

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5014

乙酸酐

Acetic anhydride

容許濃度 勞委會：5 ppm OSHA：5 ppm, C NIOSH：5 ppm, C ACGIH：5 ppm (1 ppm=4.17mg/m ³)	參考資料：NIOSH 3506 (8/15/94) [1] 分子式：(CH ₃ CO) ₂ , C ₄ H ₆ O ₃ 分子量：102.09
基本物性： 液態：密度1.08 g/ml @20°C 沸點：139°C； 熔點：-73°C 蒸氣壓：30 Pa(4 mmHg, 5300 ppm) 爆炸範圍：2.9~10.3%(v/v in air)	別名：乙酸酐、醋酸酐、氧化乙醯 (acetic acid anhydride; acetyl oxide) CAS No.：108-24-7 RTECS No.：AK1925000

採	樣	分	析
採樣介質：Porapak N Tube 100mg/50mg 流率：0.15~0.5 L/min 採樣體積：最小 1 L 最大 15 L 樣品運送：例行性 樣品穩定性：5 天 @ 7 °C 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		方法：GC/ECD 分析物：乙酸酐 脫附：1 mL 丙酮，可內含0.1%(v/v)乙苯，放置30分鐘 注射量：2 μL 溫度—入口：250°C —偵檢器：250°C —管柱：10°C/分 80°C——100°C (5分) (3分)	
準 確 度 [1]		載流氣體：氮氣，7.0 mL/min 管柱：fused silica WCOT DB-1, 30m x 0.53mm ID 標準樣品：分析物溶於添加內標準之脫附劑中 檢量線範圍：0.1 ~ 1.1 mg/mL 可量化最低濃度：0.1 mg/樣品 分析變異係數(CVa):1.8%	
範圍：9.55~37.4 mg/m ³ (100 L空氣樣品) 偏差：4.9% 總變異係數(CVT)：6.0% 準確度：15.3%			

適用範圍：本方法適用於最高容許濃度之測定，採樣體積應需在 1 L 以上。

干擾：甲酸、乙酸並不會影響到乙酸酐的分析，值得注意的是，樣本必須保存在低溫下（小於 7 °C），並要求在 5 天內作完分析。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：丙酮 (Acetone) 分析級，可含 0.1%(v/v) 乙苯 (ethylbenzene) 或其它合適之內標定品。
- 1.2 乙酐 (Acetic Anhydride)：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：Porapak N 採集管 100 mg/50 mg)，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 0.15~0.5 L/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 2 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL 之注射針。
- 2.6 10 mL 量瓶。
- 2.7 超音波振盪器。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結採集碳管，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。採樣泵流率介於 150~500 mL/min，採集的空氣體積為 1~15 L。
- 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Porapak N 上。添加量為 0.2~0.8 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 樣品脫附
- 4.2.1 打開Porapak N 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Porapak N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Porapak N 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~ 1.1 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	CG/FID(HP 5890)	
管柱	fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	40	
氮氣	7.0	
溫度(°C)		
注射口	250°C	
偵檢器	250°C	
管 柱	10(°C/分)	
	80°C——100°C	
	(5分)	(3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	分 鐘
丙 酮	1.8
乙酸酐	4.1
乙 苯	8.7

6.3 脫附效率 *

化 合 物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體 積 (L)	添加濃度 (mg/mL)	平均回收 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
乙酸酐	5	2.9-11.5	0.2-0.9	95.9	1.8

* 採樣介質為 skc.批號226-59-01

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）10 μ L 之注射針筒先以溶劑（丙酮）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 2 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，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~ 2.1 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

$$C = \frac{(Wf - Bf + Wb - Bb) \times 10^3}{V}$$

C：空氣中有害物濃度(mg/m³)

V：採集氣體體積(L)

Wf：前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

Wb：後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

Bf：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

Bb：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(Wb)(Wf/10)即表破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

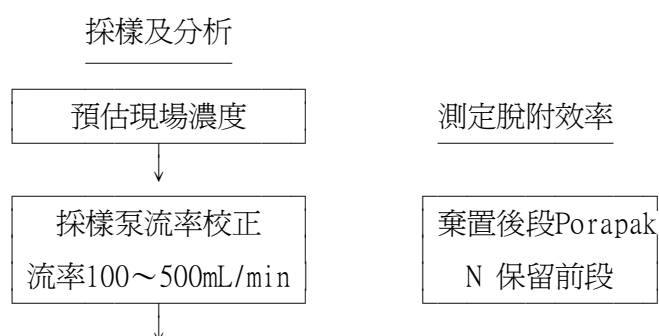
	測 試 1	測 試 2
--	-------	-------

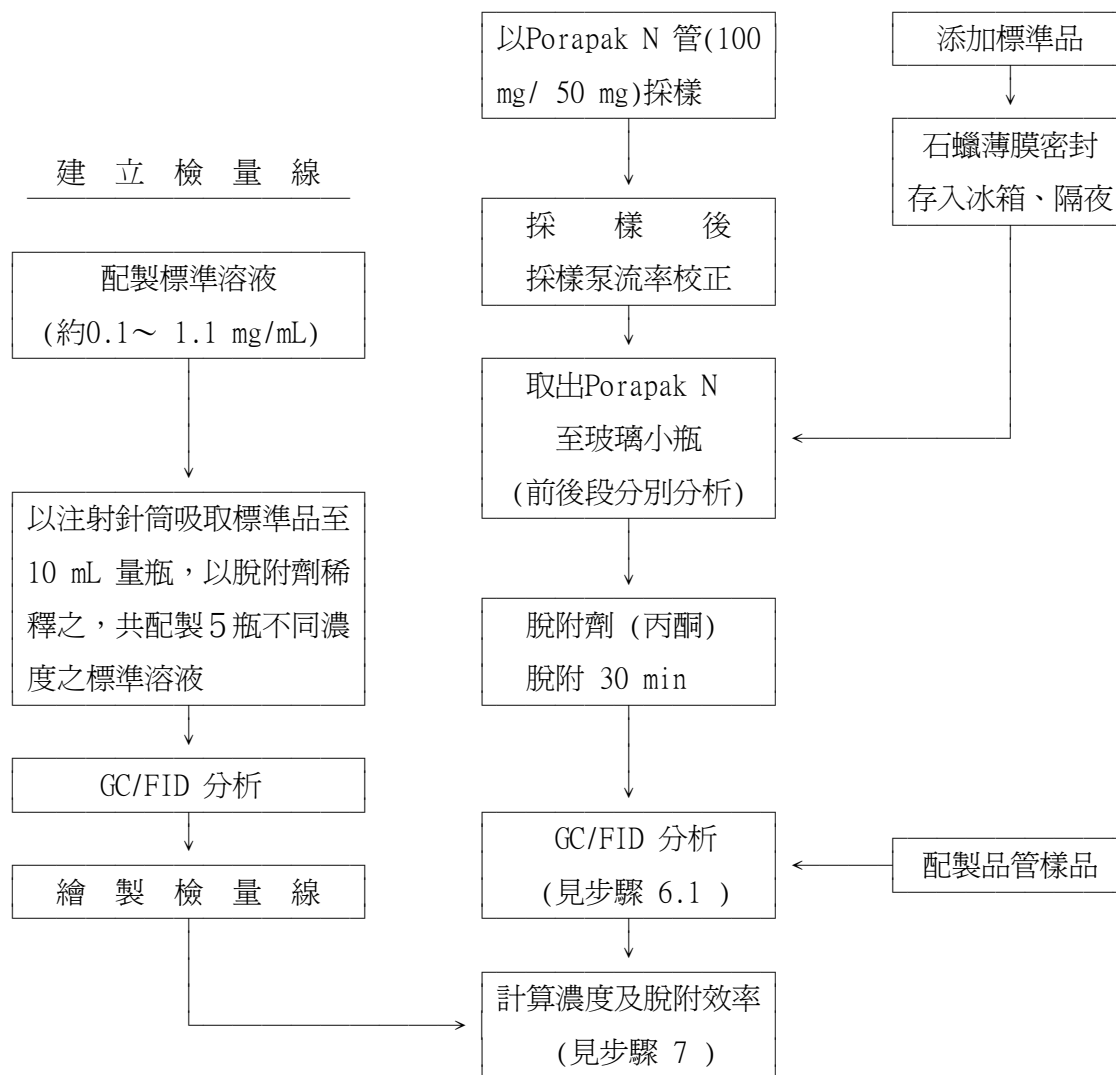
儀 器	GC/FID (HP 5890)	GC/FID (HP 5890)
溫度 注入口 偵檢器 管 柱	220 °C 250 °C 60°C $\xrightarrow{12^\circ\text{C}/\text{分}}$ 120°C (1分) (0.5分)	250 °C 250 °C 80°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{分}}$ 700°C (5分) (3分)
流率(mL/min) 空氣 氫氣 氮氣	400 33 4.05	400 10 7.0
管 柱	fused silica WCOT DB-1, 30m \times 0.53mm ID	fused silica WCOT DB-1, 30m \times 0.53mm ID
平均脫附效率	95.9%	103.4%
CVa	1.5%	1.5%
大約滯留時間 (分鐘)	2.6	2.1

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 3506, 1994.
- [2] Patty, F. A.: Industrial Hygiene and Toxicology. Volume II. New York, Interscience Publishers (1963)
- [3] Miller, F.M., R.F. Scherberger, H. Brockmyre and D.W. Fassett: Determination of Acetic Acid in Air. Am. Ind. Hyg. Assoc. Q. 17:221(1956).
- [4] Diggle, W.M. and J.C. Gage: The Determination of Ketene and Acetic Anhydride in the Atmosphere. Analyst 78:473(1953).
- [5] Joacbs, M.B.: The Analytical Chemistry of Industrial Poisons, Hazards, and Solvents. 2nd Ed., pp.652-653, Interscience Publishers, Inc., New York(1949).
- [6] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Toluene: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, National Institute for Occupational Safety and Health, pp. 53-55(1973).
- [7] “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。

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AIHA期刊分析方法而成。

2. 儀器分析條件：

方法：GC/FID

分析物：乙酐

脫附：1 mL 丙酮；放置 30 分鐘。

注射量：2 μ L。

溫度—注入口：200°C

—偵檢器：250°C

—管柱：135°C

氣體流率：

空氣：242 mL/min

氫氣：40 mL/min

載流氣體：(N₂) 36 mL/min

管柱：玻璃管柱，1.83m × 2.5mm ID；填充 Tenax GC 60/80 mesh

標準樣品：分析物溶於標準之Acetone中。

溶分析方法

與NIOSH 3506方法比較，此法以固相吸附劑作介質，在採樣上顯然較為方便，而分析方法與氣相層析法(GC)之精密度與靈敏度亦較單純之分光光度計分析方法要來得佳。

