



空氣中氣態芳香烴化合物檢驗方法 —以活性碳吸附之氣相層析/火焰離子化偵測法

中華民國81年12月17日(81)環署檢字第50543號公告

NIEA A719.10T

中華民國100年8月11日環署檢字第1000068920號公告修正為NIEA A719.11C



一、方法概要

空氣中氣態芳香烴化合物，以定流量空氣採樣泵收集至活性碳採樣管中，再以適量有機溶劑配合振動器萃取已收集於活性碳採樣管中之待測化合物，取萃液注入氣相層析/火焰離子化偵測器系統，測定樣品中芳香烴化合物之含量。

二、適用範圍

本方法適用於分析大氣及周界中氣態的苯 (Benzene)、甲苯 (Toluene)、鄰—二甲苯 (o—Xylene)、間—二甲苯 (m—Xylene)、對—二甲苯 (p—Xylene)、乙苯 (Ethylbenzene)、正丙基苯 (n—Propylbenzene)、異丙基苯 (Isopropylbenzene)、1, 3, 5—三甲基苯 (1, 3, 5—Trimethylbenzene) 及對—異丙基甲苯 (Isopropyltoluene)，共十種芳香烴化合物。本方法之偵測極限如表一

三、干擾

- (一) 分析過程中主要干擾來自試藥萃取溶劑中所含之雜質，宜使用純度達 99.9 % 以上之分析級試藥，必要時配合使用蒸餾法純化之。
- (二) 干擾可能來自成分複雜的空氣樣品，以致造成層析圖中訊號的部分重疊，或含多量之內標準化合物，以致定量上產生偏差。若嚴重重疊造成訊號的誤判，必要時須以氣相層析質譜儀 (GC/MS) 來進行確認工作。

四、設備

(一) 採樣與前處理設備。

1. 微量注射針：10.00 μ L。
2. 密封瓶：1.8mL，含鐵弗龍墊片旋蓋。
3. 活性碳吸附管：長 7cm，內徑 4mm，內含 20/40mesh 活性碳二段，共 150mg，前段 100mg，後段 50mg。如 ORBO-32 (S)。
4. 定流量空氣採樣泵：流量固定於 1 至 5000mL/min 間，如 SKC-224-PCXR7。
5. 振動器。
6. 空氣採樣袋：Tedlar 材質，體積 10L。
7. 吸量管：1.00mL。
8. 紅外線燈：175Watts，如 Philip 之 IR-175R-PAR。
9. 定容玻璃瓶：1L，如 supelco2-2145。

(二) 儀器設備

- 1.氣相層析儀：附有火焰離子化偵測器及可定量之樣品注入器。
- 2.層析用積分儀。
- 3.層析分離管：Fusedsilica 毛細管柱，長 50m，內徑 0.32mm，靜相膜厚度 0.3 μm ，靜相膜為 Carbowax 20M 材質。
- 4.層析儀條件：樣品注入口溫度 80 $^{\circ}\text{C}$
火焰離子化偵測器 100 $^{\circ}\text{C}$
管柱溫度 60 $^{\circ}\text{C}$
載流氣體為氦氣，流速 1.2 mL/min
輔助氣體為氦氣，流速 40.0 mL/min
洗滌氣體為氦氣，流速 83.0 mL/min
偵測器之氫氣流速 45.0 mL/min
偵測器之空氣流速 500.0 mL/min
整體層析儀條件可視樣品複雜度與解析度要求
略加修改。

五、試劑

(一) 萃取用溶劑

二硫化碳分析試藥級，純度 99.9 % 以上。

(二) 藥品

- 1.苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 2.甲苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 3.乙苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 4.鄰 - 二甲 苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 5.間 - 二甲 苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 6.對 - 二甲 苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 7.正丙基苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 8.異丙基苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 9.1, 3, 5- 三甲 基苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 10.對 - 異丙基甲 苯分析試藥級，純度 99.9 % 以上。
- 11.正癸烷分析試藥級，純度 99.9 % 以上。

六、採樣及保存

- (一) 採樣攜帶三支活性碳吸附管至採樣位置，打開吸附管兩端封口，以二支同時採樣，另一支作為空白值，採樣流速設定於 500 mL/min，採樣時間為 20 分鐘，可視實際狀況增減流速與時間，但最高不得高於 1000 mL/min。採樣完後，立刻以吸附管蓋密封兩端封口，送回實驗室進行測定。
- (二) 樣品保存活性碳吸附管在採樣完成後，應避免高溫 45 $^{\circ}\text{C}$ 以上與日照，並應在 48 小時內完成待測物萃取與分析工作。

七、步驟

(一) 儲備溶液之配製

- 1.以 4mL 密封瓶內置 2.00mL 之二硫化碳。
- 2.以校正過之 10 μ L 注射針抽取定量之各待測芳香烴化合物注入上述之密封瓶，配製成濃度之各為 1.00 mg/mL 之標準混合儲備溶液。

(二) 檢量線之建立

- 1.將八根吸附管的前段活性碳取出，分別置入八個密封瓶中旋緊密封。
- 2.以微量注射針分別自旋蓋墊片處注入 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0 μ L 七、(一)所配製之儲備溶液於各密封瓶內壁上(不直接注於活性碳上，以確定化合物為揮發後再行吸附於活性碳上)，留下一密封瓶不注入儲備溶液，作為空白試驗，為使其有充分的時間揮發吸附，乃於室溫下靜置隔夜。
- 3.將各密封瓶中的活性碳置入另一乾淨密封瓶中。
- 4.以吸量管加入 1.00mL 的二硫化碳後密封。
- 5.置於振動器上振動十分鐘後靜置澄清，抽取上層澄清液 2.0 μ L 注入氣相層析系統進行分析。其層析圖如圖一。
- 6.各化合物於各濃度下所得訊號對濃度作圖並作迴歸，計算得其檢量線之斜率、截距及相關係數等資料。

(三) 樣品之測定

- 1.每一採樣點所使用之三支活性碳吸附管均應經同樣的測定。將吸附管前後兩段活性碳取出，分別倒入密封瓶中，以吸量管加入 1.00mL 二硫化碳後密封。
- 2.密封瓶以振動器振動十分鐘後靜置，等待測定。
- 3.取 2 μ L 之上層澄清萃取液注入氣相層析儀中進行分析測定，典型之真實樣品層析圖如圖二。

(四) 回收率之測定

- 1.利用採樣泵將定量經活性碳吸附處理之乾淨空氣抽入乾淨(以空白試驗確認)之採樣袋中或定容玻璃瓶中(如圖三)，並以紅外線燈照射。
- 2.將定量之儲備溶液以微量注射器注入採樣袋中或容玻璃瓶中(如圖三)，保持紅外線燈持續照射 10 分鐘。
- 3.將採樣袋中之氣體參照六、(一)、(二)及七、(三)方法測定之。
- 4.所得之檢量結果與注入量相較，可知方法的回收率。

(五) 方法偵測極限之測定

- 1.如七、(四)之 1 ~ 3 的步驟，注入儲備溶液量 0.5 μ L，重複七次操作測定。
- 2.計算所得結果之標準偏差，以標準偏差之三倍為方法偵測極限。

註、作業安全

- 1.本方法所使用之化學藥品部分具有高毒性、致癌性與惡臭，對人體健康有害，進行分析工作者應儘可能避免曝露。
- 2.在樣品前處理與配製標準品時，操作人員應穿著實驗衣，戴防毒口罩、安全眼鏡及手套，並在通風櫃中進行操作，特別是有強烈異臭的萃取溶劑二硫化碳，儲放時應完全密封並放置於陰涼處以免外洩或污染。
- 3.藥品均具可燃性甚至爆炸性應小心操作。

八、結果處理

- (一) 定性分析本方法對氣態芳香烴化合物的定性判斷乃根據各化合物之滯留時間(如表二)。但可能隨儀器條件之改變而起變化，分析工作者應自行修正。
- (二) 定量分析在注入待測物萃取液後，待測物在空氣中之濃度可由下式求得：

c：試料氣體中被檢成分的濃度(PPM，V/V)

$$C = \frac{22.4 \times m}{M \times V \times \frac{273}{273+t} \times \frac{P}{760}}$$

m：待測分量(μg)

M：待測成分的分子量

V：試料氣體採取量(L)

t：採樣時的氣溫($^{\circ}\text{C}$)

P：採樣時的氣壓(mmHg)

註1：待測成分的量是以檢量用標準的波峰面積為基礎。

九、品質管制

- (一) 本方法應執行回收率測定，如回收率不佳，則應查驗是否有吸附管穿透或採樣袋吸附現象，各化合物之回收率(如表三)。
- (二) 分析任何一批樣品時，每十個樣品應執行一空白試驗，或每批至少應執行一空白試驗。
- (三) 本方法每一採樣點同時採樣的二支活性碳吸附管所得定量結果應加以比較。
- (四) 每支活性碳吸附管之前後段應分別加以分析，如發現任何一支吸附管有穿透至後段時，則該管不可用以定量。可調整採樣泵流速或採樣時間重新採樣測定。
- (五) 如遇空氣樣品基質十分複雜而造成層析訊號重疊時，層析條件可改以質譜儀做定性及定量偵測。

十、精密度與準確度

- (一) 本方法之偵測極限對不同化合物均應在 $50.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下。
- (二) 檢量線之相關係數應大於 0.995。
- (三) 回收率測定範圍應要求落在 $\pm 15\%$ 誤差範圍內。
- (四) 同一採樣點重覆分析結果誤差應小於 15%。

十一、參考文獻

- (一) A.T.Saalwechter, C.S.McCammom, C.P.Roper and K.S.Carlberg (1977), "Performance Testing of the NIOSH Charcoal Tube Technique for the Determination of Air Concentration of Organic Vapors", Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 38, 476-486
- (二) L.D.White, D.G.Taylor, P.A.Mauer and R.E.Kupel (1970), "A Convenient Optimized Method for the Analysis of Selected Solvent Vapors in the Industrial Atmosphere", Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 31, 225-232
- (三) D.G.Taylor, R.E.Kupel and J.M.Bryant (1977), "Documentation of the NIOSH Validation Tests (DHEW/NIOSH)", Pub.No.77-175. Washington, D.C., Government Printing Office
- (四) I.Johansen and J.F.Wendelboe (1981), "Dimethylformamide and Carbon Disulphide Desorption Efficiencies for Organic Vapour on Gas —

SamplingC-harcoalTubeAnalysiswithaGasChromatographicBackflushTechnique ” ,
J.Chromatogr. , 217 , 317 – 326

- (五) J.RudlingandE.Bjokholm (1986), “ EffectofA-
bsorbedWateronSolventDesorptionofOrganicVap-orCollectedonActiv – atedCarbon ” ,
Am.Ind.Hyg.Assoc.J. , 47 , 615-620
- (六) J.Rudling (1990), “ ImprovementofActivatedCarbonforAirSampling ” , J.Chromatogr. ,
503 , 33-40

表一 方法偵測極限\cell

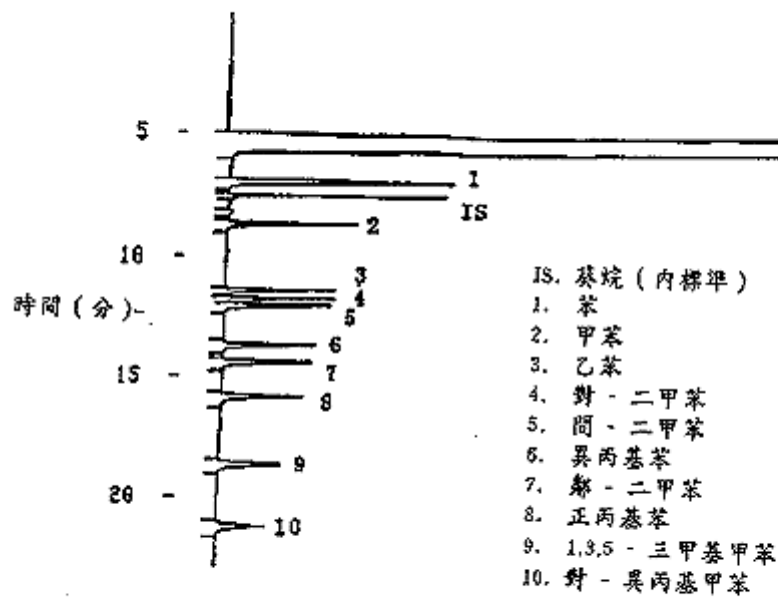
分子量	偵測 ug/M	極限 ppb(V/V)	化合物
78.05	45.0	14.0	甲苯
92.06	8.9	2.4	乙苯
106.00	7.8	1.8	對 - 二甲苯
106.08	6.4	1.5	間 - 二甲苯
106.08	7.9	1.8	異丙基苯
120.19	12.0	2.4	鄰 - 二甲苯
106.08	8.8	2.0	正丙基苯
120.19	9.9	2.0	1,3,5 - 三甲基甲苯
120.00	13.0	2.7	對 - 異丙基甲苯
134.00	7.8	1.4	

表二 標準樣本層析滯留時間

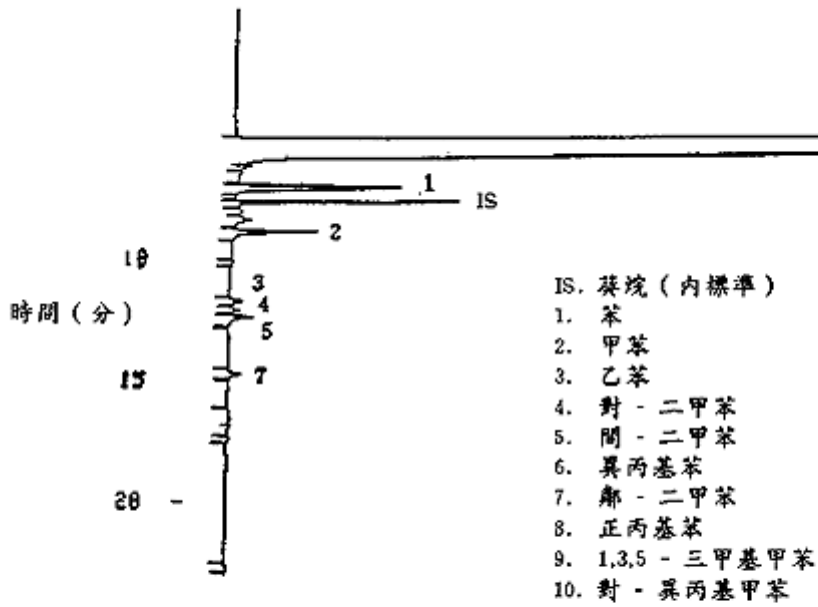
化合物	滯留時間 (分)
萘烷	7.7 ± 0.1
苯	7.1 ± 0.1
甲苯	8.8 ± 0.1
乙苯	11.6 ± 0.1
對 - 二甲苯	12.0 ± 0.1
間 - 二甲苯	12.2 ± 0.1
異丙基苯	13.8 ± 0.1
鄰 - 二甲苯	14.6 ± 0.1
正丙基苯	16.0 ± 0.1
1,3,5 - 三甲基甲苯	18.8 ± 0.1
對 - 異丙基甲苯	21.4 ± 0.1

表三 標準氣體回收率之結果

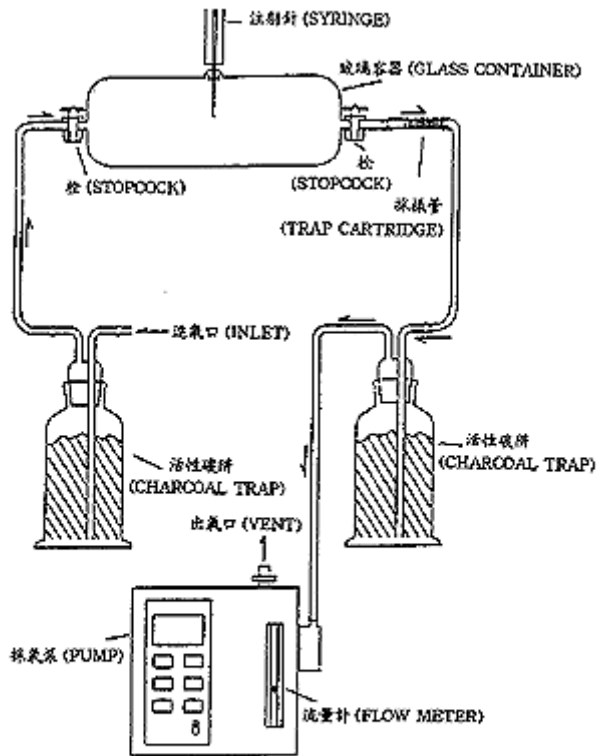
化合物	定容玻璃瓶測定法	Tedlar 採樣袋法
	回收率 (%)	回收率 (%)
苯	112	122
甲苯	103	103
乙苯	101	98
對-二甲苯	99	95
間-二甲苯	100	97
異丙基苯	102	98
鄰-二甲苯	99	95
正丙基苯	100	96
1,3,5-三甲基甲苯	99	94
對-異丙基甲苯	100	98



圖一 標準樣品層析圖例



圖二 戶外空氣樣品層析圖例



圖三 檢量氣體待測物回收率測定裝置示意圖