

空氣中二乙醇胺檢測方法—去離子水吸收／離子層析法

中華民國 105 年 1 月 12 日環署檢字第 1050001155 號公告

自中華民國105年4月15日生效

NIEA A508.10B

一、方法概要

以定流率採樣泵收集空氣中二乙醇胺至去離子水吸收液中，再以離子層析儀／電導度偵測器測定樣品中二乙醇胺之含量。

二、適用範圍

本方法適用於檢測空氣中二乙醇胺，檢測濃度範圍依採樣體積與吸收液的穿透效應而定，於採樣體積為 60 L 之空氣樣品時，其檢測濃度範圍估計為 0.4 至 20.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，增加採氣量或稀釋試樣溶液時，均可增大定量範圍。

三、干擾

- (一) 有機溶劑、試劑、玻璃器皿及其它容器可能造成樣品分析上的偏差及干擾，必須經由實驗室空白測試來確認無干擾現象。(註1)
- (二) 交互污染發生於連續分析高濃度與低濃度樣品，分析一異常高濃度樣品後，應分析試劑水以確認無交互污染現象。
- (三) 採集樣品中含有懸浮物質，可能干擾水樣與阻塞管線。

四、設備與材料

(一) 採樣與前處理設備

1. 鐵氟龍材質之衝擊式氣體吸收瓶 (Impinger)：使用兩個容積約 100 mL (或適當容積) 之吸收瓶，各內裝 30 mL 吸收液，採樣時必須串聯使用。
2. 採樣管：以外徑約 6.4 mm 之鐵氟龍管連接吸收瓶。
3. 採樣泵：需為無洩漏型內襯鐵氟龍材質之抽氣泵、隔膜型泵或具相同功能者。抽氣流率最大為 3.0 L/min。
4. 濾膜：不含待測物，孔徑為 0.45 μm 。

5. 量瓶：50 及 100 mL。

6. 流量校正器：經校正合格誤差小於 2%，流率範圍涵蓋 500 至 1000 mL/min。

(二) 分析設備

離子層析儀主要單元：包括注入閥、樣品迴路、保護管柱、抑制器、離子層析管柱、幫浦、具溫度補償之電導度偵測器及記錄器或積分儀，或適用於各廠牌儀器之特殊規定。

1. 注入器：注入量體積為 500 至 1000 μL 。

2. 偵測器：電導度偵測儀。

3. 分離管柱：IONPAC[®] CS18 2-mm或同等級分離管柱。

五、試劑

(一) 試劑水：不含待測物之去離子水，其電阻應大於 16 $\text{M}\Omega\text{-cm}$ ，亦做為吸收液。

(二) 甲烷磺酸 (methanesulfonic acid, MSA)：試藥級，用於沖提液配製。

(三) 沖提液：甲烷磺酸 (MSA) /2 mM或依各廠牌儀器分離管柱之特殊規定配製。

(四) 再生液：依各廠牌儀器分離管柱之特殊規定配製。

(五) 標準品：二乙醇胺，試藥級，純度為 99%以上。

(六) 儲備標準液：取二乙醇胺藥品以試劑水稀釋配製成適當濃度，配製濃度約為 0.989 $\mu\text{g/mL}$ ，於 $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 下冷藏。

(七) 氣體：純度 99.99%以上之氮氣，或適用於各廠牌儀器之特殊規定。

六、採樣與保存

(一) 樣品採樣

1. 準備 3 個吸收瓶串聯使用，前 2 個吸收瓶各裝入 30 mL 吸收液，第 3 個吸收瓶作為緩衝瓶，最後連結氣體採樣裝置（採樣設備圖例，如圖一所示）。
2. 採樣前應執行採樣前組裝測漏，滲漏率不得大於平均採樣流率的 2%。測漏完成後進行流率確認（採樣流率約 0.5 至 1.0 L/min，以流量校正器確認讀值至少 3 次以上取平均值）。
3. 採樣時需冰水浴，取樣時間約 1 小時，採氣體積約 30 至 60 L，採集量可視空氣中濃度適當增減，記錄採樣時間、採樣流率、採樣體積。
4. 採樣結束後，進行採樣後組裝測漏，滲漏率不得大於平均採樣流率的 2%，並再次進行流率確認。
5. 前、後衝擊瓶之吸收液分別回收，以試劑水清洗吸收瓶及連接管，並分別定體積至 50 mL 或適當容積後進行分析。

(二) 樣品保存：樣品應於 $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下保存 14 天。

七、步驟

(一) 檢量線製備及確認：

1. 檢量線標準液：將儲備標準液以試劑水稀釋成至少五種不同濃度（其濃度範圍例如 0.0099 至 0.1187 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 或其他適當範圍），做為檢量線製作使用（使用時配製），檢量線最低的濃度需大於且接近方法偵測極限。
2. 檢量線製作完成應即以第二來源標準品配製接近檢量線中點濃度之標準品確認，其相對誤差值應小於 15%。

(二) 樣品分析（註2）

層析儀操作條件建議如下：

1. 流洗液流速：0.25 mL/min，或依據儀器的操作手冊操作條件，以固定流率通過層析管柱。
2. 輔助氣體：氮氣，鋼瓶壓力到達 80 Kg_f/cm^2 ，或依據儀器的操作手冊操作條件。

3. 管柱壓力：2254 psi，或依據儀器的操作手冊操作條件設定。
4. 定性分析：本方法對化合物之定性判斷乃根據化合物之滯留時間，但可能因應層析條件，如流洗液流速與濃度，管柱規格等因素改變而變異。

八、結果處理

(一) 採氣量

流經採樣管之總採氣量可由下式求得：

$$V_m = \frac{(t)(Q)}{1000}$$

V_m = 總採氣量 (m³)

t = 採樣時間 (min)

Q = 平均採樣流率 (L/min)，前後流率平均值

(二) 二乙醇胺在空氣中之濃度可由下式求得：

$$C = \frac{(C_f \times V_{s1}) + (C_b \times V_{s2})}{V_m}$$

C = 空氣中二乙醇胺之濃度 (μg/m³)

C_f = 前段樣品中二乙醇胺濃度 (μg/mL)

C_b = 後段樣品中二乙醇胺濃度 (μg/mL)

V_{s1} = 前段樣品溶液的體積 (mL)

V_{s2} = 後段樣品溶液的體積 (mL)

九、品質管制

- (一) 檢量線之線性相關係數應大於或等於 0.995。
- (二) 檢量線查核：每日分析前、沖提液重新配製、每批次或每 12 小時為週期之樣品分析前及完成樣品分析後，應執行檢量線查核，其相對誤差值應在 ±15% 以內。

- (三) 試劑空白樣品：每批次或每 10 個樣品或每 12 小時應有一個以上試劑空白樣品，其分析值須小於 2 倍方法偵測極限。
- (四) 現場空白樣品：同一採樣現場，每批次或每 10 個樣品應有一個以上現場空白樣品（分前、後瓶），其分析值須小於 2 倍方法偵測極限。
- (五) 查核樣品：每批次或每 10 個樣品或每 12 小時至少應執行一個查核樣品分析，回收率應介於 85 至 115%。
- (六) 重複樣品：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個重複樣品分析，相對差異百分比應小於 15%。
- (七) 添加樣品：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個添加樣品分析，並做添加樣品分析之回收率管制。
- (八) 後瓶吸收液中待測物濃度測值應小於 2 倍方法偵測極限或不得大於前瓶之十分之一；後瓶吸收液中待測物濃度測值大於 2 倍方法偵測極限，並小於前瓶之十分之一時，需加總前後瓶吸收液中待測物含量。

十、精密度與準確度

單一實驗室以標準液加熱汽化模擬採樣及分析結果，方法偵測極限及精密度與準確度整理如表一。

十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署環境檢驗所，周界N-甲基咯酮等有機空氣污染物檢測技術開發研究，EPA-102-1602-02-06，中華民國102年。
- (二) 行政院環境保護署環境檢驗所，排放管道中N-甲基咯酮等有機空氣污染物檢測技術開發研究，EPA-101-1602-02-04，中華民國101年。
- (三) 行政院環境保護署環境檢驗所，建立周界環氧氣丙烷等有機空氣污染物之調查技術開發，EPA-101-1602-02-03，中華民國101年。
- (四) U.S. EPA. 40 CFR Ch.1, Pt.60,App.A, Meth.18, Measurement of Gaseous Organic Compound Emissions by Gas Chromatography, 1993.

註1：用無磷溫和清潔劑澈底洗淨器皿，並用去離子水澈底沖洗，使待測物空白值降至最低。

註2：如果樣品波峰面積、高度或感應強度超過檢量線線性範圍，則用沖提液稀釋，重新分析並於計算時乘以適當之稀釋因子。

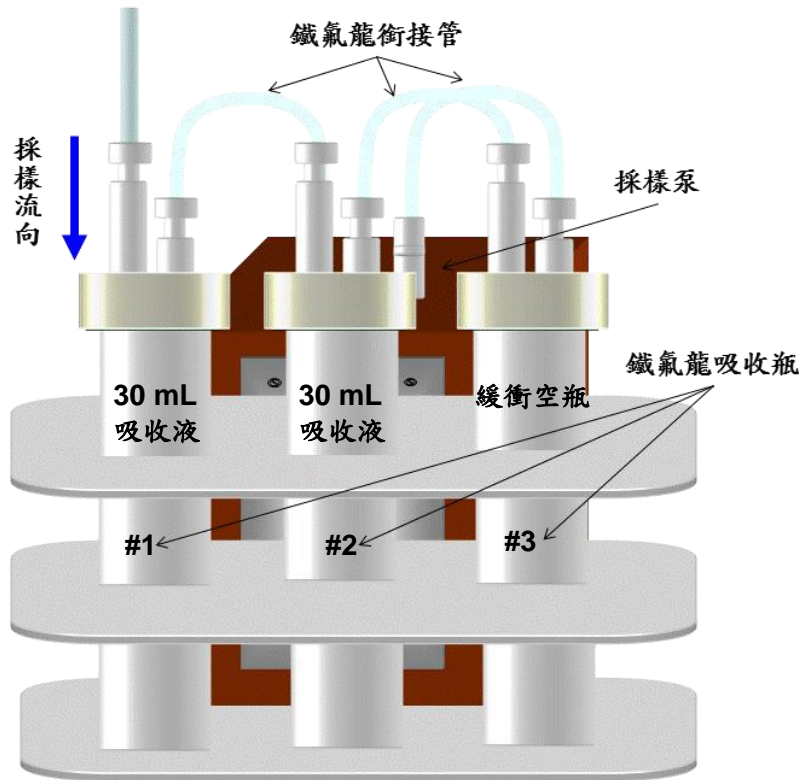
註3：作業安全：在樣品前處理與配製標準品時，操作人員應穿著適當防護裝備（例如實驗衣、防毒口罩、安全眼鏡及手套等），並在排煙櫃中進行操作。

表一、空氣中二乙醇胺檢測單一實驗室驗證結果

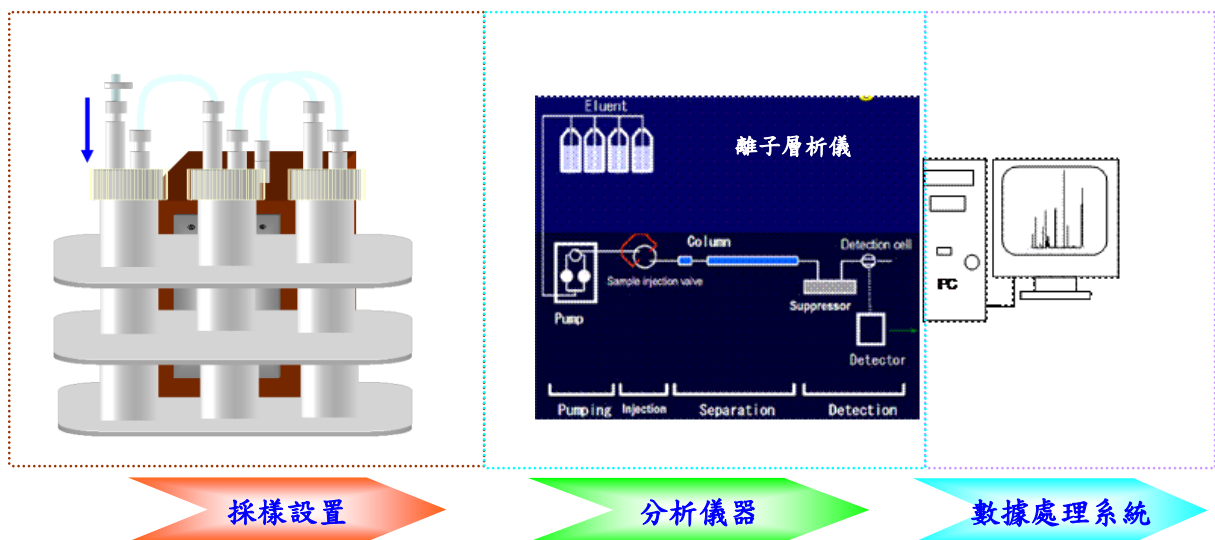
化合物名稱	方法偵測極限 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	準確度 (%)	精密度 (%)
二乙醇胺 (Diethanolamine)	2.48	98.7 ~ 101.7	0.75

備註1：方法偵測極限預估與確認液體濃度分別為 0.0051 與 0.0051 $\mu\text{g}/\text{mL}$ （@吸收液 30 mL及採樣體積為 60 L）

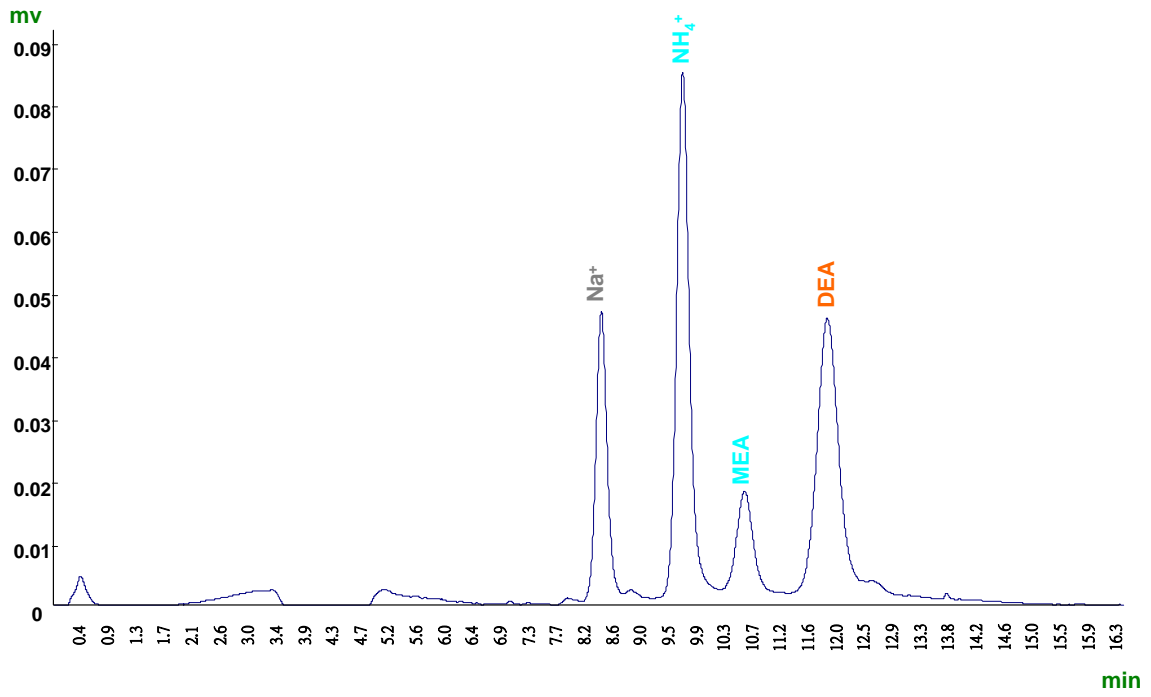
備註2：方法偵測極限於標準狀態下為 0.10 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$



圖一、採樣設備（圖例）



圖二、採樣分析規劃（圖例）



圖三、二乙醇胺 (DEA, 濃度約為 0.0614 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 樣品層析 (圖例)