

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號： TOSHA11168r0 (等級 A)

審查日期： 99 年 5 月 10 日

醋酸乙酯

Vinyl acetate

容許濃度

參考資料： NIOSH 1453 8/15/1994 [1]

勞委會 :10 ppm

分子式： $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{CHCH}_2$, $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2$

OSHA :無

分子量： 86.09

NIOSH : C 4 ppm/15 min

別名： acetic acid,vinyl ester ; acetic acid,ethenyl

ACGIH : TWA 10 ppm ; STEL 15 ppm

ester ; vinyl A monomer,ethylene ethanoate ;

(1ppm=3.52 mg/m³ @ NTP)

1-acetoxyethylene ; ethenyl acetate ; vinyl acetate

基本物性：

monomer ; vinyl ethanoate

液態，密度 0.934 g/mL @ 20°C

沸點： 72.7 °C

CAS No. : 108-05-4

蒸氣壓： 11.1 kPa (83 mmHg ,1.2%) @ 20°C

蒸氣密度(空氣 = 1) : 3.0

RTECS No. : AK0875000

採	樣	分	析
採樣介質：固體吸附管(碳分子篩， 160 mg/80 mg)		儀 器：GC/FID	
流 率：50~200 mL/min		分析物：vinyl acetate	
採樣體積：最小：0.085 L @ 10 ppm 最大：32 L		脫附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5，v/v)，放置 30 分，偶爾輕微搖動	
樣本運送：例行性		注射量：1 µL	
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：35 °C(恒溫)	
		載流氣體：氮氣，14 mL/min	
		管柱：RTX624	
		30 m × 0.53 mm ID，3 µm 毛細管柱	
		標準樣本：分析物溶於二氯甲烷/甲醇(95/5)中	
		檢量線範圍：0.004~1.87 mg/mL	
		可量化最低量：0.004 mg/樣本	
		分析變異係數(CV _a)：1.31%	
準 確 度 [*]			
範 圍：7.8~29.6 mg/m ³			
偏 差：未確認			
總變異係數(CV _T)：未確認			
準確度(overall accuracy)：未確認			

適用範圍[1]：本方法是以 10 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍在 0.085~247 ppm(0.3 ~ 870 mg/m³)。本方法針對 Ceiling 值之測定有足夠的靈敏度。

干 擾[1]：醋酸乙酯會因不穩定或抑制劑的耗盡而產生聚合，與醋酸乙酯同時採集到之物質會產生干擾，例如，酸、鹼及自由基引發劑等物質，在採樣時或採樣後皆會與醋酸乙酯反應。

安全衛生注意事項[1]：醋酸乙烯酯會刺激眼睛、鼻子及喉嚨。二氯甲烷具刺激性，可經由皮膚吸收，疑似致癌物，甲醇為有毒的易燃液體。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：二氯甲烷(分析級)。
- 1.2 脫附劑：甲醇(分析級)。
- 1.3 分析物：醋酸乙烯酯(分析級)。
- 1.4 氮氣。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：固體吸附管(160 mg / 80 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 50 ~ 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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結固體吸附管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣。
- 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 0.085~32 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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之脫附效率。
- 4.1.2 將固體吸附管兩端切開，倒出後段的碳分子篩，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的碳分子篩上。添加量為

0.187~0.747 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 打開固體吸附管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之碳分子篩倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之碳分子篩倒入另一個 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「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。

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 0.004~1.87 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

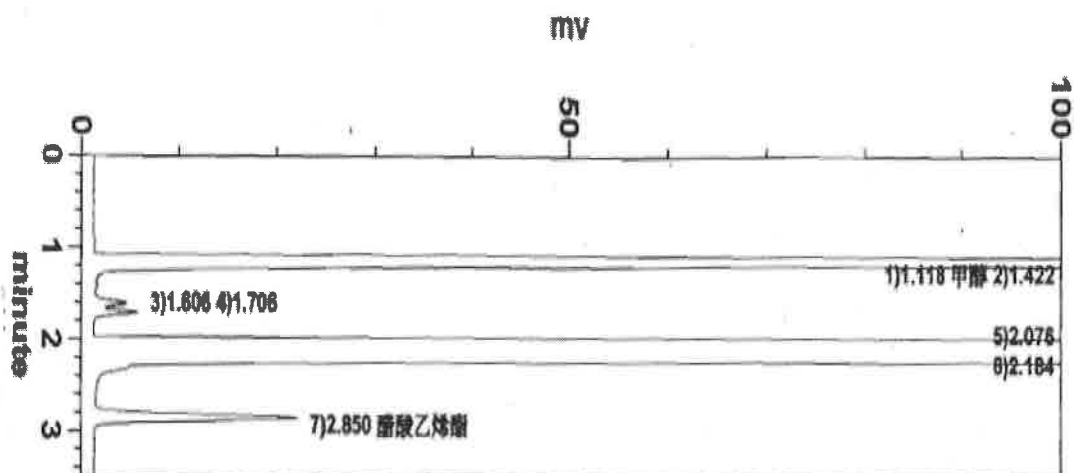
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	RTX-624 30 m×0.53 mm ID , 1 μm	
流率(mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	14	
溫度(°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管 柱	35(恒溫)	

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(retention time)

化合物	滯留時間 (分)
甲醇	1.12
二氯甲烷	2.08
醋酸乙烯酯	2.85

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/樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CV _a (%)
醋酸乙烯酯	10	5.3~21.2	0.187~0.747	104.8	1.31

* 採樣介質為 Supelco ORBO-92(160 mg / 80 mg) 固體吸附管(Lot SU00144)。

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注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μL 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度×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 / m³)

V : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前段固體吸附管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段固體吸附管所含分析物之質量(mg)

B_f : 現場空白樣本前段的算術平均質量(mg)

B₀：現場空白樣本後段的算術平均質量(mg)

註：如(W₀)> (W_i/10)即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14B)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	230	280
偵測器	250	270
管 柱	35(恒溫)	35(恒溫)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	34
氮氣	14	10
管柱	RTX-624,30 m×0.53 mm ID, 1 μm	SPB-424,30 m× 0.53 mm ID, 3 μm
檢量線範圍(mg/mL)	0.004~1.87	0.004~2.74
線性相關係數	0.999 ^{**}	0.999
平均脫附效率(%)	104.8 [*]	96.9
CV _a (%)	1.31 [*]	3.03
滯留時間(分)	2.85	3.46

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有4條檢量線，r 值分別為0.999，0.999，0.999

及0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

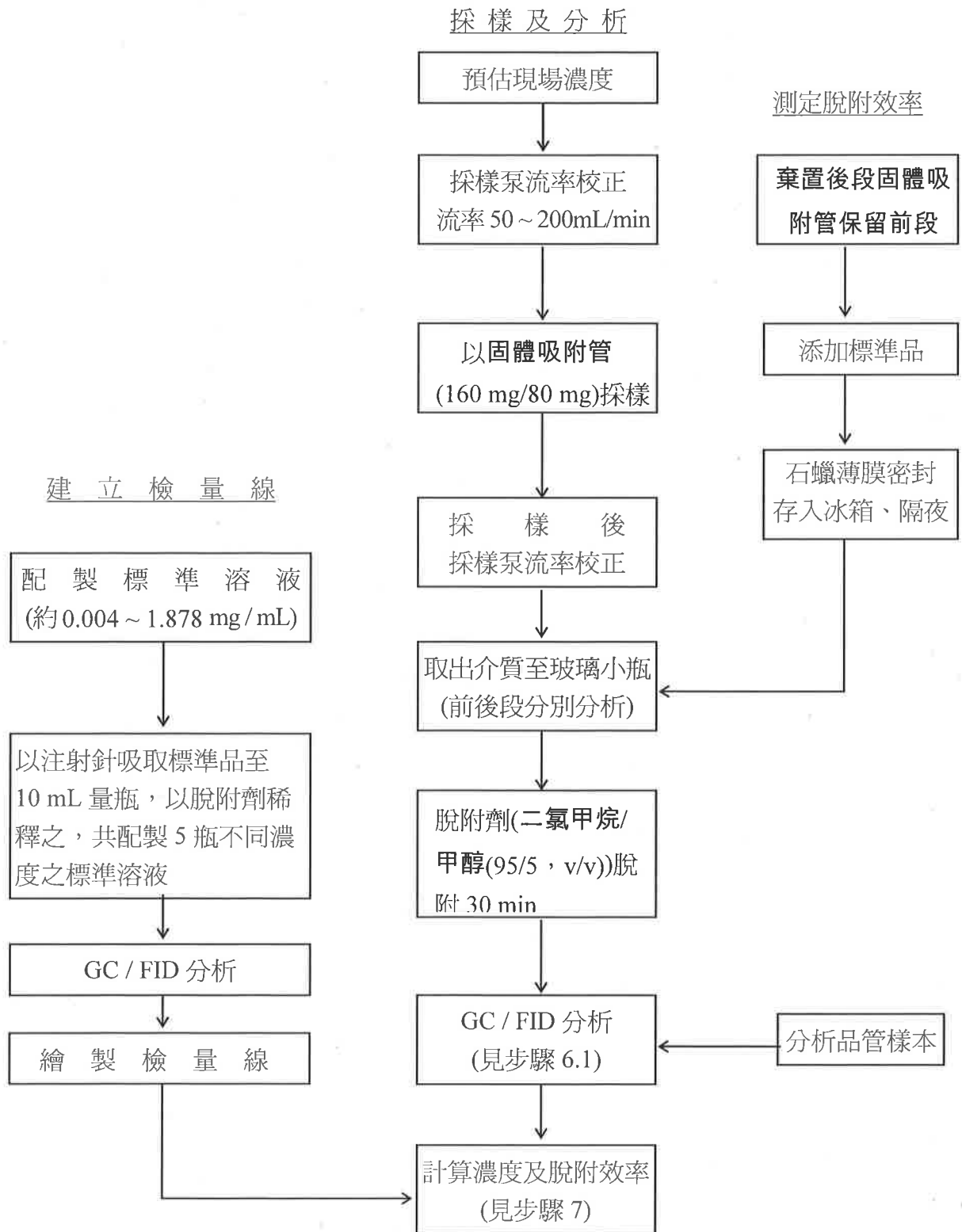
本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 $30 \pm 3^\circ\text{C}$ ， $80 \pm 5\%$ RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；醋酸乙烯酯測試濃度為 20.3 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 240 分鐘後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 97.2 %，14 天相對回收率為 94.8 %，21 天相對回收率為 95.7 %，28 天相對回收率為 92.0 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 102.1 %，14 天相對回收率為 96.9 %，21 天相對回收率為 98.9 %，28 天相對回收率為 97.4 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 2。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1453, 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 99 年 1 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 91 年 10 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 第四版分析方法 1453 而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5，v/v)，放置 30 分

注射量：1 μ L

溫 度-注入口：210°C

-偵檢器：260°C

-管 柱： 10 °C / min

35 °C (5 min)————→ 50 °C (1 min)

管 柱：毛細管柱，30 m×0.32 mm ID，管內膜厚 1 μ m，

5 % (phenyl)-methylpolysiloxane 或同性質管柱。

標準樣本：醋酸乙烯酯溶於二氯甲烷/甲醇。

測試範圍：0.003~8.7 mg /樣本

估計偵測極限：0.001 mg /樣本

分析變異係數(CV_a)：1.8 %

表 1 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)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)
1	0	0.187	109.6	0.205	0.374	105.9	0.395	0.747	103.1	0.770	103.1	
2	0	0.187	108.1	0.202	0.374	104.8	0.392	0.747	103.3	0.772	103.3	
3	0	0.187	105.0	0.196	0.374	102.8	0.384	0.747	102.6	0.767	102.6	
4		0.187	105.1	0.196	0.374	102.9	0.385	0.747	104.3	0.779	104.3	
5		0.187	108.2	0.202	0.374	105.1	0.393	0.747	102.4	0.765	102.4	
6		0.187	108.2	0.202	0.374	103.8	0.388	0.747	102.0	0.762	102.0	
平均值			107.4	0.201		104.2	0.389		103.0	0.769	103.0	
標準偏差				0.0035			0.0047			0.0060		
變異係數				1.78			1.20			0.78		

相當採樣體積 10 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=104.8 %

分析變異係數(CV_a)=1.31 %

表 2 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 (%)
第 1 天	0.365	0.370	0.371	0.369	100	0.003	0.362	0.369	0.370	0.367	100	0.004
第 7 天	0.368	0.372	0.390	0.377	102.1	0.012	0.355	0.357	0.358	0.357	97.2	0.002
第 14 天	0.369	0.351	0.354	0.358	96.9	0.010	0.351	0.352	0.341	0.348	94.8	0.006
第 21 天	0.359	0.368	0.368	0.365	98.9	0.005	0.347	0.356	0.350	0.351	95.7	0.004
第 28 天	0.357	0.356	0.365	0.359	97.4	0.005	0.339	0.342	0.331	0.337	92.0	0.006

1. 樣本添加量(X_0) = 0.374 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0) 98.7%, 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0) 98.1% 須 $\geq 75\%$ 。

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品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 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。

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：TOSHA11169r0 等級 A

審查日期：99年11月17日

二甲基乙醯胺

Dimethylacetamide

容許濃度

參考資料：NIOSH 2004 8/15/1994 [1]

勞委會：10 ppm(皮膚)

OSHA：10 ppm(皮膚)

分子式： $\text{CH}_3\text{CON}(\text{CH}_3)_2$ ， $\text{C}_4\text{H}_9\text{ON}$

NIOSH：10 ppm(皮膚)

ACGIH：10 ppm(皮膚)

分子量：87.12

(1 ppm=3.56 mg/m³ @ NTP)

基本物性：

別名：N, N-dimethylacetamide；

液態，密度 0.937 g/mL @ 25 °C

acetyldimethylamine；DMAC

沸點：164.5~166 °C

熔點：-20 °C

CAS No.：127-19-5

蒸氣壓：1.5 mmHg @ 20 °C

閃火點：70 °C

RTECS No.：AB7700000

爆炸範圍：1.8~11.5 %

採	樣	分	析
採樣介質：矽膠管 (150 mg / 75 mg)		儀 器：GC/FID	
流 率：10 ~ 200 mL / min		分析物：Dimethylacetamide	
採樣體積：最小 15 L @ 30 mg/m ³		脫附：1 mL 甲醇，放置 30 分，偶爾輕微搖動	
最大 32 L		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		- 管 柱：105 °C (恒溫)	
需二個以上		載流氣體：氮氣，15 mL / min	
準 確 度 [1]		管柱：Stabilwax	
範 圍：18 ~ 105 mg / m ³ (45 L)		60 m × 0.53 mm ID，1 μm 毛細管柱	
偏 差：-0.8 %		標準樣本：分析物溶於甲醇中	
總變異係數(CV _T)：6.7 %		檢量線範圍：0.047~5.62 mg / mL	
準確度(overall accuracy)：±11.7 %		可量化最低量：0.047 mg/樣本	
		分析變異係數(CV _a)：3.18 %	

適用範圍[1]：NIOSH 方法是以 50 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 10 ~ 80 mg / m³。在超過此分析範圍時，可降低其偵測極限。矽膠管對水具有高親和力，當相對濕度較高時會影響分析物的吸附效率。

干 擾[1]：未確認。改變分離條件(管柱、溫度等)可能會避免干擾問題，可使用相同材質管柱分析，例如，DB WAX 30 m × 0.32 mm ID，0.5 μm 之毛細管柱。

安全衛生注意事項[1]：甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險，經由食入及吸入會產生毒性。二甲基乙醯胺對皮膚及組織有強烈刺激性，且具有火災危害。

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：甲醇(分析級)。
- 1.2 分析物：二甲基乙醯胺(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：矽膠管(150 mg / 75 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]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 ~ 200 mL / min，應採集的空氣體積約 15 ~ 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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之脫附效率。

4.1.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段的矽膠，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量為
0.703 ~ 2.81 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 打開矽膠管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃
綿丟棄，前段之矽膠倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔
綿，後段之矽膠倒入另一個 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「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。

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 0.047 ~ 5.62 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

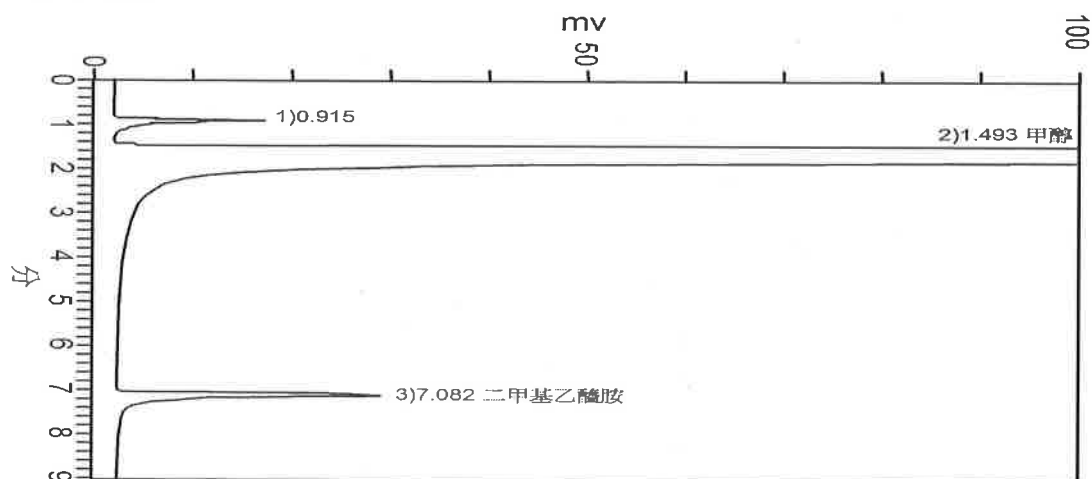
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	Stabilwax 60 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL / min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	15
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	105(恒溫)

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(retention time)

化合物	滯留時間(分)
甲醇	1.76
二甲基乙醯胺	7.08

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/樣本)	平均脫附 效率(%)	分析變異係數 CVa (%)
二甲基乙醯胺	10	19.7~78.8	0.702~2.81	84.2	2.89

* 採樣介質為 SKC 226-10(150 mg/75 mg)矽膠管(Lot 6112)。

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注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μL 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度×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/m³)

V : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前段矽膠管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段矽膠管所含分析物之質量(mg)

B_f : 現場空白樣本前段的算術平均質量(mg)

B_b : 現場空白樣本後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > (W_f/ 10)即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14A)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	105(恒溫)	105(恒溫)
流率(mL / min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	15	15
管柱	Stabilwax , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX , 30m× 0.25 mm ID , 0.25μm
檢量線範圍 (mg / mL)	0.047~5.62	0.047~5.62
線性相關係數	0.999**	0.999
平均脫附效率 (%)	84.2*	90.1
CVa (%)	3.18*	1.28
滯留時間(分)	7.08	4.93

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有 2 條檢量線，r 值分別為 0.999 及 0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30 ± 3 °C， 80 ± 5 % RH 高濕環境下進 6 個樣本之破出測試；二甲基乙醯胺測試濃度為 19.6 ppm，採樣流率為 200 mL /

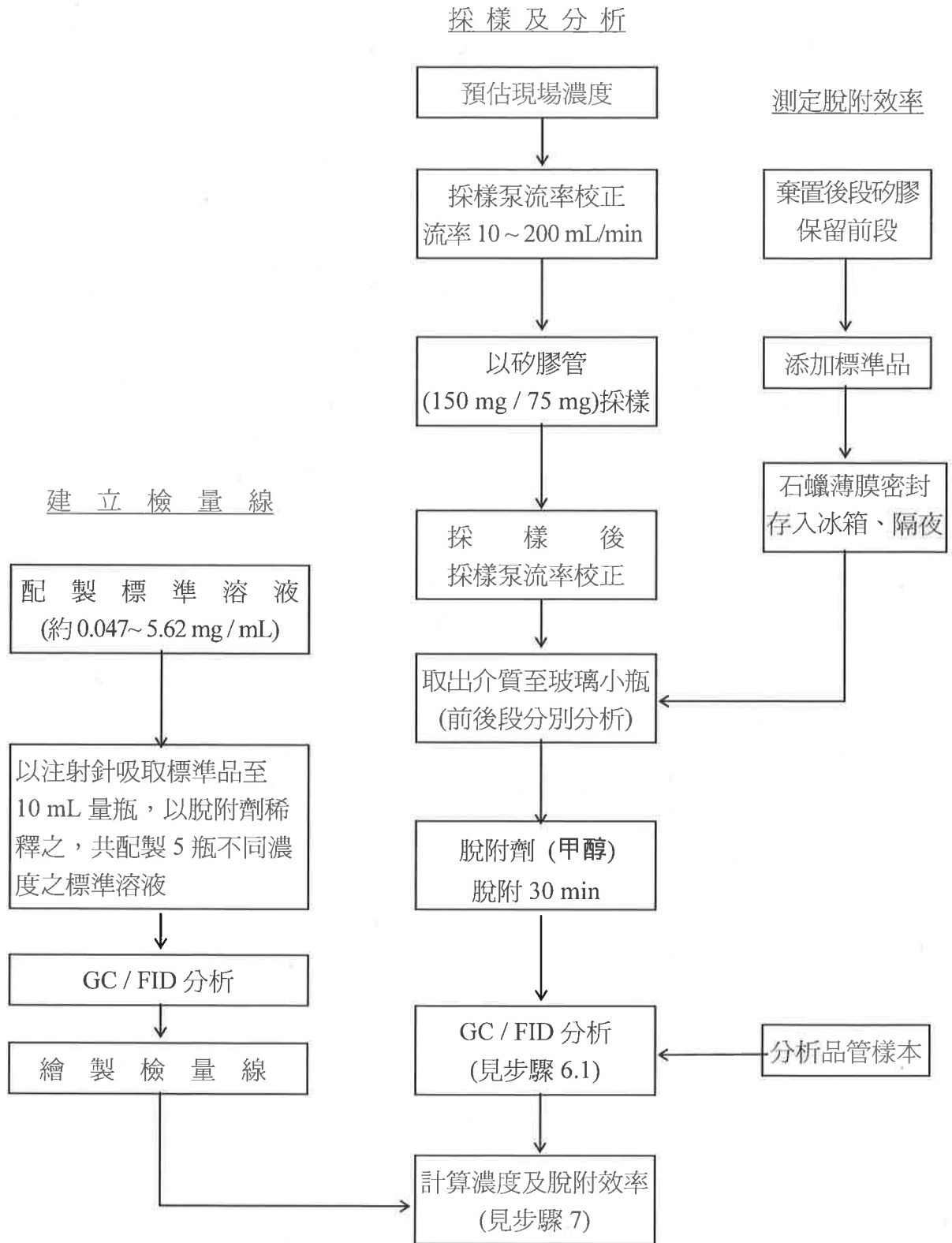
min，經 240 分後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 96.5 %，14 天相對回收率為 99.8 %，21 天相對回收率為 100.0 %，28 天相對回收率為 102.0 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.5 %，14 天相對回收率為 99.1 %，21 天相對回收率為 101.1 %，28 天相對回收率為 101.1 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 2。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method , 4th Ed . NIOSH , Cincinnati , Ohio , Method 2004, 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 99 年 1 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 91 年 10 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 NIOSH2004 第四版分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC / FID

脫 附：1 mL 甲醇，超音波振盪 60 分

注射量：5 μ L

溫 度-注入口：240°C

-偵檢器：320°C

-管 柱：140°C(恒溫)

管 柱：玻璃管柱，1.5 m \times 6-mm OD，10 % UCON 50-HB-5100，

2 % KOH 填充 100 / 120 mesh Chromosorb WHP

載流氣體：氮氣，50 mL / min

標準樣本：二甲基乙醯胺溶於甲醇。

測試範圍：0.5 ~ 4 mg / 樣本

估計偵測極限：0.05 mg / 樣本

分析變異係數(CVa)：3.2 %

表 1 回收率(或脫附效率)

	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL			
	介質空白	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	0.703	0.597	85.0	1.41	1.21	86.1	2.81	2.22	78.9
2	0	0.703	0.616	87.7	1.41	1.21	85.9	2.81	2.24	79.5
3	0	0.703	0.596	84.8	1.41	1.19	84.8	2.81	2.25	80.0
4		0.703	0.587	83.5	1.41	1.25	89.1	2.81	2.32	82.5
5		0.703	0.549	78.1	1.41	1.22	86.5	2.81	2.34	83.2
6		0.703	0.632	89.9	1.41	1.24	88.3	2.81	2.28	81.0
平均值			0.596	84.8		1.22	86.8		2.27	80.9
標準偏差			0.0283			0.0222			0.0477	
變異係數			4.75			1.82			2.10	

相當採樣體積 40 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=84.2 %

分析變異係數(CVa)=3.18 %

表 2 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 (%)
第 1 天	1.40	1.40	1.40	1.40	100.0	0.0038	1.40	1.39	1.39	1.40	100.0	0.0046
第 7 天	1.34	1.36	1.36	1.35	96.5	0.0093	1.37	1.34	1.34	1.35	96.5	0.016
第 14 天	1.37	1.39	1.40	1.39	99.1	0.019	1.39	1.38	1.41	1.39	99.8	0.017
第 21 天	1.44	1.42	1.39	1.42	101.1	0.023	1.43	1.45	1.40	1.43	102.0	0.027
第 28 天	1.42	1.40	1.43	1.42	101.1	0.012	1.39	1.40	1.40	1.40	100.0	0.0038

1. 樣本添加量(X_0) = 1.41 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0) 99.6%, 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0) 99.4% 須 $\geq 75\%$ 。

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品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 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。

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號： TOSHA111610r0 等級 A

審查日期：99 年 12 月 8 日

乳酸丁酯

Butyl lactate

容許濃度

參考資料： OSHA PV2080 10/1994 [1]

勞委會：5 ppm

OSHA：無

分子式： $\text{CH}_3\text{CHOHCOOC}_4\text{H}_9$, $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_3$

NIOSH：5 ppm

ACGIH：5 ppm (30 mg / m³)

分子量：146.21

(1ppm=5.98 mg / m³, @ NTP)

基本物性：

別名： butyl α -hydroxypropionate ; lactic acid ,

液態，密度 0.968 g/mL

butyl Ester ; 2-hydroxypropionate acid , butyl

沸點：188 °C

ester

溶點：-43 °C

CAS No. : 138-22-7

閃火點：75.5 °C (168 °F)(閉杯測試)

RTECS No. : OD4025000

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管(100 mg / 50 mg)		儀 器：GC/FID	
流 率：10 ~ 200 mL / min		分析物：Butyl lactate	
採樣體積：最小0.1 L @ 5 ppm		脫附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5, v/v)，放置30分	
最大32 L		，偶爾輕微搖動	
樣本運送：例行性		注射量：1 μ L	
樣本穩定性：冷藏 28 天，室溫 14 天		溫度 -注入口：230 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的 10 %，至少		-偵檢器：250 °C	
需二個以上		-管 柱：16 °C / min	
		140 °C (3 min) → 180 °C	
		載流氣體：氮氣，12 mL/min	
		管柱：ZB-WAX	
		60 m × 0.53 mm ID, 1 μ m 毛細管柱	
		標準樣本：分析物溶於二氯甲烷/甲醇中	
		檢量線範圍：0.003~1.16 mg / mL	
		可量化最低量：0.003 mg / 樣本	
		分析變異係數(CV _a)：3.40 %	

準 確 度 [1]

範 圍：未確認

偏 差：未確認

總變異係數(CV_T)：未確認

準確度(overall accuracy)：未確認

適用範圍[1]：未確認。

干 擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項[1]：二氯甲烷為致癌物，甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險，乳酸丁酯會刺激皮膚及眼睛，因此，在使用時此三種化學品時，必須是在通風良好的排煙櫃中進行。

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：二氯甲烷(分析級)。

1.2 脫附劑：甲醇(分析級)。

1.3 分析物：乳酸丁酯(分析級)。

1.4 氮氣。

1.5 氫氣。

1.6 經過濾之空氣。

2.設備

2.1 捕集設備：活性碳管(100 mg / 50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。

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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。

2.7 10 mL 量瓶。

3.採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]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 ~ 200 mL / min，應採集的氣體積約 0.1 ~ 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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之脫附效率。

4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為
0.145 ~ 0.581 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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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「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。

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 0.003~1.16 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

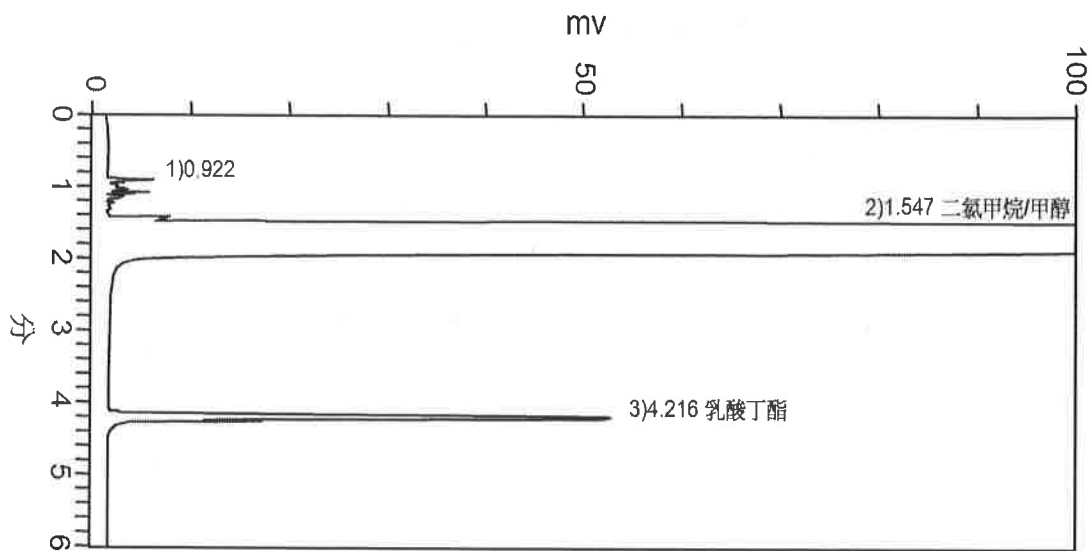
	條	件
儀器	GC / FID	
管柱	ZB-WAX 60 m × 0.53 mm ID , 1 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	12	
溫度 (°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管 柱	140 °C (3 min) $\xrightarrow{16\text{ °C / min}}$ 180 °C	

註：以 SHIMADZU GC-14B 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	1.55
二氯甲烷	1.80
乳酸丁酯	4.22

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 / 樣本)	平均脫附 效率(%)	分析變異係數 CVa(%)
乳酸丁酯	5	4.8~19.2	0.145~0.581	98.6	3.40

* 採樣介質為 SKC 226-01(100 mg / 50 mg) 活性碳管(Lot 2000)。

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注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μ L 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度 \times 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/m³)

V : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B_f ：現場空白樣本前段的算術平均質量(mg)

B_b ：現場空白樣本後段的算術平均質量(mg)

註：如 $(W_b) > (W_f / 10)$ 即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14B)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	16 °C / min 140 °C (3 min) → 180 °C	30 °C / min 80 °C (3 min) → 180 °C
流率(mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	12	15
管柱	ZB-WAX , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX , 30 m× 0.25 mm ID , 0.25 μm
檢量線範圍(mg/mL)	0.003 ~ 1.16	0.003 ~ 1.18
線性相關係數	0.999 ^{**}	0.999
平均脫附效率(%)	98.6 [*]	101.3
CVa (%)	3.40 [*]	1.07
滯留時間(分)	4.22	3.01

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有 3 條檢量線，r 值分別為 0.999，0.999 及 0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30 ± 3 °C，80 ± 5 % RH 高濕環境

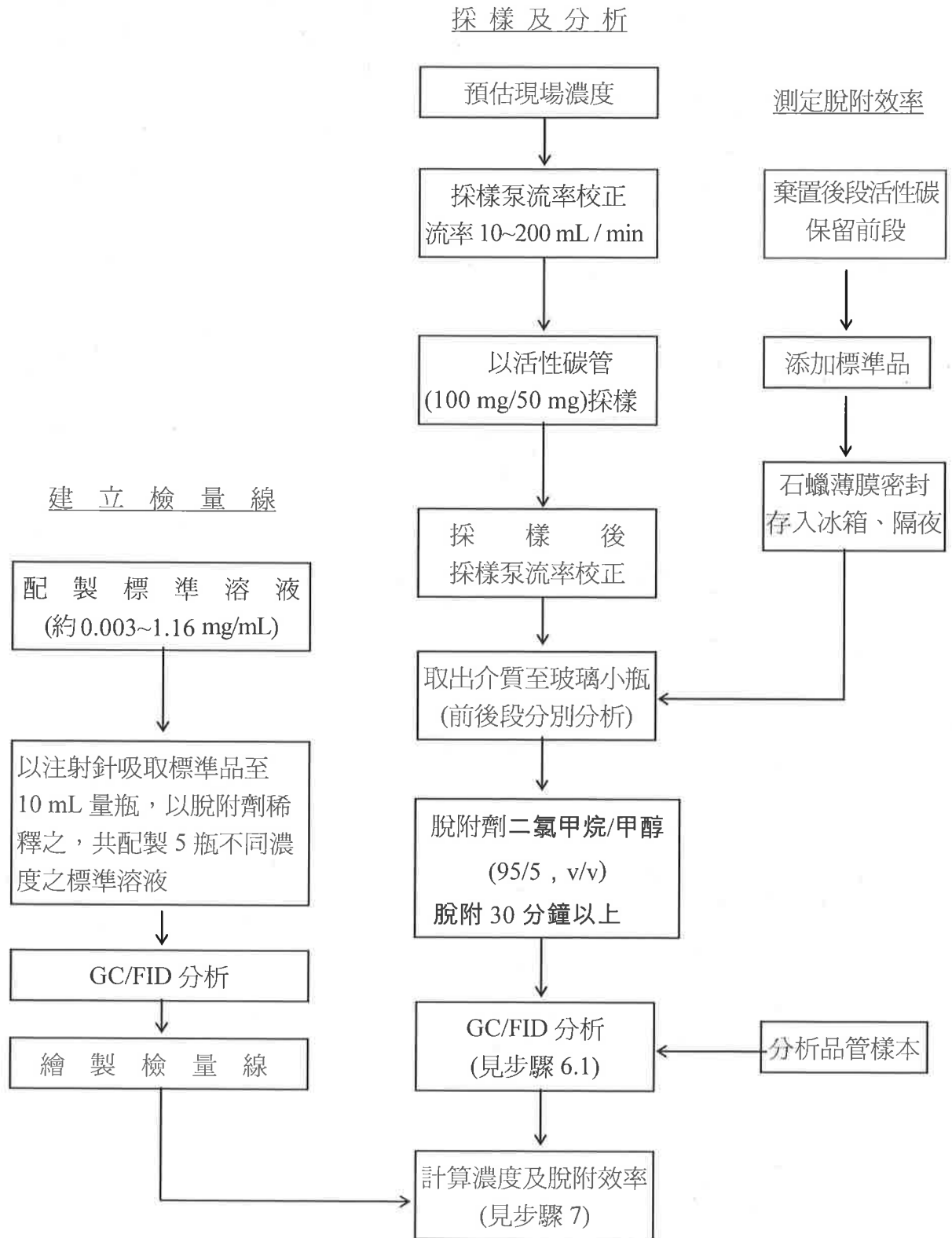
下進行 6 個樣本之破出測試；乳酸丁酯測試濃度為 10.4 ppm，採樣流率為 200 mL / min，經 240 分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 92.5 %，14 天相對回收率為 93.2%，21 天相對回收率為 89.8 %，28 天相對回收率為 79.7 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.6 %，14 天相對回收率為 102.0 %，21 天相對回收率為 96.3 %，28 天相對回收率為 92.2 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 14 天，冷藏 28 天，詳見表 2。

10.文獻

- [1] OSHA Sampling & Analytical Methods, Method No. PV2080, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), October 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 99 年 1 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 91 年 10 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 PV2080 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二氯甲烷/甲醇(95/5, v/v)

注射量：1 μ L

溫 度-注入口：200 $^{\circ}$ C

-偵檢器：325 $^{\circ}$ C

-管 柱： 10 $^{\circ}$ C / min
 50 $^{\circ}$ C \longrightarrow 170 $^{\circ}$ C

管 柱：Rtx-volatiles, 60 m \times 0.32 mm ID, 1.5 μ m 毛細管柱

載流氣體：氦氣, 3.0 mL / min

標準樣本：乳酸丁酯溶於二氯甲烷/甲醇。

測試範圍：0.03~0.598 mg / 樣本

估計偵測極限：0.95 μ g / 樣本

分析變異係數(CVa)：1.3 %

表 1 回收率(或脫附效率)

	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL			
	介質空白 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	0.145	0.144	99.2	0.290	0.284	97.7	0.581	0.550	94.6
2	0	0.145	0.144	99.4	0.290	0.287	98.8	0.581	0.535	92.1
3	0	0.145	0.146	100.3	0.290	0.275	94.6	0.581	0.596	102.6
4		0.145	0.149	102.5	0.290	0.275	94.6	0.581	0.542	93.3
5		0.145	0.155	106.8	0.290	0.293	101.0	0.581	0.549	94.5
6		0.145	0.148	102.1	0.290	0.290	100.0	0.581	0.584	100.5
平均值			0.148	101.7		0.284	97.8		0.559	96.3
標準偏差			0.0041			0.0078			0.0246	
變異係數			2.80			2.74			4.40	

相當採樣體積 10 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=98.6 %

分析變異係數(CVa)=3.40 %

表 2 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 (%)
第 1 天	0.293	0.300	0.296	0.296	100.0	0.0034	0.287	0.288	0.304	0.293	100.0	0.0094
第 7 天	0.294	0.281	0.282	0.286	96.6	0.0072	0.271	0.270	0.274	0.272	92.5	0.0019
第 14 天	0.303	0.301	0.302	0.302	102.0	0.0006	0.273	0.272	0.275	0.273	93.2	0.0018
第 21 天	0.283	0.284	0.286	0.285	96.3	0.0015	0.271	0.258	0.258	0.263	89.8	0.0070
第 28 天	0.285	0.267	0.267	0.273	92.2	0.0105	0.238	0.232	0.233	0.234	79.9	0.0038

1. 樣本添加量(X_0) = 0.290 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0)102.1%, 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0)101.4% 須 $\geq 75\%$ 。

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品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 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。

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：TOSHA111611r0 等級 A

審查日期：99 年 12 月 14 日

對-二氯苯

p-Dichlorobenzene

容許濃度

參考資料：NIOSH 1003 3/15/2003 [1]

勞委會：75 ppm

OSHA：75 ppm

分子式：1,4-C₆H₄Cl₂

NIOSH：1.7 ppm (LOQ)

ACGIH：75 ppm, 110 ppm (STEL)

分子量：147

(1ppm=6.01 mg/m³ @ NTP)

基本物性：

別名：1,4-dichlorobenzene

固態，密度 1.458 g / mL

沸點：173.7 °C

CAS No.：106-46-7

熔點：53 °C

閃火點：65.5 °C

RTECS No.：CZ45500000

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg / 50 mg)	儀 器：GC/FID
流 率：10~200 mL / min	分析物：p-Dichlorobenzene
採樣體積：最小 1 L @75 ppm 最大 9.6 L	脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分，偶爾輕微搖動
樣本運送：例行性	注射量：1 μL
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：150 °C (恒溫)
	載流氣體：氮氣，12 mL / min
	管柱：ZB-WAX
	60 m × 0.53 mm ID，1 μm 毛細管柱
	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
	檢量線範圍：0.026 ~ 7.68 mg / mL
	可量化最低量：0.026 mg / 樣本
	分析變異係數(CV _a)：1.65 %
準 確 度 [1]	
範 圍：183 ~ 777 mg / m ³ (3 L)	
偏 差：-4.3 %	
總變異係數(CV _T)：5.2 %	
準確度(overall accuracy)：±12.5 %	

適用範圍[1]：NIOSH 方法是以 8 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 27~330 ppm。採樣時高濕度會降低樣本破出體積。

干 擾[1]：未確認。對-二氯苯疑似致癌物；第二類殺蟲劑。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳(閃火點=-30 °C)是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體。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：對-二氯苯(分析級)。

1.3 氮氣。

1.4 氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

2.1 捕集設備：活性炭管(100 mg / 50 mg)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。

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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。

2.7 10 mL 量瓶。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性炭管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]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 ~ 200 mL / min，應採集的空氣體積約 1 ~ 9.6 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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之脫附效率。

4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為
1.02 ~ 4.09 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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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「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。

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 0.026 ~ 7.68 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

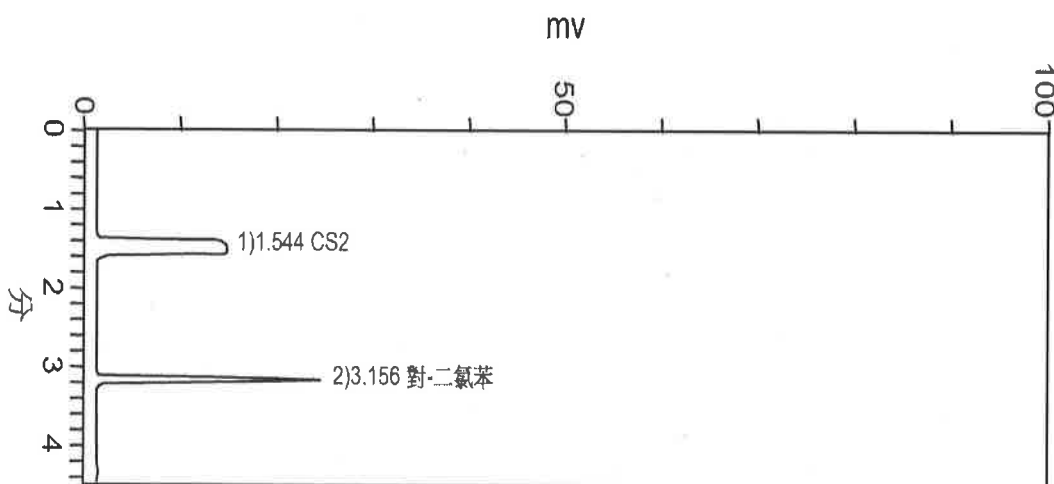
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	ZB-WAX 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	
流率 (mL / min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	12	
溫度 (°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管 柱	150 (恒溫)	

註：以 SHIMADZU GC-14B 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)
二硫化碳	1.54
對-二氯苯	3.16

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 / 樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
對-二氯苯	75	2.3~9.1	1.02~4.09	91.6	1.65

* 採樣介質為 SKC 226-01(100 mg / 50 mg) 活性碳管(Lot 2000)。

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注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μL 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度×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/m³)

V : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B_f : 現場空白樣本前段的算術平均質量(mg)

B_b : 現場空白樣本後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > (W_f/ 10)即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14B)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	150(恒溫)	120(恒溫)
流率(mL / min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	12	15
管柱	ZB-WAX , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX, 30 m× 0.25 mm ID , 0.25 μm
檢量線範圍(mg / mL)	0.026~7.68	0.025~7.68
線性相關係數	0.999 ^{**}	0.999
平均脫附效率 (%))	91.6 [*]	87.1
CVa (%))	1.65 [*]	0.46
滯留時間 (分)	3.16	6.07

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有 3 條檢量線，r 值分別為 0.999，0.999 及 0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30 ± 3 °C，80 ± 5 % RH 高濕環境

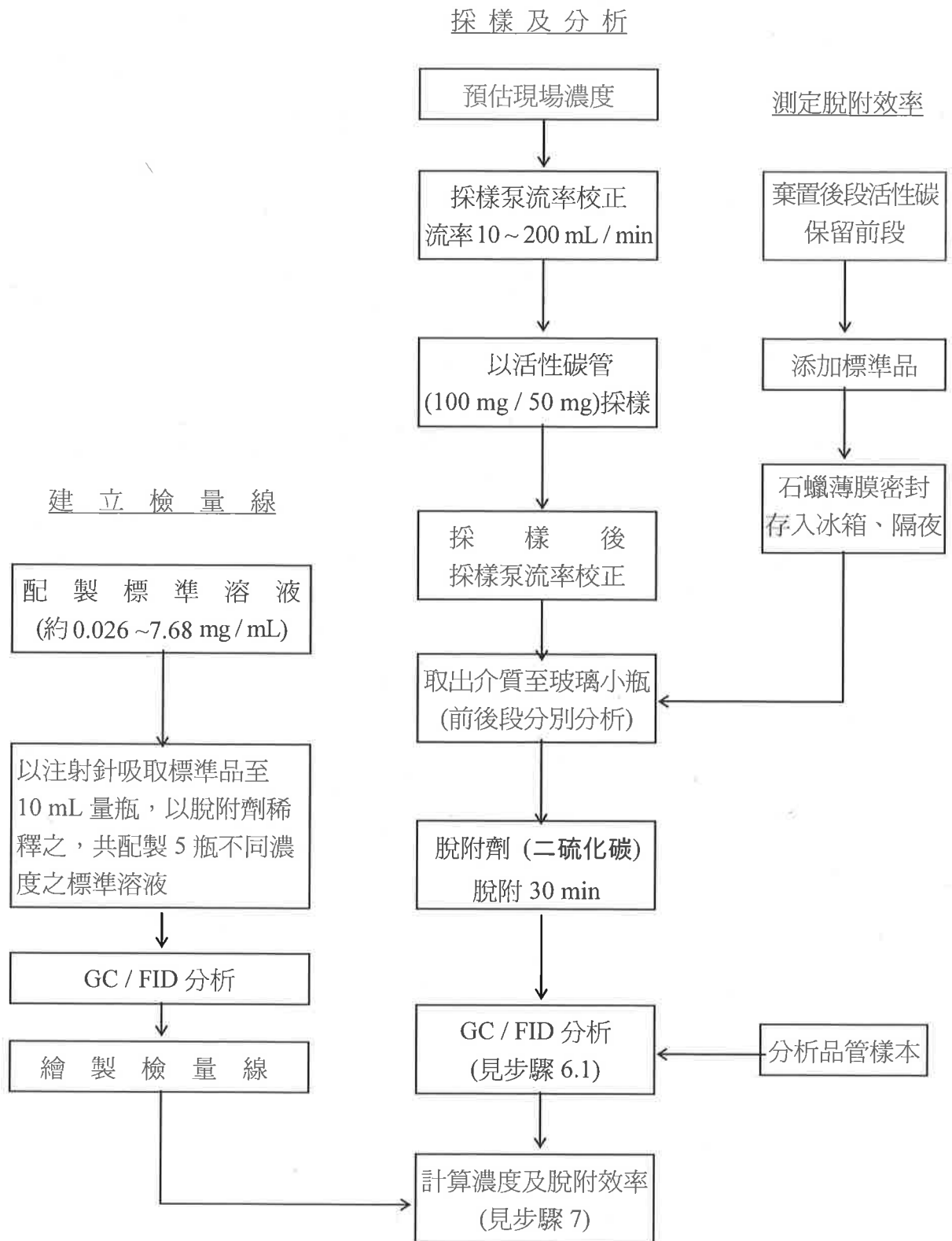
下進行 6 個樣本之破出測試；對-二氯苯測試濃度為 149.2 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 72 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 9.6 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 100.5 %，14 天相對回收率為 101.1 %，21 天相對回收率為 98.3 %，28 天相對回收率為 97.7 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 98.2 %，14 天相對回收率為 98.4 %，21 天相對回收率為 98.4 %，28 天相對回收率為 96.4 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 2。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1003, 2003.
- [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 99 年 1 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 91 年 10 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 NIOSH1003 第四版分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC / FID

脫 附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分

注射量：1 μ L

溫 度-注入口：225 $^{\circ}$ C

-偵檢器：250 $^{\circ}$ C

-管 柱：
35 $^{\circ}$ C (3 min) $\xrightarrow{8^{\circ}\text{C} / \text{min}}$ 190 $^{\circ}$ C

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.53 mm ID，3 μ m，35 % diphenyl-65 %

dimethyl polysiloxane，RTX-35 或同性質管柱

載流氣體：氮氣，4.7 mL/min

標準樣本：對-二氯苯溶於二硫化碳。

測試範圍：0.025 ~2.700 mg / 樣本

估計偵測極限：0.002 mg / 樣本

分析變異係數(CVa)：4.1%

表 1 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)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)	分析量 (mg)	添加量 (mg)	回收率 (%)
1	0	1.02	90.2	0.924	2.05	91.3	1.87	4.09	91.3	3.77	4.09	92.1
2	0	1.02	89.2	0.913	2.05	91.0	1.86	4.09	91.0	3.73	4.09	91.1
3	0	1.02	93.3	0.955	2.05	92.1	1.88	4.09	92.1	3.75	4.09	91.5
4		1.02	89.9	0.920	2.05	92.2	1.89	4.09	92.2	3.77	4.09	92.2
5		1.02	89.0	0.911	2.05	92.1	1.89	4.09	92.1	3.73	4.09	91.1
6		1.02	93.4	0.955	2.05	91.9	1.88	4.09	91.9	3.90	4.09	95.3
平均值			90.8	0.929		91.8	1.88		91.8	3.78		92.2
標準偏差				0.0204			0.0098			0.0658		
變異係數 (%)				2.19			0.52			1.74		

相當採樣體積 5 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=91.6 %

分析變異係數 (CVa)=1.65 %

表 2 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 (%)	S D (mg)	X_1 (mg)	X_2 (mg)	X_3 (mg)	\bar{X} (mg)		相對 回收率 (%)
第 1 天	1.99	2.06	1.98	2.01	100.0	0.044	1.98	1.96	1.96	1.97	100.0	0.014
第 7 天	2.00	1.91	2.02	1.98	98.2	0.057	1.96	1.99	1.98	1.98	100.5	0.018
第 14 天	1.98	1.98	1.99	1.98	98.4	0.003	1.97	2.00	2.00	1.99	101.1	0.020
第 21 天	1.97	1.99	1.98	1.98	98.4	0.013	1.91	1.96	1.93	1.93	98.3	0.027
第 28 天	1.96	1.93	1.92	1.94	96.4	0.022	1.90	1.95	1.91	1.92	97.7	0.026

1. 樣本添加量(X_0)=2.05 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0) 98.3 %, 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0) 96.0 % 須 ≥ 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品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 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。

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：TOSHA111612r0 等級 A

審查日期：99 年 12 月 28 日

甲醇

Methyl alcohol

容許濃度：見表 1

參考資料：OSHA 91 10/1991 [1]

基本物性：

分子式：CH₃OH

液態，密度 0.7915 g / mL 在 20 °C

分子量：32.04

沸點：64.5 °C

別名：methanol；wood alcohol；wood spirit；

溶點：-97.8 °C

wood naphtha；carbinol；Columbian spirits

蒸氣壓：12.3 kPa (92 mmHg) 在 20 °C

CAS No.：67-56-1

閃火點：12.2 °C (54 °F)(閉杯測試)

RTECS No.：PC1400000

爆炸範圍：6.7~36.5 % (v/v)

採	樣	分	析
採樣介質：Anasorb 747 採樣管 (400 mg 及 200 mg 兩支串聯之固體吸附管)		儀 器：GC/FID	
流 率：50 mL/min		分析物：Methyl alcohol	
建議採樣體積：		脫附：2 ml 二硫化碳/二甲基甲醯胺 (50/50, v/v)，振盪 60 分	
最大：3.2 L@R.H.<50%，20°C		注射量：1 μL	
最大：5.3 L@R.H.>50%，30°C		溫度 - 注入口：230 °C	
樣本運送：採樣後前後段分開儲存		- 偵檢器：250 °C	
樣本穩定性：28 天，室溫		- 管 柱：40 °C / min	
現場空白樣本：每批樣本數的 10 %，至少 需二個以上		60 °C (3.5 min) → 200 °C (4 min)	
		載流氣體：氮氣，16 mL / min	
		管柱：Stabilwax	
		60 m × 0.53 mm ID，1 μm 毛細管柱	
準 確 度 [1]		標準樣本：分析物溶於二硫化碳/二甲基甲醯胺中	
範 圍：127~507 mg / m ³ (5 L)		檢量線範圍：0.079~3.16 mg / mL	
偏 差：未確認		可量化最低量：0.079 mg / 樣本	
總變異係數(CV _T)：0.0048		分析變異係數(CV _A)：2.83 %	
準確度(overall accuracy)：±5.24 %			

適用範圍[1]：未確認。

干擾[1]：本方法無法得知其他化合物存在是否會嚴重影響 Anasorb 747 採樣管對甲醇之吸附，但是其他化合物存在及相對濕度降低時則會降低 Anasorb 747 採樣管對甲醇之吸附量。相對濕度對採樣體積影響頗巨，相對濕度較低時需降低採樣體積。採樣後儘速將前後段採樣管分開儲存，因為會有分析物移動的問題存在，實驗得知前後段採樣管同時儲存在室溫下，經過 4 天後，分析時發現後段採樣管含有 16% 的甲醇；而使用 520 mg / 260 mg 矽膠管進行測試，經過 4 天後，分析時發現後段採樣管含有 28% 的甲醇，甲醇移動狀況更嚴重。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳(閃火點 = -30°C)、二甲基甲醯胺是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體。甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險。因此，在使用時此三種化合物時，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 脫附劑：二甲基甲醯胺(分析級)。
- 1.3 分析物：甲醇(分析級)。
- 1.4 氮氣。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

2.設備

- 2.1 捕集設備：Anasorb 747 採樣管(400 mg 及 200 mg 兩支串聯之固體吸附管)，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 50 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、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

3.採樣

- 3.1 在採樣前先將 2 支固體吸附管的前後兩端切開，以一短軟管連接 2 支固體吸附管，並將個人採樣泵連結固體吸附管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 50 mL / min，應採集的空氣體積應低於 3.2 或 5.3 L，詳見前述建議採樣體積。
- 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「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」[3]之脫附效率。

4.1.2 將 400 mg 前管固體吸附管兩端切開，以微量注射針取適量之的分析物(內含脫附劑)，直接注入固體吸附管上。添加量為 0.474 ~1.90 mg。

4.1.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。

4.1.4 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

4.2.1 分別處理兩支固體吸附管，打開前管 400 mg 固體吸附管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前管之固體吸附管倒入 4 mL 的玻璃小瓶中。後管 200 mg 之固體吸附管倒入另一個 4 mL 的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 2 mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 以振盪器振盪 60 分。

5.檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 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。

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 0.079~3.16 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

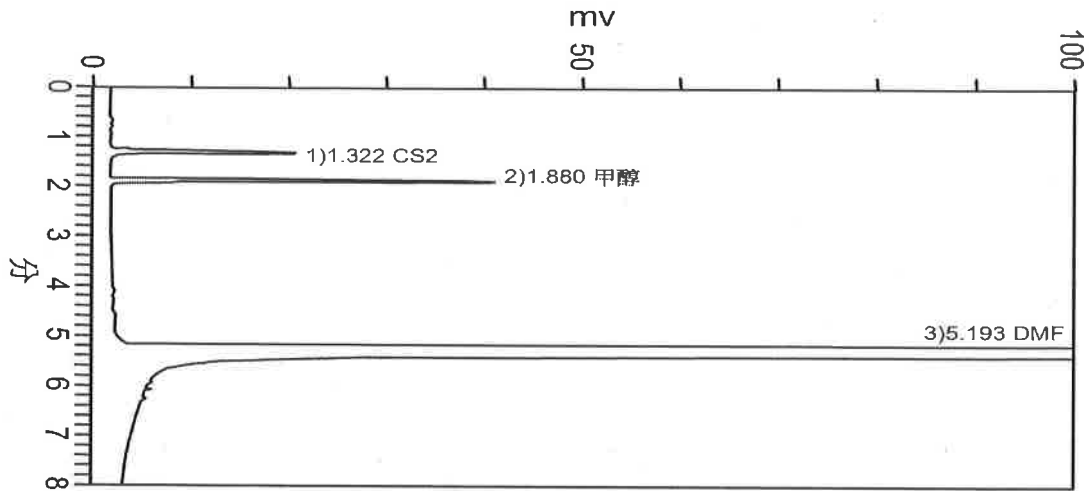
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	Stabilwax 60 m×0.53 mm ID , 1 μ m	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	16	
溫度 (°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管柱	40 °C / min 60 °C (3.5min) —————>200 °C (4min)	

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(retention time)

化合物	滯留時間(分)
二硫化碳	1.32
甲醇	1.88
二甲基甲醯胺	5.19

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/樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
甲醇	200	1.8 ~ 7.2	0.474 ~ 1.90	98.3	2.83

* 採樣介質為 SKC 226-82 Anasorb 747 採樣管(400 mg 及 200 mg 兩支
串聯之固體吸附管) (Lot 4884)。

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注射技術(solvent flush injection technique)注射 1 μ L 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度 \times 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/m³)

V : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前管固體吸附管所含分析物之質量(mg)

W_b ：後管固體吸附管所含分析物之質量(mg)

B_i ：現場空白樣本前管的算術平均質量(mg)

B_b ：現場空白樣本後管的算術平均質量(mg)

註：如 $(W_b) > (W_i / 10)$ 即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14A)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	40 °C / min 60 °C → 200 °C (3.5 min) (4 min)	35 °C / min 35 °C → 200 °C (3 min) (2 min)
流率(mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	16	15
管柱	Stabilwax , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX , 30 m× 0.25 mm ID , 0.25 μm
檢量線範圍(mg/mL)	0.079 ~ 3.16	0.079 ~ 3.16
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率(%)	98.3 [*]	101.6
CVa(%)	2.83 [*]	1.85
滯留時間(分)	1.88	1.92

* 詳見表 2

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 30 ± 3 °C，80 ± 5 % RH 高濕環境

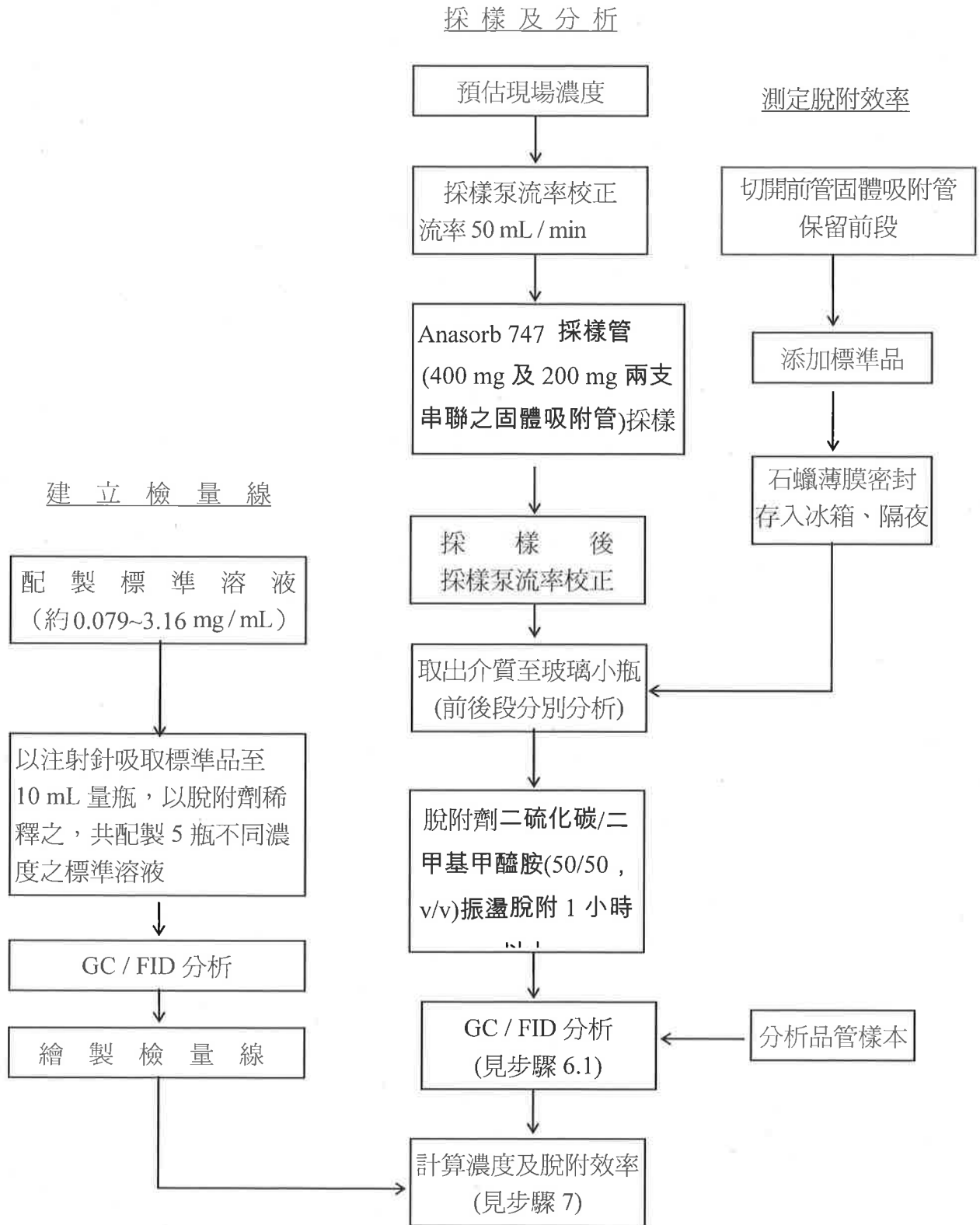
下進行 6 個樣本之破出測試；甲醇測試濃度為 406.3 ppm，採樣流率為 50 mL / min，經 158 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 5.3 L。另外於 20 ± 3 °C， 40 ± 5 % RH 環境下進行 6 個樣本之破出測試；甲醇測試濃度為 406.3 ppm，採樣流率為 50 mL / min，經 96 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 3.2 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 100.0 %，14 天相對回收率為 97.8 %，21 天相對回收率為 96.5 %，28 天相對回收率為 92.9 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 97.6 %，14 天相對回收率為 100.8 %，21 天相對回收率為 97.3 %，28 天相對回收率為 97.4 %，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. 91, U.S. Department of Labor Occupational Safety & Health Administration(OSHA), October 1991.
- [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 99 年 1 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 91 年 10 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 91 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC / FID

脫 附：3 ml 二硫化碳/二甲基甲醯胺(50/50，v/v)脫附，放置 1 小時。

注射量：1 μ L

溫 度 - 注入口：200 $^{\circ}$ C

- 偵檢器：250 $^{\circ}$ C

- 管 柱： 10 $^{\circ}$ C / min
40 $^{\circ}$ C (1min) \longrightarrow 240 $^{\circ}$ C (2min)

管 柱：毛細管柱，60 m \times 0.32 mm ID，1 μ m df，Stabilwax 或同性質管柱

載流氣體：氫氣，2.0 mL / min

Septum purge氣體：氫氣，3.2 mL / min

輔助氣體：氮氣，33 mL / min

氫氣：43 mL / min

空氣：415 mL / min

標準樣本：甲醇標準液體溶於二硫化碳/二甲基甲醯胺(50 / 50，v/v)

測試範圍：0.6336 ~ 2.5344 mg / 樣本

估計偵測極限：0.024 μ g / 樣本

分析變異係數(CVa)：0.48 %

表 1 容許濃度資料

化合物	容許濃度(ppm)				1 ppm=mg/m ³ @NTP
	勞工委員會	OSHA	NIOSH	ACGIH	
甲醇	200(皮膚)	200(皮膚)	200(皮膚)	200(皮膚)	1.31

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	0.474	0.480	101.2	0.948	0.934	98.6	1.90	1.83	96.7	
2	0	0.474	0.444	93.6	0.948	0.941	99.3	1.90	1.84	97.2	
3	0	0.474	0.509	107.4	0.948	0.941	99.3	1.90	1.83	96.5	
4		0.474	0.459	96.8	0.948	0.930	98.1	1.90	1.83	96.6	
5		0.474	0.480	101.2	0.948	0.935	98.6	1.90	1.84	97.2	
6		0.474	0.459	96.8	0.948	0.931	98.2	1.90	1.84	96.9	
平均值			0.472	99.5		0.935	98.7		1.84	96.8	
標準偏差			0.0230			0.0047			0.0057		
變異係數 (%)			4.87			0.51			0.31		

相當採樣體積 4 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=98.3 %

分析變異係數(CVa)=2.83 %

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_i (mg)	X_i (mg)	X_i (mg)	\bar{X} (mg)	相對 回收率 (%)	SD (mg)	X_i (mg)	X_i (mg)	X_i (mg)	\bar{X} (mg)		相對 回收率 (%)
第 1 天	0.928	0.920	0.985	0.945	100.0	0.036	0.945	0.929	0.942	0.939	100.0	0.009
第 7 天	0.923	0.9230	0.909	0.918	97.6	0.008	0.954	0.924	0.939	0.939	100.0	0.015
第 14 天	0.976	0.956	0.924	0.952	100.8	0.027	0.923	0.901	0.932	0.919	97.8	0.016
第 21 天	0.929	0.909	0.920	0.919	97.3	0.010	0.901	0.921	0.896	0.906	96.5	0.013
第 28 天	0.933	0.920	0.906	0.920	97.4	0.014	0.896	0.870	0.850	0.872	92.9	0.023

1. 樣本添加量(X_0)=0.948 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0)99.6%, 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0)99.0% 須 $\geq 75\%$ 。

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品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 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。

