

行政院勞工委員會採樣分析參考方法

5041正戊烷

n-Pentane

容許濃度 勞委會：600ppm[2] OSHA：1000ppm NIOSH：120ppm，Ceiling 610ppm ACGIH：600ppm，STEL 750ppm (1ppm=2.95mg/m ³ ，@NTP) 基本物性： 液態，密度0.626 g/mL@20°C 沸點：36.1°C @760mmHg 熔點：-129.7°C 蒸氣壓：68.3kPa(512.5mmHg) @20°C 爆炸範圍：1.4~8.0%(v/v in air)	參考資料：NIOSH 1500 (8/15/1994)[1] 分子式：CH ₃ (CH ₂) ₃ CH ₃ ；C ₅ H ₁₂ 分子量：72.15 CAS No.：109-66-0 RTECS No.：RZ9450000
---	---

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管(100mg/50mg) 流 率：10~50mL/min 採樣體積：最小：0.2L[1] 最大：3.8L @1200ppm 樣品運送：例行性 樣品穩定性：15天，4°C冷藏 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：n-pentane 脫 附：1mLCS ₂ ，放置30分鐘 注 射 量：2μL 儀器分析條件： 溫度—注入口：200°C —偵檢器：250°C 10°C/min —管柱：40°C————→70°C (2min)
準 確 度[1]	載流氣體：氮氣，7.0mL/min 管 柱：fused silica WCOT DB-WAX, 30m× 0.53mmID, 1μm 標準樣品：分析物溶於1mL之CS ₂ 中 檢量線範圍：0.23~7.51mg/mL 可量化最低濃度：0.23mg/mL 分析變異係數(CV _a)：1.8%
適用範圍：適用於測定OSHA所列管，沸點在正戊烷 (n-pentane) 至正辛烷 (n-octane) 之間的碳氫化合物。可同時測定多種化合物，唯化合物彼此間的影響，可能會降低採樣介質的吸收量和其脫附效率。	
干 擾：在高濕環境下，破出體積可能減少高達50%。其它揮發有機溶劑，如醇類 (alcohols)，酮類(ketones)，醚類(ethers)和鹵化碳氫化合物(halogenated hydrocarbons)可能會干擾分析結果，如有可疑的干擾現象，應採用極性較強的管柱或改變管柱的溫度條件。	
安全衛生注意事項：正戊烷及CS ₂ 均屬第3類，易燃液體，會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統；CS ₂ 亦為第六類毒性物質，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：CS₂(層析級)。
- 1.2 分析物：正戊烷(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(100mg/50mg)，見通則之採集介質[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約10~50 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 2mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1mL的吸管和吸球。
- 2.6 5，10、25、100 μL之注射針筒。
- 2.7 10mL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10~50 mL/min，應採集的空氣體積約0.2~3.8L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 請參考通則之脫附效率。

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1.9~7.4mg。

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2mL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2mL的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑1mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 放置30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 以注射針筒將標準品直接注入含有1mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為0.23~7.51mg/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	fused silica WCOT, DB-WAX 30m× 0.53mm ID, 1 μm	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	30 mL/min	
氮氣	7.0 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	10°C/min 40°C → 70°C (2min)	

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)
CS ₂	1.9
n-pentane	1.3

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(%)
n-pentane	600	1.0-4.1	1.9-7.4	100.4	1.8

* 採樣介質為SKC 226-01批號120活性碳管(100mg/50mg)

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 (CS₂)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，檢視注射針筒之針管樣品佔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

$$C = \frac{(W_f - B_f + W_b - B_b) \times 10^3}{V}$$

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		
注入口	200°C	200°C
偵檢器	250°C	250°C
管 柱	10°C /min 40°C —————> 70°C (2min)	35°C 持續6分鐘
流率		
空氣	400mL/min	400mL/min
氫氣	33mL/min	33mL/min
氮氣	10mL/min	5.6mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-WAX, 30m× 0.53mm ID, 1 μm	fused silica WCOT DB-WAX, 30m× 0.53mm ID, 1 μm
平均脫附效率	105.3%	101.7%
CV _a	2.6%	1.0%
滯留時間	1.4分鐘	3.8分鐘

9. 高濕環境下破出測試與樣品儲放穩定性測試

本方法評估是以採樣袋法 (bag method) 配製氯丙烯標準氣體，並於30°C，80%RH高濕環境下同時進行樣品之破出測試；戊烷測試濃度為1200ppm，採樣流率為80mL/min，經70分鐘後，有5%破出現象產生，故建議最大採樣體積

為3.8L。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98%，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 1500, 1994.

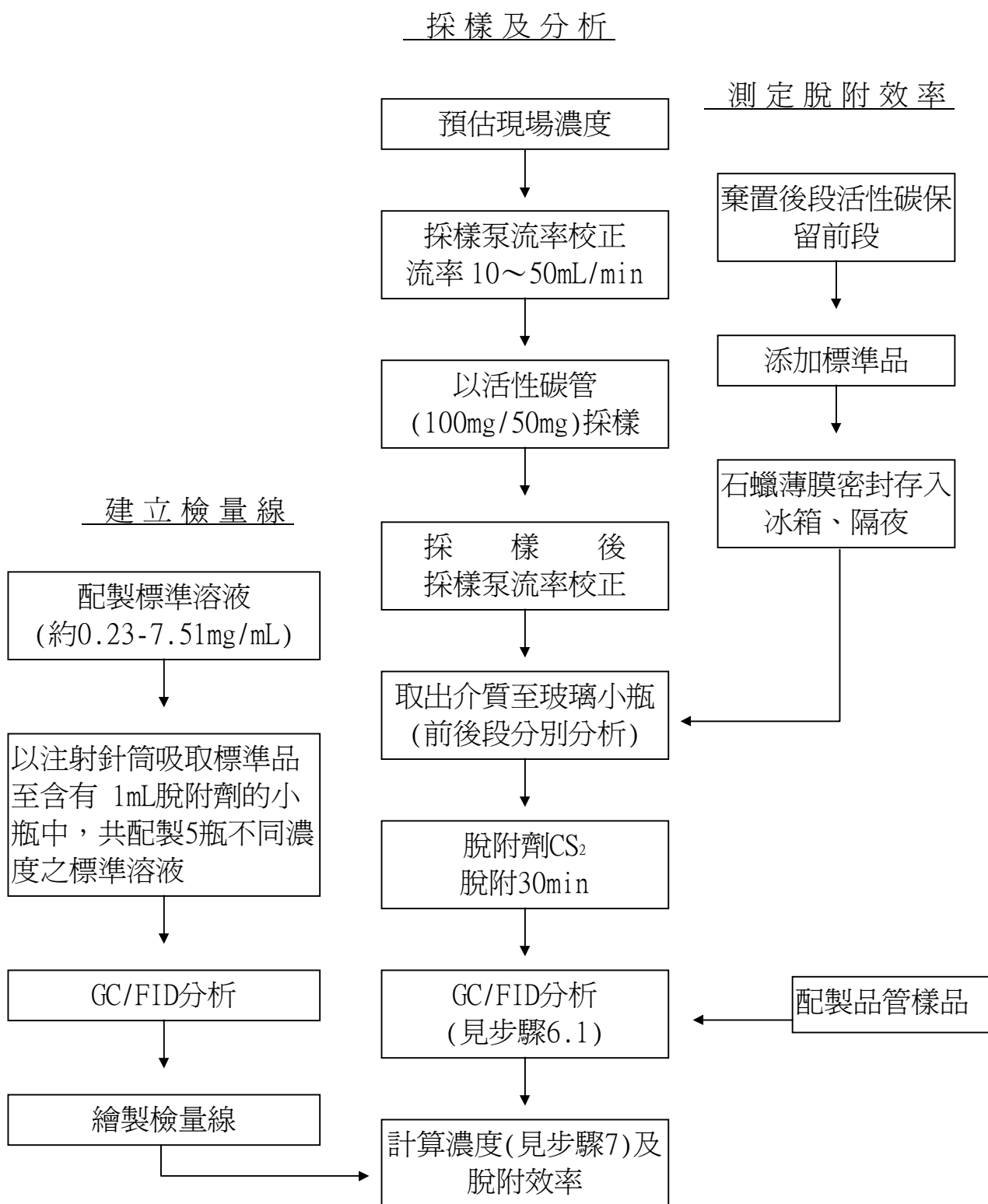
[2]勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國84年9月。

[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, S379, 1977.

[5]Documentation of the NIOSH Validation Tests, S379,1977.

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(第二版)S379分析方法[4.5]，及NIOSH(第四版)1500分析方法[1]。

2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

脫 附：1mLCS₂，放置30分鐘。

注射量：5 μL

溫度

— 注入口：250°C

— 偵檢器：250°C ~ 300°C

— 管 柱：52°C 恆溫

載流氣體：氮氣，30.0mL/min

管 柱：不銹鋼管柱，6.1m× 3.2mm, 10%FFAP on 80/100 mesh

Chromosorb WAW-DMCS

標準樣品：分析物溶於CS₂中

測試範圍：2.98~11.8mg/樣品

分析變異係數值(CV_a)：1.4%

預估偵測極限：0.01mg/mL

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							
管柱		fused silica WCOT DB-Wax, 30m× 0.53 mm ID, 1 μ m		fused silica WCOT DB-Wax, 30m× 0.53 mm ID, 1 μ m		fused silica WCOT DB-Wax, 30m× 0.53 mm ID, 1 μ m	
溫度							
注入口		200°C		200°C		200°C	
偵檢器		250°C		250°C		250°C	
管柱		10 / min 40 70 (2min)		10 / min 40 70 (2min)		35°C持續6分鐘	
流率							
空氣		400mL/min		400mL/min		400mL/min	
氫氣		30mL/min		33mL/min		33mL/min	
氮氣		7.0mL/min		10.0mL/min		5.6mL/min	
檢量線範圍		0.23-7.51mg/mL		0.23-7.51mg/mL		0.23-7.51mg/mL	
線性相關係數		0.9999		0.9994		0.9989	
平均脫附效率		100.4%		105.3%		101.6%	
分析變異係數		1.8%		2.6%		1.0%	
盲樣 測試	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 (%)
樣品一	1.252	1.222	-2.40	1.458	16.45	1.198	-4.31
樣品二	2.504	2.508	+0.16	2.611	4.27	2.653	5.95
樣品三	5.008	4.904	-2.08	5.283	5.49	5.241	4.65
樣品四							
平均							

二、分析圖譜及分析條件

1. 圖譜

n-Pentane

2. 分析條件

	條	件
儀器	HP 5890 GC/FID	
管柱	fused silica WCOT, DB-Wax 30m× 0.53mm ID, 1 μm	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	30 mL/min	
氮氣	7.0 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	40°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$ 70°C (2min)	

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	1.878	1.880	100.1	3.756	3.738	99.5	7.362	7.369	101.5
2	0	1.878	1.865	99.3	3.756	3.781	100.7	7.362	7.289	100.4
3	0	1.878	1.894	100.8	3.756	3.691	98.3	7.362	7.202	99.2
4	0	1.878	1.874	99.8	3.756	3.899	103.8	7.362	7.387	101.7
5	0	1.878	1.870	99.6	3.756	3.715	98.9	7.362	7.341	101.1
6	0	1.878	1.903	100.3	3.756	3.900	103.8	7.362	7.076	97.4
平均值				100.2			100.9			100.2
標準偏差				0.77			2.45			1.64
變異係數				0.77			2.43			1.64

三個濃度之平均脫附效率 = 100.4%

分析變異係數(CV_a) = 1.76%

表三 儲存穩定性

天數	正戊烷回收率*(%)(添加量=3.756mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100	100	100	100	100	100
3	101.6	99.7	99.4	100.4	99.7	97.8
6	99.7	98.2	101.1	97.5	98.2	96.7
9	95.8	94.2	96.9	95.4	95.2	92.4
12	97.4	95.7	95.8	92.7	91.6	94.7
15	94.4	96.1	93.9	90.6	88.7	91.7
第15天之平均值	94.8			90.3		

*指相對於第一天分析結果之回收率