

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA1904

醇類(I)

Alcohols(I)

容許濃度：如表 1
基本物性：如表 2

參考資料：NIOSH 1400 8/15/94

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管（100mg/50mg） 流率：10-200 mL/min 採樣體積：如表 3 樣品運送：例行性 樣品穩定性：15 天 25 °C 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		方法：GC/FID 分析物：乙醇和異丙醇 脫附：1 mL 二硫化碳CS ₂ （含5%丁醇）助脫附劑，及可含0.1%乙苯內標定品），放置30分鐘以上 注射量：1 μL 溫度 - 注入口：200°C - 偵測器：250°C - 管 柱：10°C 60°C——150°C (2分) (5分) 載流氣體：氮氣，2.7 mL/min 管 柱：HP-FFAP, 25 mx0.2 mm ID 標準樣品：分析物溶於添加內標準品之脫附劑 檢量線範圍：見表3 可量化最低濃度：見表 3 分析變異係數（CVa）：見步驟6.3	
準 確 度 [1]			
範圍：表 4 偏差：不顯著 總變異係數(CVT)：見表 4 準確度：14%			
適用範圍：此方法利用採樣吸附和藉著GC分析條件的設定可同時測定二種或二種以上的分析物。			
干 擾：高濕度會降低採樣量，本方法亦可用其他的管柱，如：不銹鋼管 3mx 3mm 填充 10% FFAP on Chromosorb W-AW；或其餘管柱若有相等或更佳的解析度（如毛細管柱）亦可使用。在採樣時活性碳管中，不易揮發的物質可能取代較易揮發的物質致採樣發生偏差。			
安全衛生注意事項：CS ₂ 有毒，易燃，（閃火點=-30°C）。準備樣品及標準品時，應在通風良好的氣櫃（hood）中進行。			

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：二硫化碳（CS₂）層析級，含5%（v/v）丁醇助脫附劑及可含 0.1 %（v/v）乙苯或其他合適之內標定物。
- 1.2 分析物：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），見通則之採樣。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 10~ 200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器（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 1 mL定量吸管和吸球。
- 2.6 5,10, 25,100 μL之注射針筒。
- 2.7 10 mL的量瓶。
- 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。採樣泵流率是介於 10~ 200 mL/min，應採樣的空氣體積約如表 3。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）加封。

4. 脫附效率測定與樣品脫附

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。添加量為步驟 6.3 脫附濃度。
- 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30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 0.1~1.6 mg/mL。
(註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)
- 5.1.3 將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	GC/FID	
管柱	HP-FFAP, 25m× 0.2mm ID	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	2.7	
溫度 (°C)		
注入口	200	
偵檢器	250	
管柱	10°C /分	
	60°C	150°C
	(22分)	(5分)

註：以HP5890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（分鐘）
二硫化碳（CS ₂ ）	13.4
異丙醇（2-propanol）	20.5
乙醇（ethanol）	21.2
2-丁醇（2-butanol）	27.0
乙苯（ethylbenzene）	34.0

*乙苯為內標定物。

6.3 脫附效率 *

化 合 物	容許濃度		相當採樣 體 積 (L)	脫附濃度 (μ g/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
	(ppm)	**				
乙 醇	1000	0.1-0.4	0.15-0.63	94.1	2.5	
異 丙 醇	400	0.2-0.8	0.15-0.62	96.9	2.2	

* 採樣介質為SKC批號226-01 lot 120 活性碳。

** 勞委會民國74年4月之標準。

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）10μL 之注射針筒先以溶劑（CS₂）沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μL溶劑後，吸入 0.2 μL空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 μL樣品後，在空氣中後退 1.2 μL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔 1.9~1.2 μL。

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)

W_f：前段活性碳管所含之分析物質量(mg)

W_b：後段活性碳管所含之分析物質量(mg)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b)(W_f/10)即表破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 1 *	測 試 2 *
儀 器	GC/FID (Shimadzu-14A)	GC/FID (HP5890)
溫度 注入口 偵檢器 管 柱	200°C 250°C 40°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{分}}$ 60°C (4分) (5分)	200°C 250°C 35°C $\xrightarrow{7^\circ\text{C}/\text{分}}$ 80°C (0分) (2分)
流率(mL/min) 空氣 氫氣 氮氣	300 30 6.7	20psi 20psi 20.69 mL/min
管柱	fused silica WCOT, DB-WAX 30m x 0.53mm ID	10 %SP-100 (1% H3PO4) Chromosorb WAW 2m x 1/8

*內標定物為乙苯

在本實驗證條件下無法同時將乙醇及異丙醇分離，故是將乙醇、異丙醇分別驗證，若要將二者同時分開則可能需使用 HP-FFAP管柱。

8.1 脫附效率及CVa值

化合物 方法	乙醇		異丙醇	
	脫附效率	CVa	脫附效率	CVa
測試 1*	94.1%	2.5%	98.8%	1.9%
測試 2*	93.7%	2.6%	99.1%	1.2%

* 內標物為乙苯

9. 高濕環境破出與樣品貯放穩定性測試

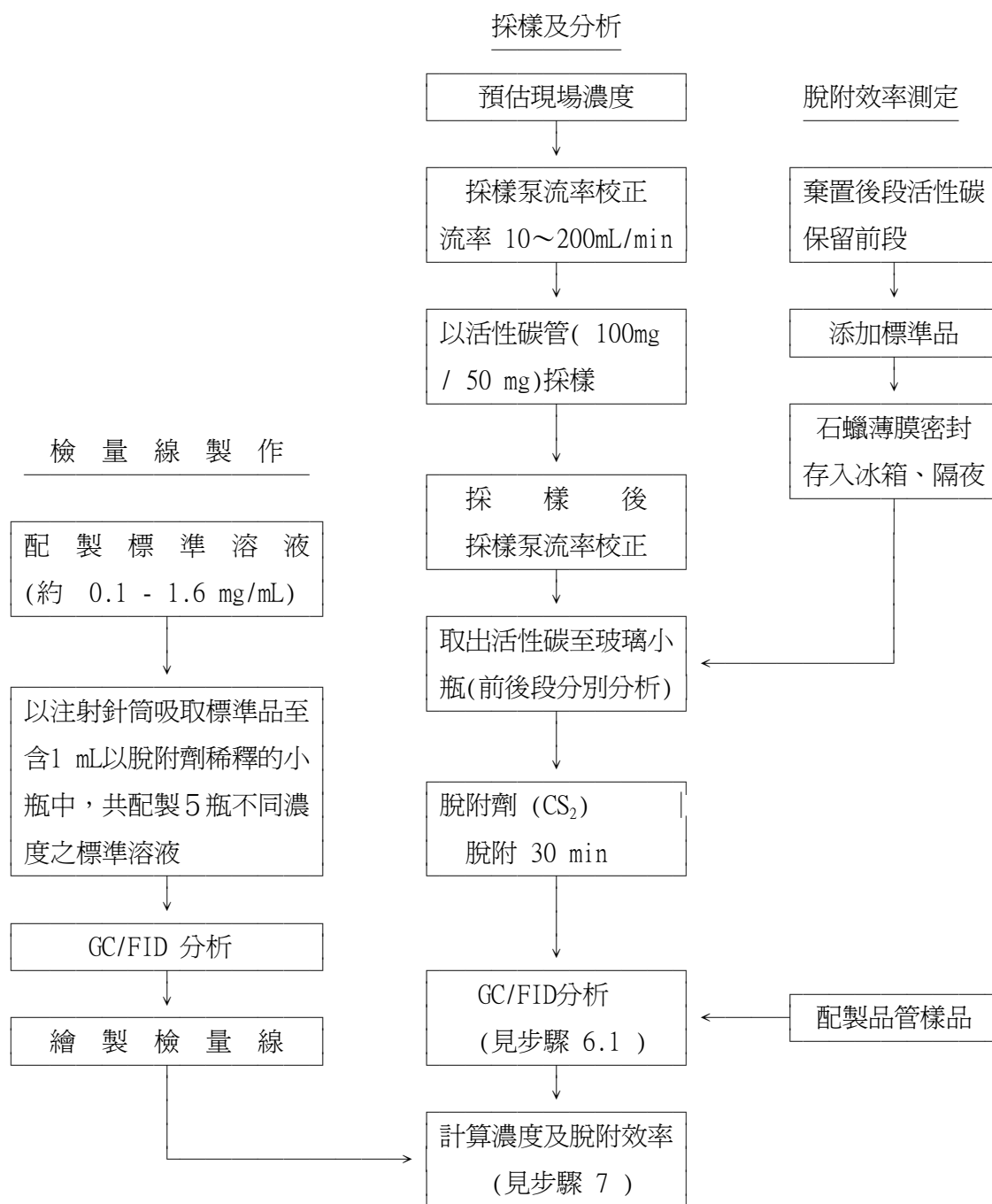
以注射針筒驅動式(syringe drive method)產生標準氣體，並於 30°C，80%相對濕度(RH)高濕環境進行採樣測試，乙醇於2055 ppm，採樣流率80mL/min下採樣，50分鐘時有5%破出(breakthrough)，其建議破出體積為 2.7L，異丙醇於 772 ppm，採樣流率 180mL/min下採集62.5分鐘時，有5%破出，其建議破出體積為 7.5L，實驗顯示，在高濕環境(80% RH)下採集後，將樣品冷藏貯存，則在貯放15天後樣品之回收率乙醇達93%，異丙醇仍達95%。

10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1904, 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84年6月。
- [3] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (NIOSH) Publication No 77-1, 1977.
- [4] White, L.D., et al., "A Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere

- , " Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 31:225, 1970.
- [5]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd.ed., V. 3, S56, S65 S63
U.S.Department of Health, Education, and Welfare, Public (NIOSH)
77-157-B (1977).
- [6]User Check, UBT, NIOSH Sequence #3990-S (unpublished, November
3, 1983).

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 1400分析方法而成。
2. 儀器分析條件：
 - 方 法：GC/FID
 - 脫 附： 1 mLCS₂ (含助脫附劑 1% (v/v) 2-丁醇、內標物 0.1%)

(v/v) 正己烷或 0.1% (v/v) 乙苯；放置30分鐘。

注射量：5 μ L

溫度—注入口：200°C

—偵測器：250°C

—管 柱：65°C

管 柱：玻璃管柱 0.2% Carbowax 1500 on 60/80 Carbowax,
2m $\times$ 4mmID。

標準樣品：分析物溶於含內標物之CS₂

範 圍：見表4

可量化最低濃度：見表4

分析變異係數 (CVa)：0.01 mg/mL

表1 醇類 (I) 之容許濃度

化合物	勞委會 (ppm)	NIOSH (ppm)	OSHA (ppm)	ACGIH (ppm)	mg/M ³ =1 ppm@NTP
乙 醇 (ethyl alcohol)	1000	1000	1000	1000	1.883
異丙醇 (isopropyl alcohol)	400	400 500(STEL)	400	400 500(STEL)	2.46

表2 醇類 (I) 之基本物性

化合物/ CAS No.1 RTEC No.1 別 名	零 度 20°C (g/mL)	沸 點 (°C)	蒸氣壓 20°C kPa (mmHg)
乙 醇/ 64-17-5/ KQ6300000/ ethanol/ 異丙醇/ 67-63-01 NT 8050000/ 2-propanol	0.789 0.785	78.5 82.4	5.6 (42) 4.4 (33)

表3 醇類 (I) 採樣、分析基本資料

化合物	採樣體積 最小 最大 (L) (L)		檢量線範圍 (mg/mL)	可量化最低濃度 (mg/mL)
乙 醇	0.1	2.7	0.1-1.6	0.1
異丙醇	0.2	7.5	0.1-1.6	0.1

表 4 NIOSH 1400分析方法資料

化合物	總變異係數 (CV _T)	回收率(%)	測試範圍		乾燥空氣中 破出量 @2× PEL	平均 脫附效率	分析變異係數 (CV _a)
			mg/M ³	mg/樣品			
乙醇	6.5%	103.6	900~3300	1~ 4	1.6L	79%	2.7%
異丙醇	6.4%	96.7	505~1890	1~ 5	6.0L	93%	3.2%

乙醇：方法S56（NIOSH第二版），異丙醇：方法S65（NIOSH第二版）[5]。