

空氣中醋酸檢測方法－離子層析電導度法

中華民國103年2月5日環署檢字第1030009063號公告

自中華民國103年5月15日生效

NIEA A507.10B

一、方法概要

醋酸之空氣樣品，使用定流率採樣泵，以定流率收集至試劑水，再以離子層析儀/電導度偵測器測定樣品中醋酸之含量。

二、適用範圍

本方法適用範圍依採樣體積而定；於採樣體積為 60 L 之空氣樣品時，其分析濃度範圍估計為 20 至 800 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ 。

三、干擾

- (一) 周界空氣的無機酸類（氫氟酸（HF）、鹽酸（HCl）、甲酸及丙酸）會造成層析圖譜中訊號部分重疊。如果有這些陰離子存在時，可用較弱的沖提液（如 5 mM 之 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ）以達到較佳的解析度。
- (二) 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）
- (三) 交互污染易發生於連續分析高濃度與低濃度樣品，分析異常高濃度樣品後，應分析試劑水以確認是否有交互污染現象。

四、設備與材料

（一）採樣與前處理設備

1. 衝擊瓶(Impinger)：硼矽玻璃或鐵氟龍製，容積約 50mL。
2. 濾膜：不含待測陰離子，孔徑為 0.45 μm 。
3. 微量吸管：附可棄式吸頭。
4. 量瓶：50及100 mL。
5. 針閥：控制氣體流率。
6. 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。

7. 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、抑制管柱、分離管柱、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：注入體積為 20~1000 μL 。
2. 偵測器：電導度偵測器。
3. 分離管柱：AC-15 (Surface-functionalized with alkanol quaternary ammonium ion, 2 mm)或同等級分離管柱。
4. 保護管柱：AG-15或同等級保護管柱，用以保護分離管柱，避免污染或損壞。
5. 抑制管柱：ERS 500(陽離子交換膜, 2 mm)或同級品。

五、試劑

1. 試劑水：不含待測物。
2. 沖提液：氫氧化鉀(KOH) / 6-45 mM或5 mM 之 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 或依各廠牌儀器分離管柱之特殊規定配製。
3. 再生液：依各廠牌儀器分離管柱之特殊規定配製。
4. 冰醋酸：純度為 99.7 %以上或購買經濃度確認並附保存期限說明之市售標準儲備溶液。
5. 醋酸鹽標準溶液：購買經濃度確認並附保存期限說明之市售標準儲備溶液。
6. 甲酸鹽標準溶液：購買經濃度確認並附保存期限說明之市售標準儲備溶液。
7. 醋酸標準工作溶液：以試劑水稀釋配製成適當濃度（建議使用

10 µg/mL) 之醋酸標準工作溶液，於 4 ± 2 °C 下冷藏。

8. 氣體：氮氣（純度 99.99 %以上）。

六、採樣及保存

（一）樣品採樣

1. 準備3個吸收瓶，前2個吸收瓶各裝入30 mL 試劑水，第3個吸收瓶作為緩衝與保護採樣泵，最後連結氣體採樣裝置（採樣設置圖例，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. 取樣時間約1小時，採氣體積約 30~60 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、大氣壓力及大氣溫度。（必要時得冰浴）
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 %。再次進行流率確認後，以試劑水清洗前、後吸收瓶，並分別定體積至50 mL，加蓋後攜回實驗室分析。

（二）樣品保存

樣品應於 4 ± 2 °C 下保存，且應在 14 天內完成待測物之分析工作。

七、步驟

首次執行此項檢測時，實驗室應進行模擬採樣（如圖二）及層析分離分析，確認醋酸回收率應介於 80-120 %。醋酸層析圖中氟離子、甲酸根須與醋酸根完全分離（如圖三）。（註2）

（一）檢量線製備及確認：

1. 檢量線標準液：將標準工作溶液以試劑水稀釋成至少五種不同濃度做為檢量線製作使用（使用時配製），定量極限需大於且

接近方法偵測極限。

2. 檢量線標準液由注入口注入離子層析儀分析，以層析訊號面積對標準溶液濃度 ($\mu\text{g/mL}$) 製作檢量線。
3. 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，相對誤差應小於15%。

(二) 樣品分析 (註3)

層析儀操作條件建議如下：

1. 沖提液流率：0.32 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/cm²。
3. 管柱壓力：依據儀器的操作手冊操作條件設定。
4. 定性分析：本方法對離子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，如流洗液流率與濃度，管柱規格等因素改變而變異。

(三) 每批次以試劑水進行試劑空白樣品分析。

八、結果處理

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

標準狀態 (0 °C, 760 mmHg) 之總採氣量可由下式求得：

$$V_N = V_m \times \frac{P_A}{760} \times \frac{273}{273 + t_A}$$

V_N = 標準狀態 (0 °C 和 760 mmHg) 下之總採氣量(Nm³)

P_A = 大氣壓力(mmHg)

t_A = 大氣溫度(°C)

醋酸在空氣中之濃度可由下式求得：

$$C = \frac{(C_f \times V_s) \times F}{V_N}$$

C ：空氣中醋酸之濃度 ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)

C_f ：前段樣品中醋酸根濃度 (mg/L)

V_s ：樣品溶液的體積 (mL)

F (由陰離子至醋酸根之轉換因子)=1.017

並可由下式可將醋酸空氣濃度作轉換：

$$C' = \frac{C \times 22.4}{60.05 \times 1000}$$

C' = 空氣中醋酸之濃度(ppm (v/v))

九、品質管制

- (一) 檢量線之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、每批次或每十二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 $\pm 15\%$ 以內。
- (三) 試劑空白樣品：每批次或每十個樣品應有一個以上試劑空白樣品，空白樣品分析值須小於定量極限。
- (四) 現場空白樣品：同一採樣現場，每批次或每十個樣品應有一個以上現場空白樣品（分前、後瓶），空白樣品分析值須小於定量極限。
- (五) 查核樣品：每批次或每十個樣品至少應執行一個查核樣品分析，回收率應介於 85-115%。
- (六) 重複樣品：每批次或每十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) 後瓶吸收液中待測醋酸有機空氣污染物濃度測值應小於定量極限或不得大於前瓶之 1/10。

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所列。

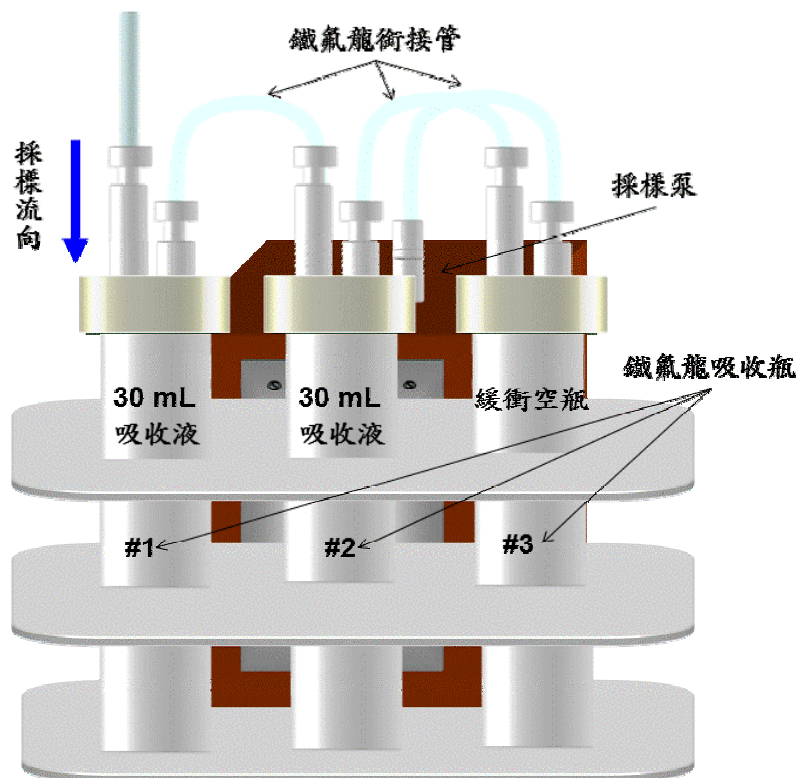
十一、參考資料

- (一) 行政院環境保護署，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。
- (二) 行政院環境保護署，建立周界環氧氯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。
- (三) 行政院環境保護署，環境檢驗品質管制指引 NIEA PA101 - PA108，中華民國 93 年。
- (四) U.S. OSHA, Acetic acid, OSHA PV2119, 2003.

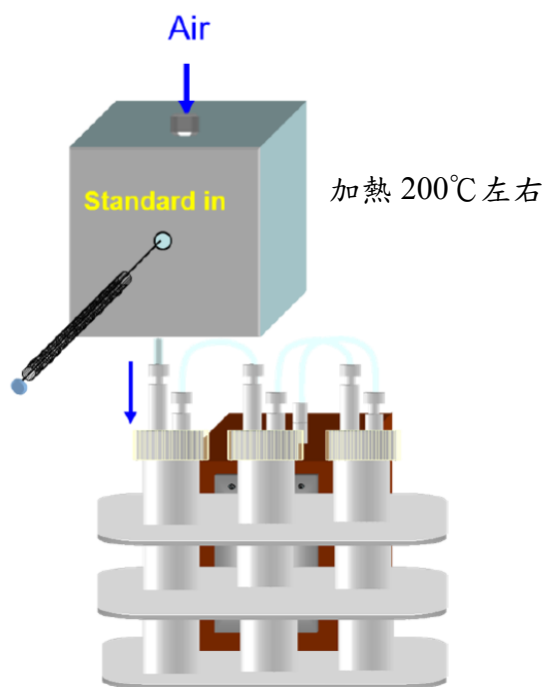
註 1：用無磷溫和清潔劑澈底洗淨器皿，並用去離子水澈底沖洗，使陰離子空白值降至最低。

註 2：流經離子層析儀的全部樣品、沖提液及水必須先經過濾，以避免阻塞系統的閥或管柱。

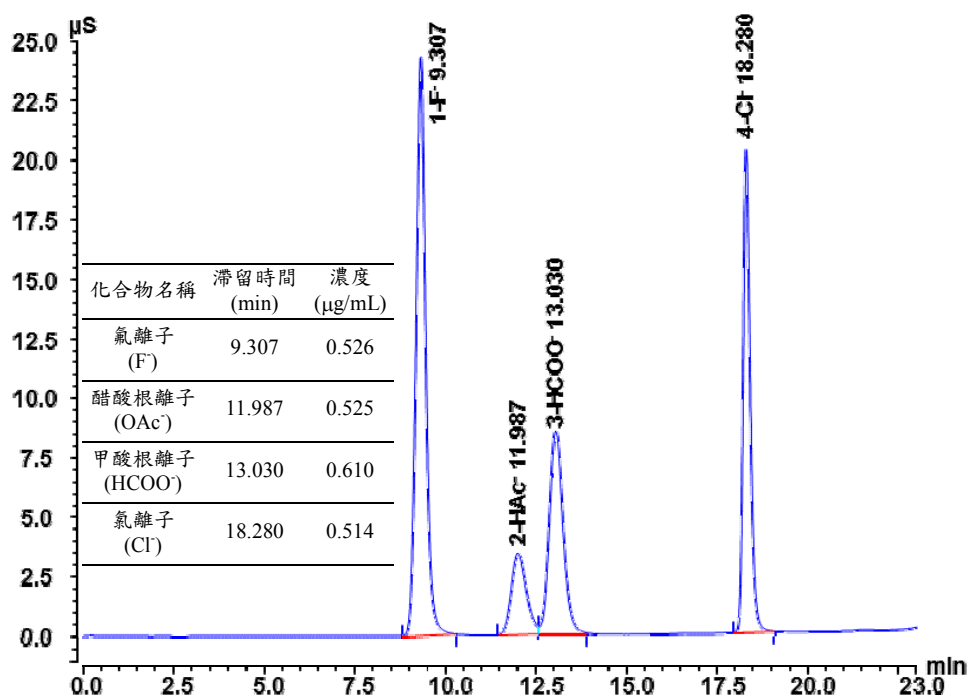
註 3：如果樣品波峰面積、高度或感應強度超過檢量線線性範圍，則用沖提液稀釋，重新分析並於計算時乘以適當之稀釋因子。



圖一、採樣設備圖例



圖二、採樣模擬配置圖



圖三、醋酸根 (OAc⁻，濃度約為 0.525 µg/mL)層析圖例

表一、周界醋酸檢測單一實驗室驗證結果

化合物名稱	方法偵測極限 (µg/Nm ³)	準確度 (%)	精密度 (%)
醋酸 (Acetic acid,HOAc)	1.25	111.2 ± 1.28	0.6

備註：方法偵測極限預估與確認液體濃度分別為 0.0315 與 0.0157 µg/mL(@ 吸收液 30 mL 及採樣體積為 60 L)