 60 m(長)×0.25 mm(內徑)，管內膜 厚0.25 μm
檢量線範圍	$8.7 \times 10^{-3} \sim 17.4 \text{ mg/mL}$	$8.7 \times 10^{-3} \sim 21.8 \text{ mg/mL}$
線性相關係數	0.99997	0.99974
平均脫附效率	102 %	100 %
CV <sub>a</sub>	2.47 %	0.98 %
滯留時間	1.160 min	4.101 min

## 9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射驅動法 (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；乙酸異丙酯測試濃度為502 ppm，採樣流率為100 mL/min，經125分鐘後，出現破出現象產生，故建議最大採樣體積為8.3 L。

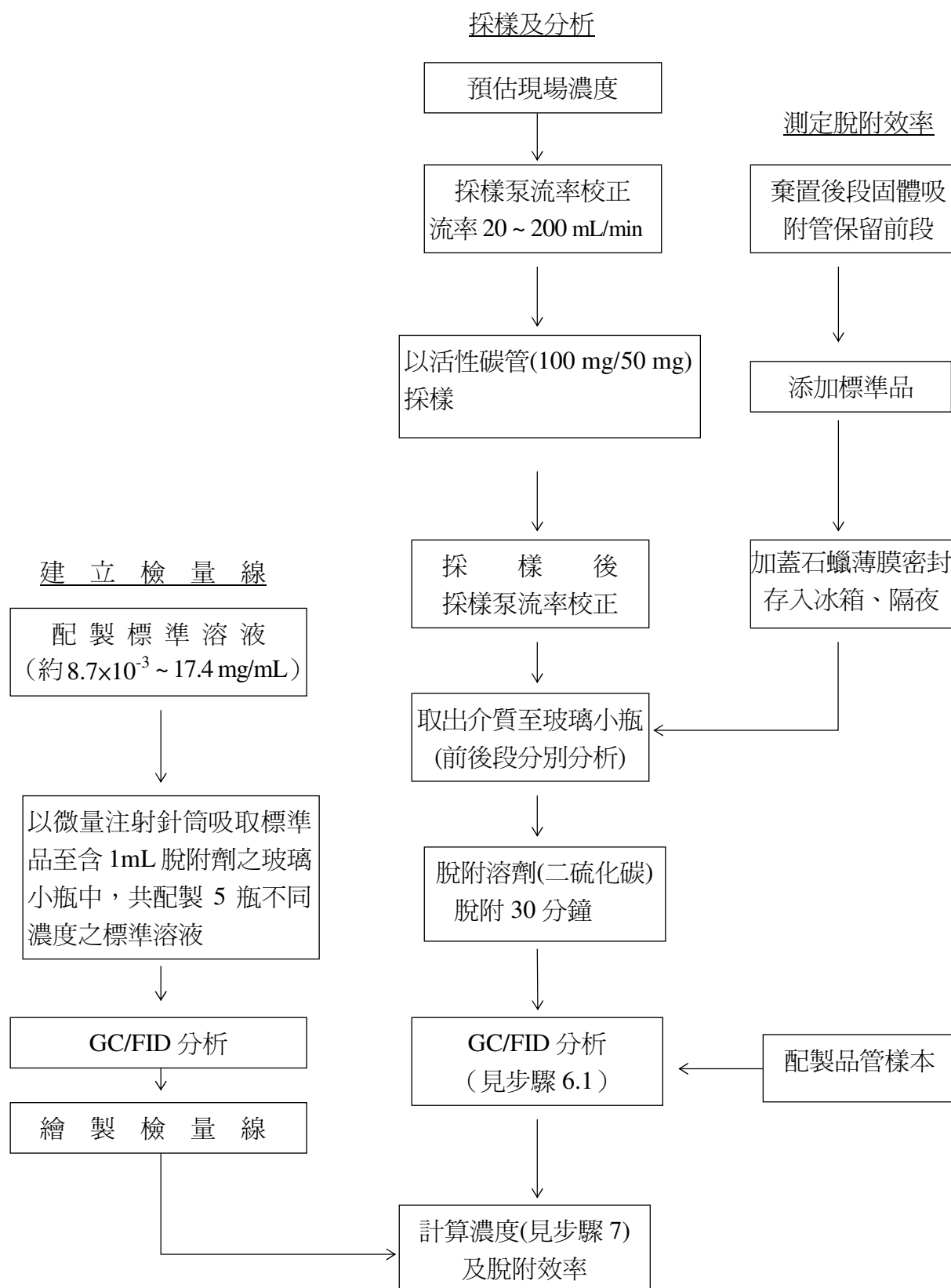
## 10. 樣本貯放穩定性測試

添加3.48mg乙酸異丙酯於採樣管，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98%，14天回收率為98%，21天回收率為94%，28天回收率為90%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為99%，14天回收率為98%，21天回收率為96%，28天回收率為96%，見表2。

## 11. 參考文獻

- [1] 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。
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1454, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 1994.
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物標準分析方法建議方法通則篇，行政院勞工委員會，中華民國84年12月。

附註 1 採樣分析流程圖





附註2 所參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法是參照NIOSH第四版分析方法1454而成。
2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二硫化碳。

注射量：5  $\mu$ L

溫度 — 注入口：225°C

— 偵檢器：250°C

— 管 柱：60°C (恒溫)

載流氣體：氮氣，30 mL/min

管 柱：不銹鋼管柱，10 ft  $\times$  1/8 inch，5% FFAP填充100/120 mesh Supelcoport。

標準樣本：乙酸異丙酯標準液體溶於二硫化碳。

測試範圍：0.05~15 mg/sample

平均精密度( $\bar{S}_r$ )：0.007 (3.6~15 mg/sample)

預估偵測極限：0.01 mg/sample

表1 乙酸異丙酯脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：1.74 mg		添加量：3.48 mg		添加量：6.96 mg	
		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	1.76	101	3.69	106	7.11	102
2	0	1.67	96	3.64	105	6.98	100
3	0	1.87	107	3.59	103	6.99	100
4	0	1.76	101	3.55	102	6.99	100
5	0	1.80	103	3.62	104	6.99	100
6	0	1.82	105	3.51	101	7.03	101
平均脫附效率(%)			102	103		101	
變異係數(%)			3.81	1.79		0.71	

三個添加量的平均脫附效率：102%

分析變異係數：2.47%

表2 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	3.48	100	3.48	100
7	3	3.43	99	3.40	98
14	3	3.41	98	3.42	98
21	3	3.35	96	3.28	94
28	3	3.35	96	3.14	90

\* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

\* 乙酸異丙酯添加量 3.48 mg