## 行政院勞工委員會採樣分析參考方法

CLA5039乙苯

Ethyl benzene

容許濃度

參考資料: NIOSH 1501(8/15/1994)[1]

勞委會:100ppm[2]

OSHA: 100ppm

分子式: C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>

NIOSH: 100ppm

ACGIH: 100ppm

分子量:106.17

 $(1ppm = 4.34mg/m^3)$ 

基本物性:

別名:

液態:密度0.867 g/mL @20℃

沸點:136.25℃

CAS No.: 100-41-4

熔點:-95.01℃

蒸氣壓:1.28kPa(9.6mmHg) @25℃

RTECS No.: DA 0700000

採樣介質:活性碳管(100mg/50mg)

流 率:10~200mL/min 採樣體積:最小:10L[1]

最大:24L @198ppm

樣品運送:例行性

樣品穩定性:15天,4℃

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: 乙苯

脫 附:1mL CS2,放置30分鐘以上

注 射 量:1μL 儀器分析條件:

溫度—注入口:200℃ —偵檢器:250℃

一管柱:100℃持續7分鐘

載流氣體: 氮氣, 17mL/分鐘

進 確 度[1]

範 **宣**: 222~884mg/m<sup>3</sup>

偏 差:4.0%

總變異係數(CV<sub>T</sub>):8.9%

準確度:未測定

管 柱:fused silica WCOT DB-1

 $30m \times 0.53mm$  ID,  $1 \mu m$ 

標準樣品:分析物溶於1mL之CS2中 檢量線範圍:0.87~13.0mg/mL 可量化最低濃度:0.87mg/mL 分析變異係數(CV2):0.6%

適用範圍:適用於分析芳香劑化合物的Ceiling和TWA值,可同時測定多種化合物,唯化合物
在世界的交互作用,可能會降低類樣介質的磁中體積和股份效素。

彼此間的交互作用,可能會降低採樣介質的破出體積和脫附效率。

干 擾[1]:使用本管柱將可避免其它飽和碳氫化合物 (≦C10)的干擾。在高濕環境下,採集介質之破出體積可能減少50%,增加破出。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,宜採用極性較弱的

管柱或改變管柱的溫度條件。

安全衛生注意事項:乙苯及CS2均屬第3類危害化學物質,爲易燃液體,會刺激眼睛、皮膚、呼吸系統。CS2亦爲第6類危害物質,應置於陰涼且通風良好處,並遠離火源

;使用操作時應配載護目鏡、口罩及手套,並於通風良好的煙櫃中進行

0

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>(分析級)。
- 1.2 分析物:乙苯(試藥級)。
- 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。
- 2.2 個人採樣泵:流率約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 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 μ L之注射針筒。

# 3.採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管,進行流率校正,見通則篇之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率,採集空氣。採樣泵流率爲10~200 mL/min,應採集的空氣體積約10~24L。
- 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 見通則之脫附效率。
  - 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 爲2.2~8.7mg。
  - 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 靜置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0.87~13.0mg/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-1                             |   |
|            | $30\text{m}\times~0.53\text{mm}$ ID, $1\mu\text{m}$ |   |
| 流率(mL/min) |   |   |
| 空氣         | 400 mL/min  |   |
| 氫氣         | 33 mL/min   |   |
| 氮氣         | 17.0mL/min  |   |
| 溫度(℃)      |   |   |
| 注入口        | 200°C   |   |
| 偵檢器        | 250°C   |   |
| <b>萱柱</b>  | 100℃持續7分鐘   |   |

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> | 1.8      |
| 乙苯              | 6.1      |

#### 6.3 脫附效率\*

| 化合物 | 容許濃度  | 相當採樣體積 | 添加量         | 平均脫附  | 分析變異     |
|-----|-------|--------|-------------|-------|----------|
|     | (ppm) | (L)    | (mg/sample) | 效率(%) | 係數CVa(%) |
| 乙苯  | 100   | 5-20   | 2.2-8.7     | 102.8 | 0.6      |

<sup>\*</sup> 採樣介質爲SKC 226-01 Lot 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10μL之注射針筒先以溶劑 (CS₂)沖刷數次,濕潤針管與活塞,取3μL溶劑後,吸入0.2μL空氣,以分開溶劑與樣品,針頭再浸入樣品中吸入1μL樣品後,在空氣中後退1.2μL,以減少針頭樣品蒸發之機會,檢視注射針筒之針管樣品佔0.9~1.1μL
- 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<sub>f</sub>:前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

Wo:後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B<sub>f</sub>:現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B<sub>b</sub>: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)                                   |  |  |  |  |
| 分析條件   |  |   |  |  |  |  |
| 溫度     |  |   |  |  |  |  |
| 注入口    | 200°C  | 200°C   |  |  |  |  |
| 偵檢器    | 250°C  | 250°C   |  |  |  |  |
| 管柱     | 70℃持續5分鐘   | 70℃持續6分鐘  |  |  |  |  |
| 流率     |  |   |  |  |  |  |
| 空氣     | 400mL/min  | 400mL/min   |  |  |  |  |
| 氫氣     | 33mL/min   | 33mL/min  |  |  |  |  |
| 氮氣     | 22.OmL/min   | 20.OmL/min  |  |  |  |  |
| 管柱     | fused silica WCOT, DB-1, 30 mx 0.53 mm ID, $1 \mu$ m | fused silica WCOT, DB-1,<br>30 m× 0.53 mm ID, 1μm |  |  |  |  |
| 平均脫附效率 | 101.5%   | 100.9%  |  |  |  |  |
| CVa    | 0.6%   | 3.4%  |  |  |  |  |
| 滯留時間   | 3.3分鐘  | 4.7分鐘   |  |  |  |  |

# 9.高濕環境下破出測試與樣品儲放穩定性測試

本方法評估是以注射針驅動法(Syringe pump drive method)產生標準氣體,並於30℃,80%RH高濕環境下同時進行6樣品之破出測試;乙苯測試濃度爲198ppm,採樣流率爲201mL/min,經180分鐘後,有5%破出現象產生,故建議最大採樣體積爲24L。在高濕環境採集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97%,於冷藏下貯存樣品之回收率為98%,樣品可穩定貯放15天。

## 10.參考文獻

- [1]NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1501, 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6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.1 P&CAM 127, 1977.

## 附註一 採樣分析流程圖

# 採樣及分析 測定脫附效率 預估現場濃度 棄置後段活性碳保 採樣泵流率校正 留前段 流率 10~200mL/min 添加標準品 以活性碳管 (100mg/50mg)採樣 石蠟薄簿膜密封存 建立檢量線 入冰箱、隔夜 採 樣 後 採樣泵流率校正 配製標準溶液 (約0.87-13.00mg/mL) 取出介質至玻璃小瓶 (前後段分別分析) 以注射針筒吸取標準品 至含有 1mL脫附劑的小 瓶中, 共配製5瓶不同濃 脫附劑(CS<sub>2</sub>) 度之標準溶液 脫附30min GC/FID分析 GC/FID分析 配製品管樣品 (見步驟6.1) 繪製檢量線 計算濃度及脫附效率 (見步驟7)

## 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分析方法1501(第四版)[1]。
- 2. 儀器分析條件

方 法:GC/FID

脱 附:1mL CS2,放置30分鐘。

注射量:5μL

溫度─注入口:225℃

—偵檢器:225℃

—管 柱: 15°C/分 50°C → 200°C (3分)

載流氣體: 氮氣或氦氣

管 柱:玻璃管柱,10% OV-275 on 100/120 mesh Chromosorb W-AW,

 $3.0m \times 2mm$  ID

標準樣品:分析物溶於CS2中

測試範圍:4.34~17.34 mg/樣品

分析變異係數值(CVa):8.9%

預估偵測極限: 0.01 mg/mL

表一 分析方法驗證

| グラガガガ A M M M M M M M M M M M M M M M M M |           |            |          |                   |                    |            |          |  |
|---|-----------|------------|----------|-------------------|--------------------|------------|----------|--|
|   |           | 方法製        | 方法製訂單位   |                   | 協同覆驗單位一            |            | 魚單位二_    |  |
| 分析儀器                                      |           | GC/        | GC/FID   |                   | GC/FID             |            | FIC      |  |
| 分析條件                                      |           |            |          |                   |                    |            |          |  |
| 管柱  |           |            |          | fused silica WCOT |                    |            |          |  |
|   |           | ·          |          |                   |                    |            | m× 0.53  |  |
| 次 中                                       |           | mm ID, 1,  | α III    | mm ID, 1,         | $\mu$ III          | mm ID, 1   | αIII     |  |
| 温度  | <b>-</b>  |            |          |                   |                    |            |          |  |
| 注》  | 入口        | 200°C      |          | 200°C             |                    | 200°C      |          |  |
|   | <b>澰器</b> | 250°C      |          | 250°C             | ~ A <del>. '</del> | 250°C      | <b>~</b> |  |
| 管机  | 土         | 100℃持續     | [/分理     | 70℃持續5            | )                  | 70℃持續6<br> | 分理       |  |
| 流率  |           |            |          |                   |                    |            |          |  |
| 空   | 氣         | 400mL/min  |          | 400mL/min         |                    | 400mL/min  |          |  |
| 氫   | 菜         | 33mL/min   |          | 33mL/min          |                    | 33mL/min   |          |  |
| 氮氮  | 鬲         | 17.OmL/min |          | 22.OmL/min        |                    | 20.OmL/min |          |  |
| 檢量線範圍                                     | 童         | 0.87-13    | .00mg/mL | 0.26-11           | .44mg/mL           | 0.87-13    | 100mg/mL |  |
| 線性相關化                                     | 系數        | 0.9        | 994      | 0.9998            |                    | 0.9        | 996      |  |
| 平均脫附郊                                     | 效率        | 102        | 102.8%   |                   | 101.5%             |            | .9%      |  |
| 分析變異化                                     | 系數        | 0.         | 6%       | 0.                | 6%                 | 3.         | 4%       |  |
| 盲樣  | 配製値       | 測定値        | 相對誤差     | 測定値               | 相對誤差               | 測定値        | 相對誤差     |  |
| 測試  | (mg/樣品)   | (mg/樣品)    | (%)      | (mg/樣品)           | (%)                | (mg/樣品)    | (%)      |  |
| 樣品一                                       | 2.168     | 2.276      | 4.98     | 2.095             | -3.37              | 2.302      | 6.18     |  |
| 樣品二                                       | 4.335     | 4.438      | 2.38     | 4.684             | 8.65               | 4.258      | -1.75    |  |
| 樣品三                                       | 8.670     | 8.842      | 2.00     | 8.917             | 2.85               | 8.443      | -2.62    |  |
| 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  | HP5890 GC/FID                                       |   |
| 管柱  | fused silica WCOT DB-1                              |   |
|     | $30\text{m}\times~0.53\text{mm}$ ID, $1\mu\text{m}$ |   |
| 流率  |   |   |
| 空氣  | 400 mL/min  |   |
| 氫氣  | 33 mL/min   |   |
| 氮氣  | 17.0mL/min  |   |
| 溫度  |   |   |
| 注入口 | 200°C   |   |
| 偵檢器 | 250°C   |   |
| 管柱  | 100℃持續7分鐘   |   |

表二 脫附效率

|      |         | 0.5PEL  |         |       | 1PEL    |         |       | 2PEL    |         |       |
|------|---------|---------|---------|-------|---------|---------|-------|---------|---------|-------|
|      | 介質空白    | 添量      | 分析量     | 脱桁效率  | 添量      | 分析量     | 脱桁效率  | 添量      | 分析量     | 脱附效率  |
|      | (mg/樣品) | (mg/樣品) | (mg/樣品) | (%)   | (mg/樣品) | (mg/樣品) | (%)   | (mg/樣品) | (mg/樣品) | (%)   |
| 1    | 0       | 2.168   | 2.278   | 105.1 | 4.335   | 4.415   | 101.8 | 8.670   | 8.815   | 101.6 |
| 2    | 0       | 2.168   | 2.245   | 103.6 | 4.335   | 4.448   | 102.6 | 8.670   | 8.849   | 102.1 |
| 3    | 0       | 2.168   | 2.276   | 105.0 | 4.335   | 4.438   | 102.4 | 8.670   | 8.843   | 102.0 |
| 4    | 0       | 2.168   | 2.280   | 105.1 | 4.335   | 4.445   | 102.5 | 8.670   | 8.736   | 100.7 |
| 5    | 0       | 2.168   | 2.240   | 103.3 | 4.335   | 4.404   | 101.6 | 8.670   | 8.862   | 102.2 |
| 6    | 0       | 2.168   | 2.289   | 105.6 | 4.335   | 4.416   | 101.9 | 8.670   | 8.740   | 100.8 |
| 平均値  |         |         |         | 104.6 |         |         | 102.1 |         |         | 101.6 |
| 標準偏差 |         |         |         | 0.85  |         |         | 0.38  |         |         | 0.59  |
| 變量係數 |         |         |         | 0.81  |         |         | 0.38  |         |         | 0.58  |

三個濃度之平均脫附效率=102.8%

分析變異係數(CVa)=0.615%

表三 儲存穩定性

| 天數       | 乙苯相對回收率*(%)(添加量=4.335mg/樣品) |       |       |       |       |       |  |  |
|----------|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|--|--|
|          |                             | 冷藏    |       |       | 室溫    |       |  |  |
| 0        | 100 100 100                 |       |       | 100   | 100   | 100   |  |  |
| 3        | 101.3                       | 102.9 | 100.2 | 102.5 | 100.5 | 103.1 |  |  |
| 6        | 101.4                       | 101.5 | 99.7  | 101.5 | 99.7  | 100.4 |  |  |
| 9        | 99.5                        | 98.8  | 102.4 | 99.7  | 98.4  | 101.8 |  |  |
| 12       | 99.0                        | 100.2 | 98.2  | 100.1 | 97.9  | 98.5  |  |  |
| 15       | 98.6                        | 97.8  | 98.4  | 98.0  | 96.4  | 97.5  |  |  |
| 第15天之平均值 | 98.7 97.3                   |       |       |       |       |       |  |  |

<sup>\*</sup>指相對於第一天分析結果之回收