

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA5031(A級) 乙 基 胺 ethylamine 編輯日期：10/30/2003

容許濃度 參考資料：OSHA 36 (5/1982)

行政院勞工委員會：10 ppm

OSHA : 10 ppm

分子式：C₂H₅NH₂

NIOSH : 10 ppm

ACGIH : 5 ppm(皮)[1]

分子量：45.09

(1ppm = 1.8 mg/m³)

基本物性：

別名：1-aminoethane, aminoethane,
monoethylamin, ethanamine.

液態：密度0.803~0.806 g/mL @25 °C

沸點：16.7 °C

蒸氣壓：1.18 atm (20 °C)

CAS No. : 75-04-7A

爆炸範圍：3.5~14 % (v/v)

採	樣[2]	分	析
採樣介質：XAD-7 (內含10 % NBD-chloride)		儀 器：HPLC	
流 率：200 mL/min		分析物：ethylamine之衍生物	
採樣體積：最小 0.75 L @20 ppm		脫附：2 mL THF內含 5 %(w/v) NBD-chloride	
最大 15 L		注射量：15 μL	
樣本運送：例行性，避免光照		偵檢器：UV/VIS	
樣本穩定性：15天 @25 °C		管 柱：250 mm × 4 mm ID, Merck Lichrosphere	
現場空白樣本：每批樣本數的10 %，至少		Si-60，管內填充物粒徑5 μm	
需二個以上		移動相：iso-octane/iso-propanol：75/25 (v/v)	
準 確 度 [2]		流率：1.0 mL/min	
範 圍：0.009-0.53 mg/m ³		偵測波長：450 nm	
偏 差：未測定		標準樣品：分析物溶於2 mL THF內含 5 % (w/v)	
總變異係數(CV _T)：3.3 %		NBD-chloride	
		檢量線範圍：0.022~0.224 mg/mL	
		可量化最低量：0.044 mg/樣本	
		分析變異係數(CV _a)：1.8 %	

適用範圍：採集10 L 的空氣樣本，其適用之分析濃度範圍是 5.0~20 ppm。

干 擾：在分析時任何與乙基胺衍生物同一滯留時間者，均會造成干擾。

安全衛生注意事項：乙基胺為壓縮性氣體，會腐蝕眼睛、呼吸道及皮膚，可能引起呼吸到傷害，低濃度蒸氣可能引起暫時性視覺干擾。其暴露主要症狀有刺激感、打噴嚏、咳嗽、噁心、呼吸困難、灼傷、流淚、結膜炎等。乙基胺蒸氣比空氣重，會傳播至遠處，遇火源可能造成回火，火場中可能釋出毒氣。熱會使鋼瓶內壓力快速增加，造成破裂。

其它方法：本方法沿格 NIOSH S144 及 OSHA36 分析方法。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：四氫呋喃 (試藥級)。
- 1.2 分析物：乙基胺水溶液(70 %) (試藥級)。
- 1.3 NBD-chloride (4-chloro-7-nitrobenzo furazan) (試藥級)。
- 1.4 碳酸氫鈉 (試藥級)。
- 1.5 異辛烷(iso-octane) (HPLC級)。
- 1.6 異丙醇(iso-propanol) (HPLC級)。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：XAD-7 (100 mg/50 mg)內含10 % (w/v)NBD-chloride，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析方法通則篇」之採樣介質[4]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 200 mL/min。
- 2.3 液相層析儀：備有紫外光/可見光(UV/VIS)偵檢器、積分器及管柱(附適當的保護管柱)。
- 2.4 1.8 及4 mL 玻璃瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 10 μ L、 1 mL、 2.5 mL 之注射針筒。
- 2.6 10 mL、 100 mL 量瓶。
- 2.7 天平、溫度計及可控溫水浴槽。

3. 採樣

- 3.1 以個人採樣泵連接XAD-7管，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析方法通則篇」之採樣[4]。
- 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 200 mL/min，應採集的空氣體積約0.75~15 L。
- 3.3 以塑膠塞封濾紙匣，並以石蠟薄膜 (parafilm) 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「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析方法通則篇」之脫附效率[4]。

4.1.2 將XAD-7 採集管兩端切開，倒出後段的採集介質，丟棄之。

4.1.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入於前段的XAD-7 採集管上，每樣本的添加量為0.09 mg~0.36 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 將樣本倒入4mL 小瓶中，注意玻璃棉亦要倒入。

4.1.6 加2 mL 脫附劑，再加25 mg NaHCO_3 後加蓋，並劇烈振盪30分鐘，然後置於60 °C 熱水浴中加熱2.5 小時，將其取出冷卻至室溫，進行分析。

4.1.7以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2樣本脫附

4.2.1 將XAD-7 採集管兩端切開。

4.2.2 將前、後段XAD-7 倒於4 mL 玻璃瓶中加入2 mL THF 脫附劑（內含10 % (w/v) NBD-chloride），並分別加入25 mg NaHCO_3 後加蓋，以手劇烈振盪30分鐘。

註：一般的振盪器振盪力不足，則易造成反應不完全而降低脫附效率。

4.2.3 將脫附之樣本放入60 °C 之熱水浴中，加熱2.5小時以使其反應完全，將其取出冷卻至室溫。

4.2.4 冷卻後將溶液取出，裝於1.8 mL 之玻璃小瓶中，加蓋後，以HPLC 進行分析。

5.檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析方法通則篇」之檢量線製作與品管[4]。

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。所建立之濃度範圍約為0.022~0.224 mg/mL。

(註：至少應配製五種不同濃度之標準溶液，以建立檢量線)。

5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線圖。

5.2 品質管制

5.2.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析方法通則篇」之檢量線製作與品管[4]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	HPLC
管柱	250 mm × 4 mm ID, Merck Lichrosphere Si-60， 管內填充物粒徑5 μm (或同級品)
移動相	異辛烷／異丙醇：75/25 (v/v)
偵檢器	UV/VIS
流率	1.0 mL/min
偵測波長	450 nm

6.2 滯留時間

化 合 物	分 鐘
ethylamine	6.69

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/樣本)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
ethylamine	10	5.0~20.0	0.090~0.36	84.3	1.8

*採集介質為 SKC 型號 226-96 內含 10 % (w/v)NBD chloride 之 XAD-7 採集介質。

**行政院勞工委員會民國84年6月之標準。

6.4 注射樣本進入液相層析儀，使用自動注射器或手動方式，將15 µL樣本注射進入液相層析儀。

6.5以電子積分器或其他適當方法計算分析物的波峰面積（或高度），分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

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

式中：

C：空氣中有害物濃度 (mg/m³)

V：採集氣體體積 (L)

W_f：前段XAD-7管採集介質前段所含分析物之質量 (mg)

W_b：後段XAD-7管採集介質後段所含分析物之質量 (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。

8. 方法驗證

	測 試 1
儀 器	HPLC
管 柱	250 mm × 4 mm ID, Merck Lichrosphere Si-60 , 管內填充物粒徑 5 μm (或同級品)
移 動 相	iso-octane/iso-propanol : 75/25 (v/v)
流 率	1 mL/min
偵 檢 器	UV/VIS
波 長	450 nm
平均脫附效率(%)	90.0
CVa (%)	1.1

9. 高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

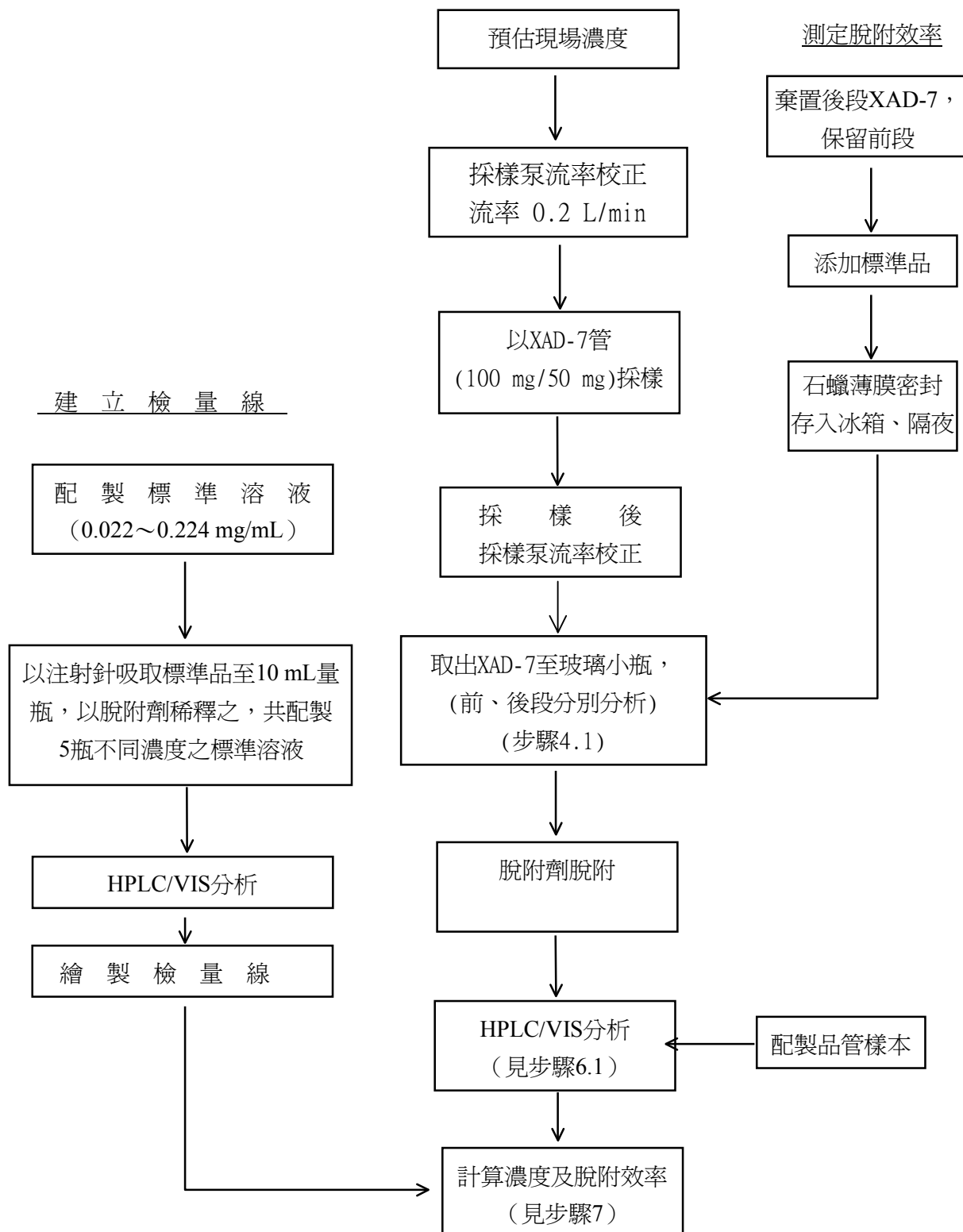
未測定

10. 參考文獻

- [1] TLVs--Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents in the Work Environment with Intended Changes for 2002-60, ACGIH, Cincinnati, OH 2002.
- [2] OSHA Method No. 36, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, UT, 84165, 1982.
- [3] 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。
- [4] 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。

附註一 採樣分析流程圖

乙基胺 採樣及分析



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 36 分析方法而成。

2.儀器分析條件

方 法：HPLC

脫 附：2 mL THF內含5 % NBD chloride 之脫附劑，並添加 25 mg NaHCO_3 至每一個玻璃瓶中。

注射量：15 μL

偵檢器：螢光偵檢器，激發波長 465 nm，發射波長525 nm。

管 柱：Waters Radial-CN (normal phase) 正相之CN管柱。

標準樣品：分析物溶於2 mL THF內含 5 % (w/v)NBD-chloride。

移動相：iso-octane/iso-propanol：80/20 (v/v)。

流 率：2 mL/min

預估偵測極限：1.8 ng

滯留時間：3.3 min

分析精密度偏差(CV_a)：0.4 %

3. OSHA 36 分析方法評估

在OSHA現場採樣操作手冊中，是建議以內含硫酸之衝擊式採集瓶進行空氣樣本之採集；而在NIOSH S221及S144分析方法，則建議以矽膠管進行空氣樣本採集。以上之建議方法最後均以氣相層析儀進行分析，而上述採集方法之缺點為：(1)衝擊式採集瓶較不適用於現場採樣；(2)在以矽膠管為採集介質時aliphatic amine不穩定；(3)以氣相層析儀進行脂肪胺(aliphatic amine) 分析時含有分波峰拖尾(tailing)現象，甚至出現鬼峰(ghost peak)，分析管柱被破壞之現象)，在OSHA 36分析方法中，因乙基胺與NBD-chloride先形成衍生物，因此無上述各項問題出現，本分析方法之偵測極限為1.8 ng/樣本，在16 ppb下之全程偵測極限為0.29 μg /樣本。15天之樣本儲放穩定性測試，是在24°C (640 mmHg)，80 % RH下，產生11.1 ppm ethylamine 標準氣體進行測試，並以200 mL/min 採樣流率以採集管採集50 分鐘，總採氣體積10 L，將6個樣本立即進行萃取分析，並將15個樣本在室溫下貯存，另15個樣本則在0 °C 下貯存，每隔3天取出3個樣本進行分析，則15天後室溫、冷藏貯存樣本之回收率均可達88 %，再現性測試方面，我們是採得11.1 ppm 之ethylamine 6 個樣本，在室溫貯存21天後測試此6個樣本之回收率仍可達96 %。在5~

20 ppm 濃度範圍下，其分析精密度偏差為0.4 %，而全精密度偏差 CV_T 為0.156，其平均回收率可達97.9 %，平均標準偏差為2.3 %，此方法目前尚未正式經現場驗證。ethylamine之破出測試是將後段採集介質去除，留下前段進行測試，在23.5 °C (637.5 mmHg)，80 % 相對濕度下，採集 21.7 ppm ethylamine 樣本，則平均破出體積為 22.4 L，其採集量為0.896 mg，5 %建議破出體積為19.9 L，經測試其平均脫附效率為82.7 %。