

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1008	等級：A	編輯日期：95年11月9日
丙烯酸縮水甘油醚	allyl glycidyl ether (AGE)	07/31/2000
容許濃度	參考資料：NIOSH 2545 8/15/1994 [1]	
勞委會：5 ppm (高) [2]	分子式：CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> OCH <sub>2</sub> CH(O)CH <sub>2</sub>	
OSHA：10 ppm(ceiling)	分子量：114.14	
NIOSH：5 ppm(STEL) 10 ppm(skin)	別名：1-allyloxy-2,3-epoxypropane;	
ACGIH：5 ppm(STEL) 10 ppm(skin)	((2-propenyloxy)methyl)oxirane;	
(1 ppm = 4.67 mg/m <sup>3</sup> , @ NTP)	CAS No.：106-92-3	
基本物性：	RTECS No.：RR0875000	
液態：密度0.970g/mL@20°C		
沸點：154 °C		
熔點：		
蒸氣壓：0.63 kPa (4.7 mmHg 0.62% ) @ 25°C		

採 樣	分 析
採樣介質：Tenax GC (100 mg/50 mg)固體吸附管	方 法：GC/FID
流 率：10~200 mL/min	分析物：丙烯酸縮水甘油醚
採樣體積：最小：1.5 L@5ppm	脫 附：1 ml 乙醚，振盪30分鐘
最大：32 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：65°C(恒溫)
	載流氣體：氮氣，16.5 mL/min
準 確 度 [1]	管柱：Supelco wax 10
範圍：19~87 mg/m <sup>3</sup> (3 L 空氣樣本)	30 m × 0.53 mm (ID),1 μm
偏差：-1.3%	標準樣本：分析物溶於乙醚中
整體精密度( $\bar{S}_{RT}$ )：0.057	檢量線範圍：0.0014 ~ 0.797 mg/mL
準確度：±12.5%	可量化最低量：0.0014 mg/sample
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：3.08 %

適用範圍[1]：以3 L的空氣為樣品時，本方法測試範圍從2~20 ppm (10~100 mg/m<sup>3</sup>)。

干擾[1]：未研究。

安全衛生注意事項[1]：丙烯酸縮水甘油醚(閃火點57°C)為易燃物，對皮膚會產生刺激，對眼睛造成嚴重刺激。乙醚是非常易燃且具爆炸危害的物質(閃火點-45°C)，在儲存時容易產生過氧化物。因此，在使用這些物質作業時，必須是在排煙櫃中進行。

註：本方法標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

## 1. 試藥

- 1.1 脫附劑：乙醚（分析級）。
- 1.2 分析物：丙烯基縮水甘油醚(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：採樣管，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：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  $\mu$ 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 個人採樣泵連結採樣管，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10~200 mL/min。應採集的空氣體積約1.5 ~ 32 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 將採樣管兩端切開，倒出後段Tenax GC，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針筒取適量的儲備液，直接注入採樣管的前段。添加量為0.058~0.233 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 打開採樣管的塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，將前段的Tenax GC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，後段的Tenax GC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，立即進行分析。

## 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 以注射針筒將已知量儲備液直接注入含有1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.015 ~ 0.582 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「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

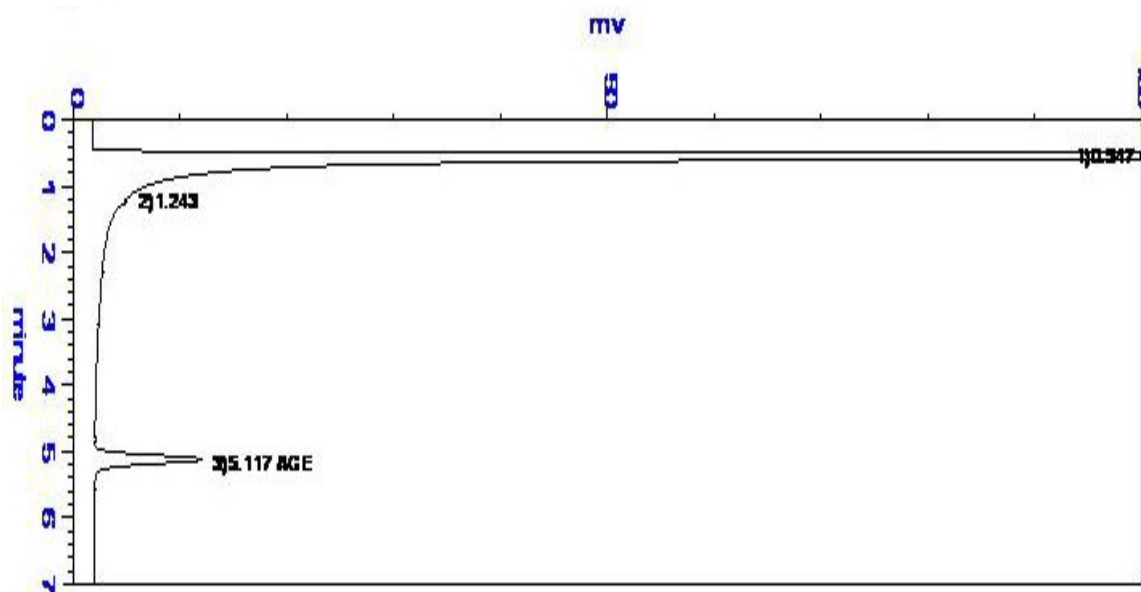
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	Supelco wax 10 (或 DB-WAX) 30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	16.5
分流比	不分流
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	65(恒溫)

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)
乙醚	0.55
丙烯基縮水甘油醚	5.12

### 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 (%)
丙烯酸縮 水甘油醚	5	2.5 ~ 10	0.058 ~ 0.233	103	3.08

\* 採樣介質為SKC Tenax GC 226-35-01(100 mg/50 mg)固體吸附管

\*\*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  $\mu$ L 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取約3  $\mu$ L溶劑後，吸入約0.2  $\mu$ L 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1  $\mu$ L 樣本後，在空氣中後退約1.2  $\mu$ L，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  $\mu$ L實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以乙醚稀釋後再分析，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<sup>3</sup>)

V：採集氣體體積 (L)

W<sub>f</sub>：採樣管前段所含分析物之質量 (mg)

W<sub>b</sub>：採樣管後段所含分析物之質量 (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-14B)	GC/FID (HP 6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230 °C
偵檢器	250	250 °C
管柱	65 (恒溫)	65 °C(恒溫)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	40
氮氣	16.5	6.5
分流比	不分流	不分流
管柱	Supelco wax 10 30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm	DB-WAX 30 m × 0.32 mm(ID), 0.25 μm
檢量線範圍	0.015 ~ 0.582 mg/mL	0.0014~0.797 mg/mL
線性相關係數	0.9997	0.9999
平均脫附效率	103%	98.9%
CV <sub>a</sub>	3.08%	1.42%
滯留時間	5.12 min	11.6 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；丙烯酸縮水甘油醚測試濃度為10.2 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32L。

## 10. 樣本貯放穩定性測試

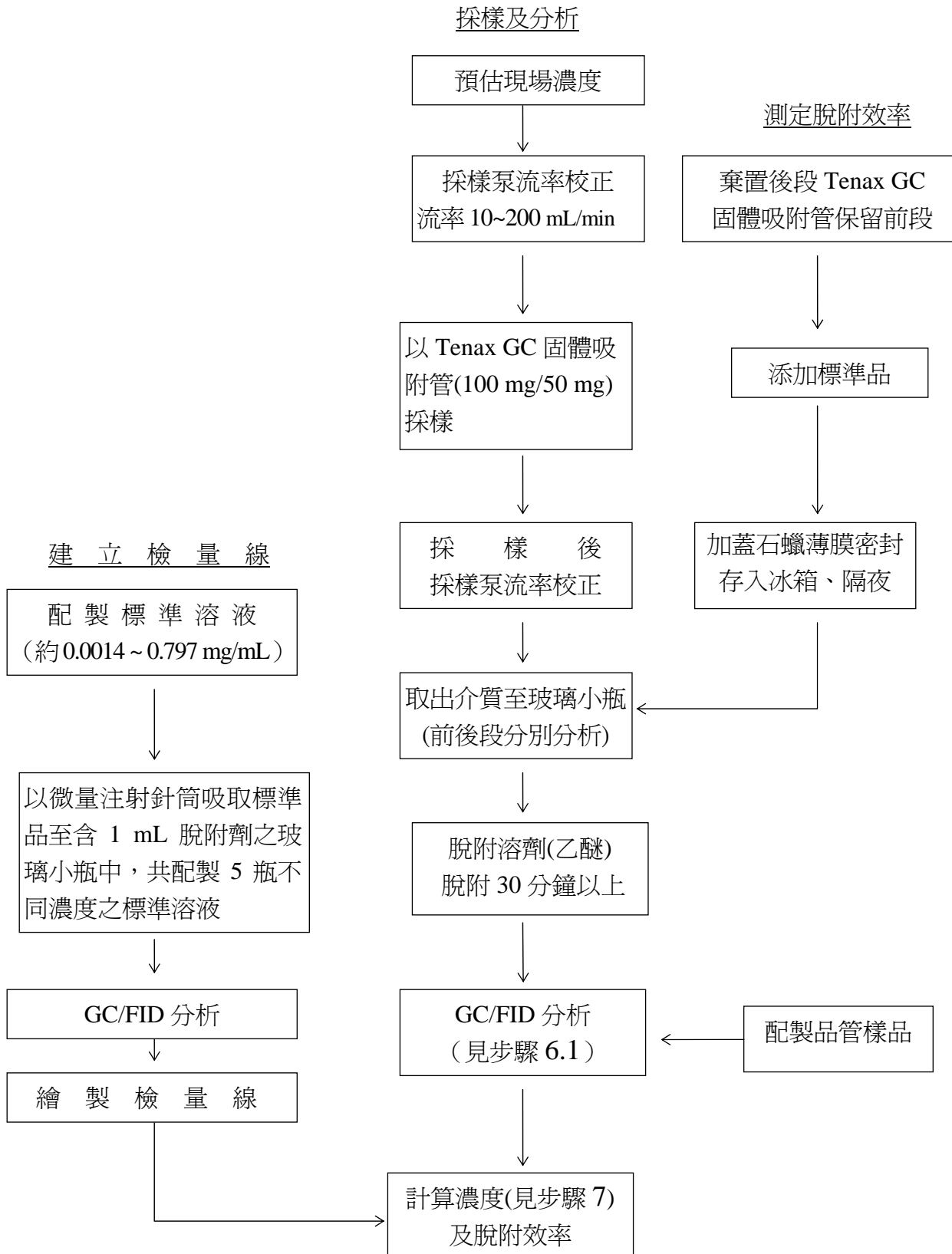
添加0.116 mg丙烯酸縮水甘油醚於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為102%，14天回收率為98.3%，21天回收率為99.1%，28天回收率為97.4%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率

爲104%，14天回收率爲101%，21天回收率爲102%，28天回收率爲105%，見表二。

## 11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 2545, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 1994.
- [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] 作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇，行政院勞工委員會，民國80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NIOSH第一版分析方法2545而成。
2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：2 mL 乙醚，放置30分鐘。

注射量：5  $\mu$ L

溫度 — 注入口：200°C

— 偵檢器：280°C

— 管 柱：150°C

載流氣體：氮氣，30 mL/min

管 柱：不銹鋼管柱，6.1 m $\times$ 3.2 mm(ID)，10% FFAP填充100/120 mesh Supelco port。

標準樣本：丙烯酸縮水甘油醚標準液體溶於乙醚。

測試範圍：30 ~ 300  $\mu$ g/sample

平均精密度( $\bar{S}_r$ )：0.034

預估偵測極限：10  $\mu$ g/sample

表一 丙烯基縮水甘油醚脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量：0.0582 mg		添加量：0.116 mg		添加量：0.233 mg		
	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	
	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	
1	0	0.058	100	0.123	106	0.239	103
2	0	0.062	107	0.120	103	0.239	103
3	0	0.059	102	0.124	107	0.233	100
4	0	0.055	94.8	0.120	103	0.239	103
5	0	0.057	98.3	0.126	109	0.239	103
6	0	0.062	107	0.120	103	0.232	99.6
平均脫附效率(%)			101		105		102
變異係數(%)			4.74		2.01		1.42

三個添加量的平均脫附效率：103%

分析變異係數：3.08%

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(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	0.116	100	0.116	100
7	3	0.121	104	0.118	102
14	3	0.117	101	0.114	98.3
21	3	0.117	102	0.115	99.1
28	3	0.122	105	0.113	97.4

\* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率

\* 丙烯酸縮水甘油醚添加量 0.116 mg