

行政院勞工委員會採樣分析參考方法

CLA5047 乙腈

Acetonitrile

容許濃度	參考資料：NIOSH 1606 (8/15/1994)[1]
勞委會：40ppm[2]	
OSHA：40ppm	分子式：CH ₃ CN
NIOSH：20ppm	
ACGIH：40ppm，STEL60ppm (1ppm=1.68mg/m ³ ，@NTP)	分子量：41.06
基本物性：	別名：methyl cyanide, cyanomethane
液態，密度 0.783 g/mL@20°C	
沸點：82°C	CAS No.：75-05-8
熔點：-45°C	
蒸氣壓：12kPa(89mmHg，12%v/v)@25°C	RTECS No.：AL7700000
爆炸範圍：4.4~16%(v/v in air)	

採樣分析

採樣介質：活性碳管(400mg/200mg)	方 法：GC/FID
流 率：10~200 mL/min	分 析 物：乙腈
採樣體積：最小：3L @40ppm[1]	脫 附：5mL 苯，放置 60 分鐘以上
最大：18L @80ppm	注 射 量：1 μL
樣品運送：例行性	儀器分析條件：
樣品穩定性：15 天，冷藏 4°C	溫度—注入口：200°C
現場空白樣品：每批樣品數的 10%，至少需二個以上。	—偵檢器：250°C
準 確 度[1]	10°C/min
	—管柱：50°C————→160°C
	(2min) (3min)
範 圍：31.4~140.2mg/m ³	載流氣體：氮氣，5mL/min
偏 差：4.0%	管 柱：fused silica WCOT DB-5
總變異係數(CV _T)：7.2%	30m× 0.53mmID，1 μm
準 確 度：± 15.4%	標準樣品：分析物溶於 1mL 苯中
	檢量線範圍：0.032~0.80 mg/mL
	可量化最低濃度：0.032 mg/mL
	分析變異係數(CV _A)：1.9%

適用範圍[1]：本方法以 10L 的空氣為樣品時，有效分析範圍為 12-120ppm(20-200mg/m³)。

干 擾[1]：未研究。

安全衛生注意事項：乙腈及苯屬第 3 類易燃性液體，會刺激眼睛、皮膚、呼吸系統；苯為致癌物質，過度暴露於乙腈中會失去知覺，甚至休克死亡。苯與 CS₂屬第 6 類毒性物質。應置於陰涼且通風良好處，並遠離火源；使用操作時應配戴護目鏡、口罩及手套，需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：苯(層析級)。
- 1.2 分析物：乙腈(層析級)。
- 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(400mg/200mg)，見通則之採集介質。
- 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)、積分器，以及管柱。
- 2.4 10 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10 μ L 到 50 μ L 的注射針筒，刻度至 0.1 μ L；1mL 的注射針筒，刻度至 0.01mL。
- 2.6 10 mL 的量瓶。
- 2.7 5 mL 定量吸管和吸球。

3.採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見通則之採樣。
- 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 3~18L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

4.脫附效率測定及樣品脫附

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 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.18~0.71mg。
- 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 10mL 的玻璃小瓶。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 10mL 的玻璃小瓶。
- 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 5mL，立即蓋上瓶蓋。
- 4.2.3 放置 60 分，偶爾搖動。

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 0.032~0.80mg/mL。
(註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)
- 5.1.3 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。
- 5.1.4 以波峰面積(或波高)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

儀器	條件
	GC/FID

管柱	fused silica WCOT , DB-5 30m× 0.53mm ID , 1 μ m
流率	
空氣	400 mL/min
氫氣	33 mL/min
氮氣	5 mL/min
溫度	
注入口	200°C
偵檢器	250°C
管柱	10°C / min 50°C————→160°C (2min) (3min)

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

化合物	滯 留 時 間(分鐘)
乙腈	1.6
苯	3.2

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/sample)	平均脫附 效率(%)	分析變異 係數 CVa(%)
乙腈	40	2.7~11	0.18~0.71	79.6	1.9

* 採樣介質為 SKC 批號 120 活性碳管(400mg/200mg)

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)-利用 10 μ L 之注射針筒先以溶劑(苯)沖刷數次，濕潤針管與活塞，取 3 μ L 溶劑後，吸入 0.2 μ L 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 1 μ L 樣品後，在空氣中後退 1.2 μ L，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔 0.9~1.1 μ L。

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

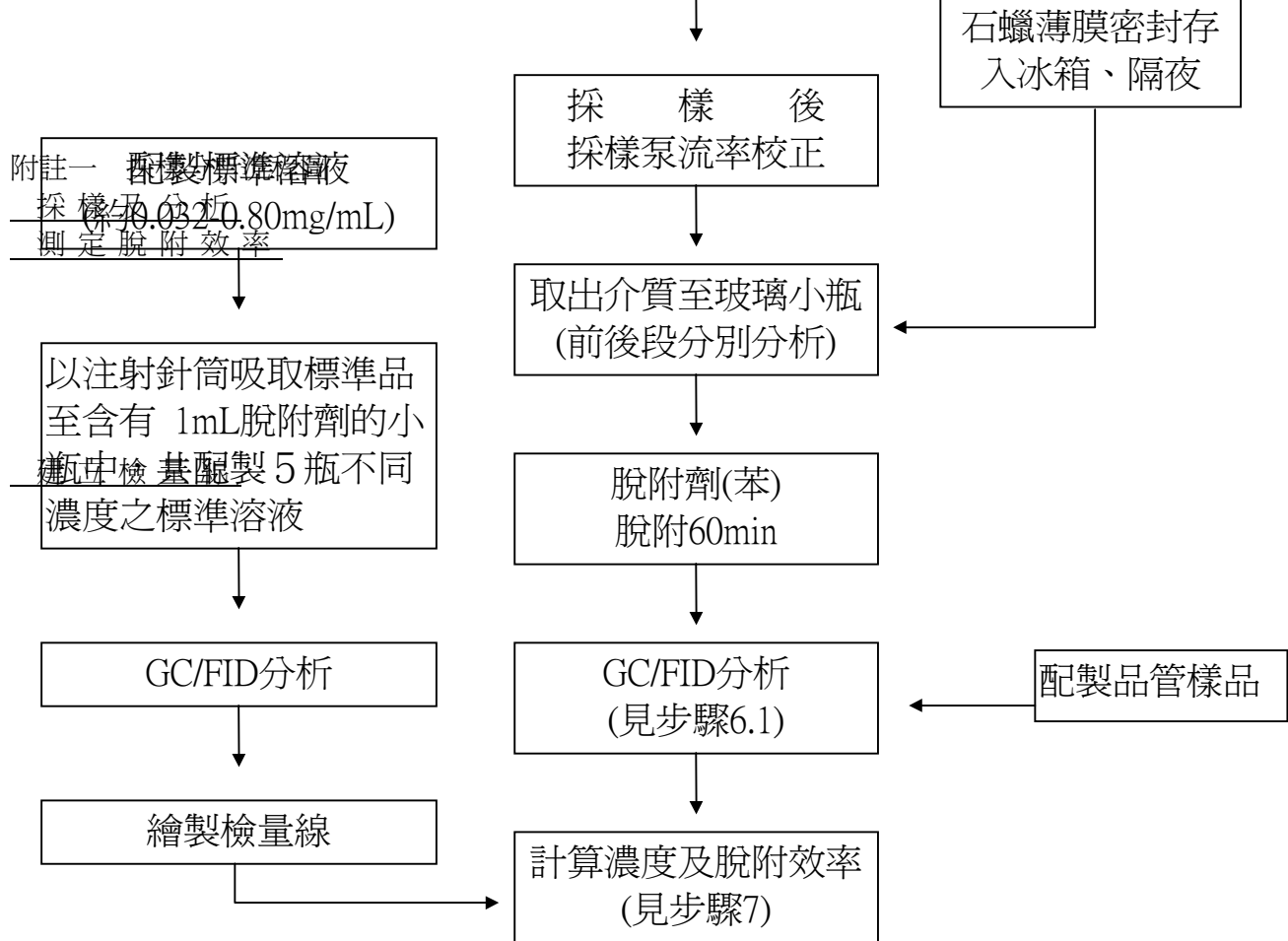
	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(HP 5890)	GC/FID(HP 5890)
分析條件		
溫度	200℃	200℃
注入口	250℃	250℃
偵檢器	50℃/分	50℃/分
管 柱	50℃————→130℃ (3 分) (1 分)	50℃————→200℃ (4 分) (8 分)
流率		
空氣	400mL/min	410mL/min
氫氣	36mL/min	45mL/min
氮氣	6mL/min	5.2mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-1，30m× 0.53mm ID，1 μ m	fused silica WCOT DB-1，30m× 0.53mm ID，1 μ m
平均脫附效率	74.6%	88.3%
CVa	3.4%	2.6%
滯留時間	2.0min	1.8min

9.高濕環境下破出測試與樣品儲放穩定性測試

本方法評估是以注射針筒驅動法產生(syringe pump drive method)標準氣體，並於 30℃，80% RH 高濕環境下同時進行 6 個樣品之破出測試；乙腈測試濃度為 80ppm，採樣流率為 200mL/min，經 140 分鐘後，有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 18L。在高濕環境採集 36 個樣品，進行 15 天樣品儲存穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為 93%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 95%。

10.參考文獻

- [1]NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1606，1994.
- [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 9 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 84 年 12 月。
- [4]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S165, 1977.
- [5]Documentation of the NIOSH Validation Tests, S165, 1997.



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(第二版)S165[4.5],及 NIOSH(第四版)1606 分析方法[1]。

2.儀器分析條件

方 法：GC/FID

脫 附：5mL 苯，放置 30 分鐘。

注射量：5 μ L

溫度—注入口：270°C

—偵檢器：285°C

—管 柱：180°C

載流氣體：氮氣或氦氣，50 mL/min

管 柱：不銹鋼管，1.2m× 8mm OD，填充 50/80mesh Porapak Q

標準樣品：乙腈溶於苯。

測試範圍：0.2~2 mg/sample

分析變異係數值(CVa)：4.7%

預估偵測極限：0.01mg/sample

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID		GC/FID		GC/FID	
分析條件		fused silica WCOT DB-5, 30m× 0.53mm ID, 1 μ m		fused silica WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1 μ m		fused silica WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1 μ m	
溫度		200℃		200℃		200℃	
注入口		250℃		250℃		250℃	
偵檢器		10℃ / 分		20℃ / 分		50℃ / 分	
管柱		50℃ —————→ 160℃ (2 分) (3 分)		50℃ —————→ 130℃ (3 分) (1 分)		50℃ —————→ 200℃ (4 分) (8 分)	
流率		400mL/min		400mL/min		410mL/min	
空氣		33mL/min		36mL/min		45mL/min	
氫氣		5mL/min		6mL/min		5.2mL/min	
氮氣							
檢量線範圍		0.032-0.80mg/mL		0.032-0.80mg/mL		0.032-0.80mg/mL	
線性相關係數		0.9996		0.9998		0.9994	
平均脫附效率		79.6%		74.6%		88.3%	
分析變異係數		1.9%		3.4%		2.6%	
盲樣	配製值(mg/樣品)	測定值(mg/樣品)	相對誤差(%)	測定值(mg/樣品)	相對誤差(%)	測定值(mg/樣品)	相對誤差(%)
測試							
樣品一	0.626	0.612	-2.24	0.603	-3.67	0.665	6.23
樣品二	1.253	1.354	8.06	1.252	-0.08	1.157	-7.66
樣品三	1.879	1.997	6.28	1.882	0.16	1.894	0.80
樣品四							
平均							

二、分析圖譜及分析條件

1.圖譜

2.分析條件

條件	
儀器	HP5890 GC/FID
管柱	fused silica WCOT , DB-5 30m× 0.53mm ID
流率	
空氣	400 mL/min
氫氣	33 mL/min
氮氣	5 mL/min
溫度	
注入口	200℃
偵檢器	250℃
管柱	10 / 分
	50 — — → 160
	(2分) (3分)

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5PEL			1PEL			2PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)
1	0	0.176	0.141	80.1	0.352	0.279	79.3	0.705	0.554	78.6
2	0	0.176	0.138	78.4	0.352	0.283	80.4	0.705	0.566	80.3
3	0	0.176	0.134	76.1	0.352	0.295	83.8	0.705	0.572	81.1
4	0	0.176	0.139	79.0	0.352	0.290	82.4	0.705	0.560	79.4
5	0	0.176	0.145	82.4	0.352	0.270	76.7	0.705	0.553	78.4
6	0	0.176	0.133	75.6	0.352	0.285	80.9	0.705	0.563	79.9
平均值				78.6			80.6			79.6
標準偏差				2.3			2.3			0.9
變異係數				2.9			2.8			1.8

三個濃度之平均脫附效率=79.6%

分析變異係數(CVa)=1.9%

表三 儲存穩定性

天數	乙腈相對回收率*(%)(添加量=1.760mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100	100	100	100	100	100
3	99.3	98.4	99.8	99.2	99.9	100.6
6	95.7	95.2	95.4	101	96.4	99.4
9	98.4	98.8	93.2	98.6	98.7	95.3
12	99.1	92.1	94.5	95.2	95.6	92.4
15	96.1	93.2	95.4	95.4	92.1	91.1
第十五天平均	94.9			92.9		

*指相對於第一天分析結果之回收率