

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

RM006A 正戊烷

n-PENTANE 9/12/1996

<p>容許濃度 勞委會：600 ppm[2] OSHA：1000 ppm NIOSH：120 ppm，Ceiling 610 ppm ACGIH：600 ppm，STEL 750 ppm (1 ppm = 2.95 mg/m<sup>3</sup>，@ 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：68.3 kPa (512.5 mmHg，-- %v/v) @ 20°C     爆炸範圍：1.4~8.0 % (v/v in air)</p>	<p>參考資料：NIOSH 1500 8/15/1994〔1〕  分子式：CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>CH<sub>3</sub>；C<sub>5</sub>H<sub>12</sub>  分子量：72.15  別名：  CAS No.：109-66-0  RTECS No.：RZ9450000</p>
--	--

採 樣	分 析
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流 率：10 ~ 50 mL/min 採樣體積：最小：0.2 L [1]           最大：3.8 L @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。 原料樣品：1-10mL，和樣品分開貯存於不           同的運輸箱中</p>	<p>方 法：GC/FID 分析物：n-pentane     脫 附：1 mLCS<sub>2</sub>，放置30分鐘 注射量：2 μL 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 —————&gt; 70°C                   (2 min) 載流氣體：氮氣；7 mL/min 管柱：fused silica WCOT DB-WAX，       30 m × 0.53 mm ID, 1 μm 標準樣品：分析樣品溶於1mL之CS<sub>2</sub>中。 檢量線範圍：0.23~7.51 mg/mL 可量化最低濃度：0.23 mg/mL 分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：1.8 %</p>
準 確 度〔1〕	
<p>範 圍：1476~6190 mg/m<sup>3</sup> (2L樣品) 偏 差：-8.4 % 總變異係數(CV<sub>T</sub>)：5.5 % 準 確 度：± 16.6 %</p>	

適用範圍[1]：適用於測定OSHA所列管，沸點在戊烷(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，唯化合物彼此間的交互作用，可能會降低採樣介質的吸收量和其脫附效率。

干 擾[1]：在高濕環境下，採樣介質可能減少50%的吸收，增加破出率。其它高揮發有機溶劑，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。如果有可疑的干擾現象，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：n-pentane及CS<sub>2</sub>均屬第3類，易燃液體，會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統，CS<sub>2</sub>為第六類危害物質，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：CS<sub>2</sub> (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 (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  $\mu$ L 之注射針筒。

2.7 10mL量瓶。

2.8 超音波振盪器。

## 3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，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 ~ 50 mL/min，應採集的空氣體積約 0.2 ~ 3.8 L。

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”勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇”。

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 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 1.9 ~ 7.4 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 的玻璃小瓶中。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 的玻璃小瓶中。

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 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”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 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 ~ 7.51 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-WAX 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	30
氮氣	7
溫度(°C)	
注入口	200 °C
偵檢器	250 °C
管柱	10°C/min 40°C → 70°C (2 min)

---

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 <sub>2</sub>	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)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 (%)
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 (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  $\mu\text{L}$  之注射針筒先以溶劑( $\text{CS}_2$ )沖刷數次，濕潤針管與活塞，取3  $\mu\text{L}$

溶劑後，吸入0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入2  $\mu\text{L}$  樣品後，

在空氣中後退1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針管樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔1.9 ~ 2.1  $\mu\text{L}$ 。

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 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

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 (°C)	200 °C	200 °C
注入口	250 °C	250 °C
偵檢器	10°C/分	35 °C 持續6分鐘
管 柱	40°C —————> 70°C (2 min)	
流率 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	33	33
氮氣	10 mL/min	5.6 mL/min
管柱	fused silica WCOT, DB-WAX, 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	fused silica WCOT, DB-WAX, 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
平均脫附效率	105.3%	101.7%
CV <sub>a</sub>	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；戊烷測試濃度為1200 ppm，採集流率為 80 mL/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。在高濕環境下採集36個樣品，進行15天樣品貯存穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為 90%，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 , U.S. Department of Health , Education and Welfare , Publ. (NIOSH) 1994.

[2] 勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工安全委員會，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，行政院勞工安全委員會，民國84年12月。

### 一般參考文獻

[4] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd. ed. , V. 1 , P&CAM 127 U.S. Department of Health , Education , and Welfare , Publ , (NIOSH ) 77-157-A (1977).

[5] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd . ed . , V. 2 , S28 , S89 ,S90 , S94 , U.S. Department of Health , Education , and Welfare , Publ . ( NIOSH ) 77-157-B (1977).

[6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S311,S343,S378,S379, U.S. Department of Health ,Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).

[7] R. D. Driesbach , “Physical Properties of Chemical Compounds” ； Advances in Chemistry Series , No. 15 ； American Chemical Society ,Washington (1955).

[8] R. D. Driesbach , “Physical Properties of Chemical Compounds—II” ； Advances in Chemistry Series , No. 22 ； American Chemical Society ,Washington (1959).

[9] Code of Federal Regulations ； Title 29 (Labor) , Parts 1900 to 1910 ； U.S. Government Printing Office , Washington , (1980) ； 29 CFR 1910. 1000.

[10] Criteria for a Recommended Standard .. Occupational Exposure to Alkanes (C5-C8 ),U.S. Department of Health , Education, and Welfare, Publ . (NIOSH) 77-151 (1977).

[11] Documentation of the NIOSH Validation Tests , S28,S82,S90,S94,S311,S343,S378,S379,U.S.

Department of Health , Education , and Welfare ,Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).





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 (II) S379分析方法[1]而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL CS<sub>2</sub>，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，30mL/min

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

W AW-DMCS

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub> 中

測試範圍：2.98 ~ 11.8mg/樣品

分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：1.4%

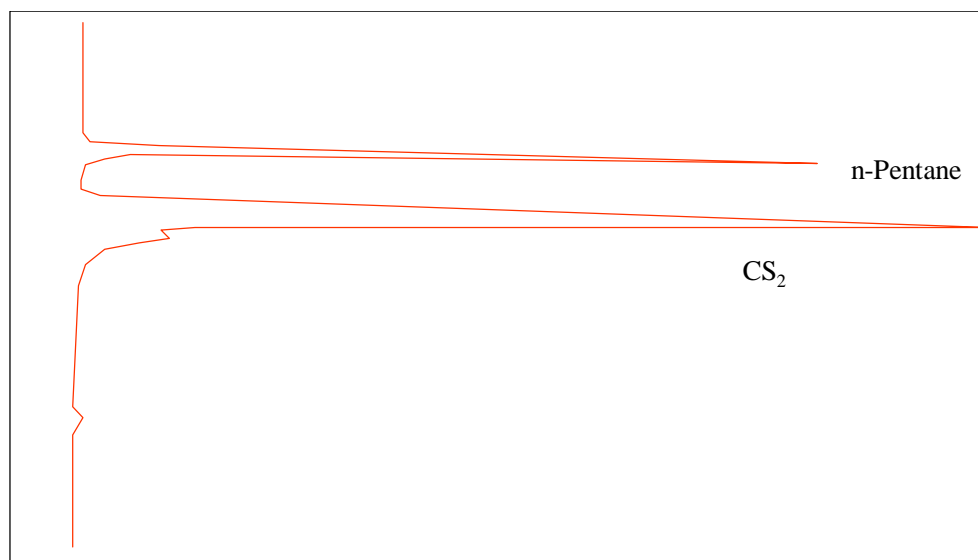
預估偵測極限：0.01 mg/mL

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	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		
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	200℃		200℃		200℃		
注入口	250℃		250℃		250℃		
偵檢器	10℃/min		10℃/min		10℃/min		
管柱	40℃ —————→ 70℃ (2min) (0 min)		40℃ —————→ 70℃ (2 min) (0 min)		35℃持續6分鐘		
流率	400 mL/min		400 mL/min		400 mL/min		
空氣	30 mL/min		33 mL/min		33 mL/min		
氫氣	7 mL/min		10 mL/min		5.6 mL/min		
氮氣							
檢量線範圍	0.056 - 7.51 mg/mL		0.23 - 7.51 mg/mL		0.23 - 7.51 mg/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	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	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



### 2. 分析條件

	條 件
儀器	HP 5890 GC/FID
管柱	fused silica WCOT DB-Wax , 30 m × 0.53 mm ID , 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	30
氮氣	7
溫度(°C)	
注入口	200°C
偵檢器	250°C
管柱	10°C/min 40°C —————> 70°C (2 min)

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 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 (%)
1	0	1.878	1.880	100.1%	3.756	3.738	99.5%
2	0	1.878	1.865	99.3%	3.756	3.781	100.6%
3	0	1.878	1.894	100.8%	3.756	3.691	98.3%
4	0	1.878	1.874	99.8%	3.756	3.899	103.8%
5	0	1.878	1.870	99.6%	3.756	3.715	98.9%
6	0	1.878	1.903	101.3%	3.756	3.900	103.8%
平均值				100.2%			100.4%
標準偏差				0.0077			0.0175
變異係數				0.77%			1.75%

三個濃度之平均回收率 = 100.4 %

分析變異係數 ( $CV_a$ ) = 1.75 %

表三 儲存穩定性

天數	戊酸相對回收率* (%) (添加量 = 100%)			
	冷 藏			
0	100%	100%	100%	100%
3	101.6%	99.7%	99.4%	100.4%
6	99.7%	98.2%	101.1%	97.5%
9	95.8%	94.2%	96.9%	95.4%
12	97.4%	95.7%	95.8%	92.7%
15	94.4%	96.1%	93.9%	90.6%

(94.8%)

(90.3%)

\* 指相對於第一天分析結果之回收率