

行政院勞工委員會

勞工安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號RM019A

乙二胺

Ethylenediamine

3/10/1999

容許濃度

參考資料：NIOSH P&CAM 276 [1] 8/1/1978

勞委會：10 ppm [2]

OSHA：10 ppm

分子式： $H_2NCH_2CH_2NH_2$

NIOSH：10 ppm

分子量：60.10

ACGIH：10 ppm

別名：1,2-diaminoethane, 1,2-ethanediamine

(1 ppm = 2.46 mg/m³, @ NTP)

CAS No.：107-15-3

基本物性：

RTECS No.：KH8575000

液態，密度0.90 g/mL @ 20°C

沸點：116-117 °C

蒸氣壓：1.43 kPa (10.7mmHg)

閃火點：34°C

採 樣	分 析
採樣介質：矽膠管 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10 ~ 200 mL/min	分析物：乙二胺衍生物 (1,2-(dibenzylideneamino)ethane)
採樣體積：最小：3 L @ 10 ppm 最大：18 L @ 20 ppm	脫 附：1 mL 甲醇，振動50分鐘以上 衍 生：5 μ L 苯甲醛，振動40分鐘以上
樣品運送：例行性	注射量：1 μ L
樣品穩定性：15天，冷藏4°C	儀器分析條件：
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少 需二個以上。	溫度—注入口：230°C —偵檢器：280°C
準 確 度 [1]	20°C/min
範 圍：0.2~7 mg/sample	—管柱：70°C —————> 230°C (2 min) (5 min)
偏 差：5 %	載流氣體：氮氣，15 mL/min
總變異係數 (CV _T)：未測定	管柱：fused silica WCOT DB-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μ m
準 確 度：± 14 %	標準樣品：分析物溶於1 mL 甲醇中 檢量線範圍：0.025~0.98 mg/mL 可量化最低濃度：0.025 mg/mL 分析變異係數(CV _a)：1.2%

適用範圍[1]：本方法的有效分析範圍為0.2~7 mg/sample。

干擾[1]：水蒸汽不會明顯影響捕集效率，大量的氨或一級胺類存在時，導致可和分析物反應之苯
甲醛量的降低，唯此干擾可藉加入更多的苯甲醛予以解決。

安全衛生注意事項：乙二胺蒸汽會刺激眼睛、鼻子、喉嚨及呼吸系統，液體會對眼睛造成
嚴重傷害並對皮膚造成嚴重灼傷。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：甲醇(層析級)。
- 1.2 分析物：乙二胺(純度>99.5%)。
- 1.3 衍生劑：苯甲醛(純度>99%)
- 1.4 氮氣。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：矽膠管(100 mg/50 mg)，見”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率 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 2 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(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 0.01 mL。
- 2.6 10 mL的量瓶。
- 2.7 5 mL的吸管和吸球。
- 2.8 振盪器。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，進行流率校正，見”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”。
- 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 ~ 18 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，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 見”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之脫附效率”。
 - 4.1.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段的矽膠，丟棄之。
 - 4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量為 0.12 ~

0.49 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，與衍生劑反應後進行分析。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開矽膠管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之矽膠倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之矽膠倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶中。

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 以振盪器振盪 50 分鐘。

4.2.4 加入衍生劑 5 μ L，以振盪器振盪 40 分鐘後測定。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇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 1 mL 脫附劑及 5 μ L 衍生劑的玻璃小瓶中，並振盪 40 分鐘後測定，所建立之檢量線濃度範圍約為 0.025 ~ 0.98 mg/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 以波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇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-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	15
溫度(°C)	
注入口	230 °C
偵檢器	280 °C
	20°C/min
管柱	70°C —————> 230°C (2 min) (5 min)

註：上述條件是以Varian 3400為例所得者，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)
苯甲醛	4.43
乙二胺衍生物	11.46

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	脫附質量 (mg/sample)	平均 脫附效率(%)	分析變異係數 CVa (%)
乙二胺	10	5~20	0.12~0.49	98.8	1.2

* 採樣介質為SKC 226-10 矽膠管 (100 mg/50 mg)

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技術 (solvent flush injection technique)—利用 10 μL 之注射針筒先以溶劑(甲醇)沖刷數次，濕潤針管與活塞，取 3 μL 溶劑後，吸入 0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 1 μL 樣品後，在空氣中後退 1.2 μL ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之樣品實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以甲醇稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積，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/m^3)

V：採集氣體體積 (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

	覆驗1	覆驗2
儀 器	GC/FID (Shimadzu)	GC/FID (HP 5890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230 °C	200 °C
偵檢器	280 °C	250 °C
管 柱	20°C/分 100°C —————> 230°C (2 min) (10 min)	10°C/分 20°C/分 90°C——> 120°C——>230°C (2 min) (0 min) (6.5 min)
流率 (mL/min)		
空氣	550	400
氫氣	48	33
氮氣	12 mL/min	11.3 mL/min
管柱	fused silica WCOT, DB-1, 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	fused silica WCOT, DB-1, 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
平均脫附效率	87.0%	90.2%
CV _a	5.8%	3.2%
滯留時間	12.21 min	13.34 min

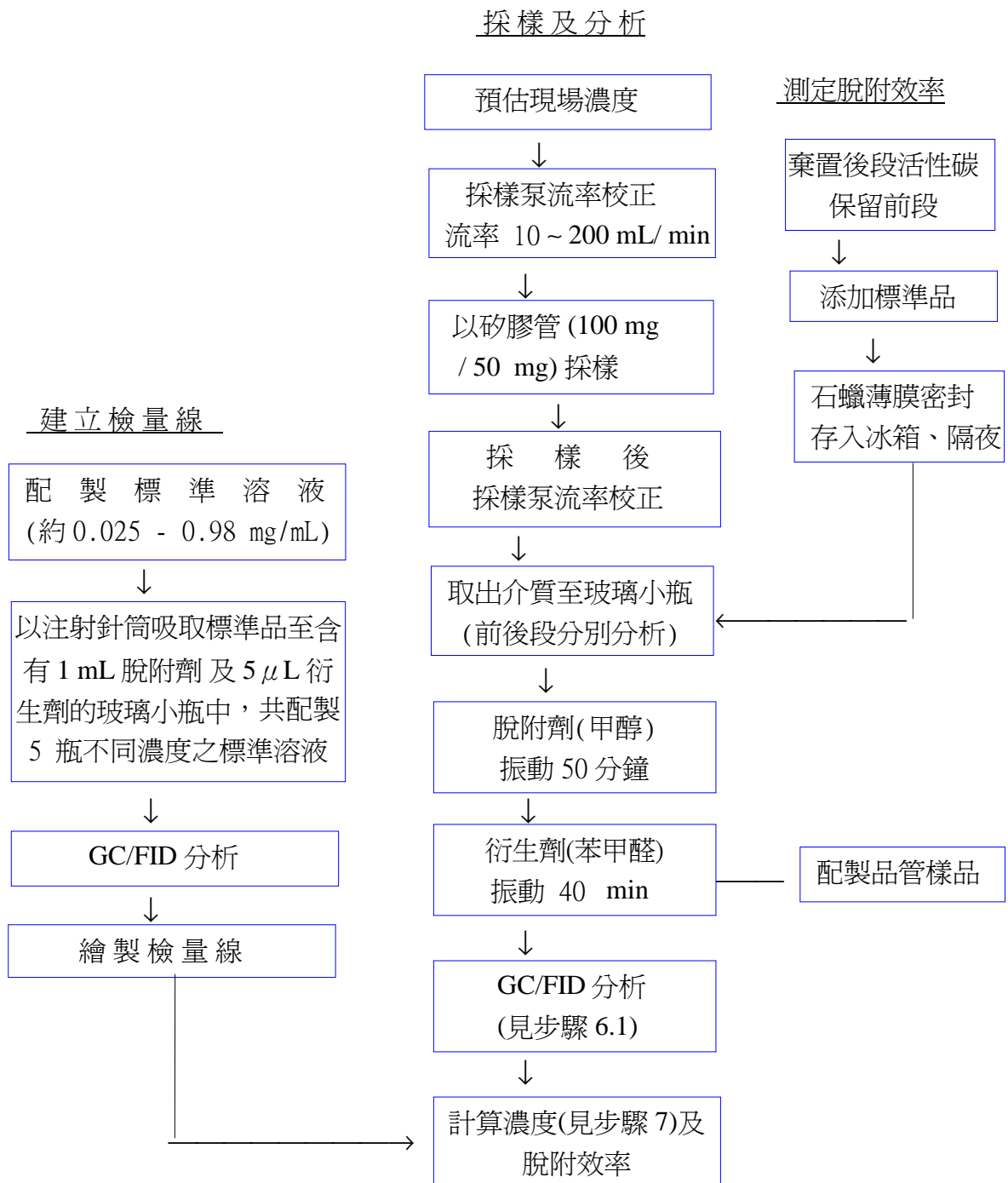
9. 高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以注射驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於 30 °C，80% RH高濕環境下進行6個樣品之破出測試；乙二胺測試濃度為20 ppm，採樣速率為 200 mL/min，經140分鐘後，有破出現象產生，故建議最大採樣體積為18L。在高濕環境下採集36個樣品，進行15天樣品貯放穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為59.4%，於冷藏下貯存樣品之回收率為95.3%。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd ed. Method P&CAM276 ,U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 1978.
- [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。

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 P&CAM 276 分析方法[1]而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：2 mL 4:1 甲醇:水，振動2小時。

衍 生：10 μ L 苯甲醛，振動20 分鐘。

注射量：3 μ L

溫度—注入口：200°C

—偵檢器：250°C

—管 柱：200°C

載流氣體：氮氣，30 mL/min

管 柱：不鏽鋼管，0.6 m \times 4 mm i.d.，填充 10% SE-30於80/100 mesh Supelcoport

標準樣品：乙二胺溶於4:1 甲醇:水。

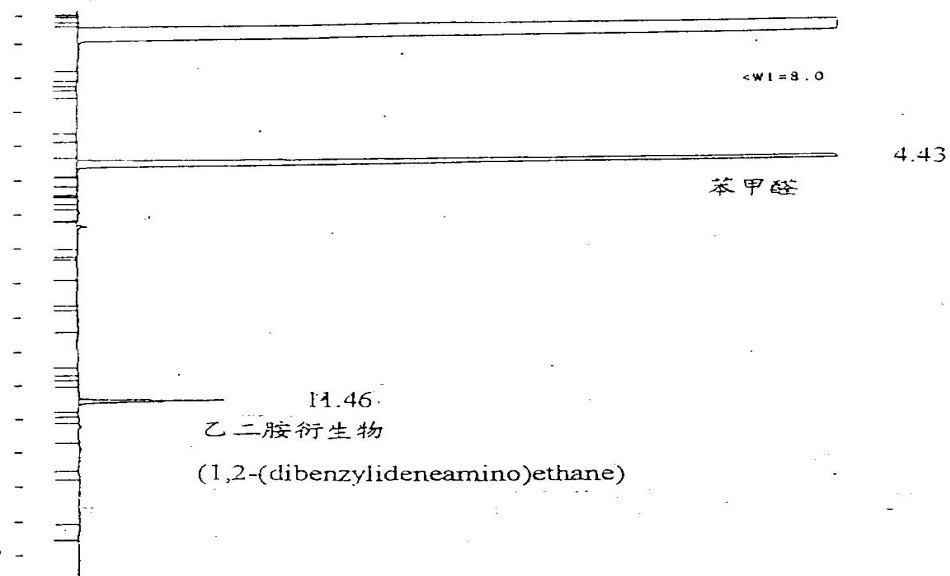
測試範圍：0.2 ~ 7 mg/sample

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							
管柱		fused silica WCOT DB-1, 30m×0.53 mm ID, 1 μm		fused silica WCOT DB-1, 30m×0.53 mm ID, 1 μm		fused silica WCOT DB-1, 30m×0.53 mm ID, 1 μm	
溫度							
注入口		230°C		230°C		230°C	
偵檢器		280°C		280°C		280°C	
管柱		20°C/分 70°C —————→ 230°C		20°C/分 100°C —————→ 230°C		10°C/分 20°C/分 50°C —————→ 120°C —————→ 120°C	
流率		(2分) (5分)		(2分) (10分)		(2分) (0分) (6.5分)	
空氣		400 mL/min		550 mL/min		400 mL/min	
氫氣		33 mL/min		48 mL/min		33 mL/min	
氮氣		15 mL/min		12 mL/min		11.3 mL/min	
檢量線範圍		0.025 - 0.98 mg/mL		0.025 - 0.98 mg/mL		0.025 - 0.98 mg/mL	
線性相關係數		0.9998		0.9998		0.9994	
平均脫附效率		98.8%		87.0%		90.2%	
分析變異係數		1.2%		5.8%		3.2%	
盲樣	配製值	測定值	偏差	測定值	偏差	測定值	偏差
測試	(mg/樣品)	(mg/樣品)	(%)	(mg/樣品)	(%)	(mg/樣品)	(%)
樣品一	0.526	0.512	-2.7	0.513	-2.5	0.545	3.6
樣品二	1.053	1.104	4.8	1.110	5.4	1.107	5.1
樣品三	1.579	1.597	1.1	1.582	0.19	1.574	-0.32

二、分析圖譜及分析條件

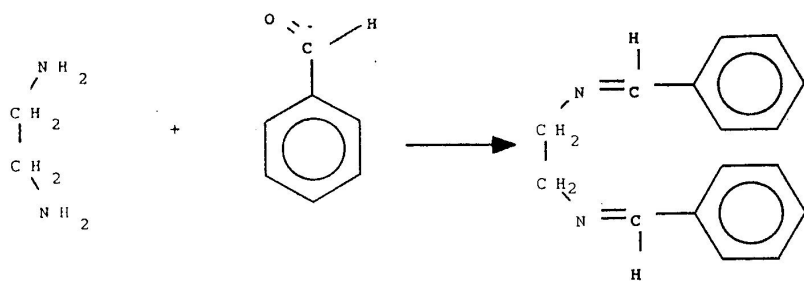
1. 圖譜



2. 分析條件

	條 件
儀器	Varian 3400 GC/FID
管柱	Fused silica WCOT DB-1 30 m × 0.53 mm ID
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	15
溫度(°C)	
注入口	200°C
偵檢器	250°C
	20°C/min
管柱	70°C —————> 230°C (2分) (5分)

3. 衍生反應



表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)
1	0	0.123	0.122	99.2	0.246	0.241	98.0	0.492	0.490	99.6
2	0	0.123	0.121	98.4	0.246	0.243	98.8	0.492	0.488	99.2
3	0	0.123	0.123	100	0.246	0.244	99.2	0.492	0.483	98.2
4	0	0.123	0.117	95.1	0.246	0.246	100	0.492	0.491	99.8
5	0	0.123	0.122	99.2	0.246	0.245	99.6	0.492	0.488	99.2
6	0	0.123	0.119	96.7	0.246	0.244	99.2	0.492	0.489	99.4
平均值				98.1			99.1			99.2
標準偏差				1.85			0.69			0.56
變異係數(%)				1.9			0.70			0.56

三個濃度之平均回收率 = 98.8 %

分析變異係數 (CV_a) = 1.2%

表三 儲存穩定性

天數	乙二胺相對回收率* (%) (添加量 = 0.24 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100	100	100	100	100	100
3	100	99.0	100	98.4	99.3	97.2
6	99.5	98.3	100	96.4	95.3	94.2
9	99.4	98.4	98.0	83.0	79.1	81.5
12	98.4	97.0	97.6	71.2	70.2	68.3
15	96.4	94.1	95.5	58.8	61.2	58.3

* 指相對於第一天分析結果之回收率