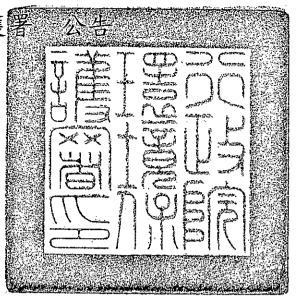
行政院環境保護署

發文日期:中華民國103年8月25日 發文字號:環署檢字第1030070595號



主旨:訂定「空氣中三甲基胺之檢驗方法-氣相層析/火焰離子 化偵測法(NIEA A707.12C)」,並自中華民國一百零三 年十一月十五日生效。

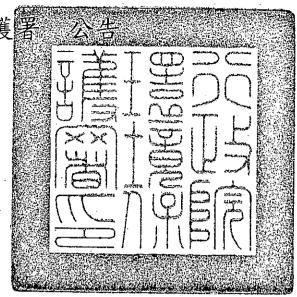
依據:空氣污染防制法第四十四條第三項。

公告事項:方法內容詳如附件。

署長魏國彥

行政院環境保護署

發文日期:中華民國103年8月25日 發文字號:環署檢字第1030070563號



主旨:廢止「空氣中三甲基胺之檢驗方法—氣相層析/火焰離子 化偵測法(NIEA A707.11C)」,並自中華民國一百零三 年十一月十五日生效。

依據:空氣污染防制法第四十四條第三項。

公告事項:廢止「空氣中三甲基胺之檢驗方法一氣相層析/火焰 離子化偵測法(NIEAA707.11C)」。

署長魏國彥

空氣中三甲基胺之檢驗方法-氣相層析/火焰離子化偵測法

中華民國 103 年 8 月 25 日以環署檢字第 1030070595 號公告

自中華民國 103 年 11 月 15 日生效

NIEA A707.12C

一、方法概要

空氣中三甲基胺,以稀硫酸溶液捕集,經 10% 氫氧化鉀溶液分解濃縮後,通氮氣,使逸出的三甲基胺用附有火焰離子化偵測器之氣相層析儀定量之。

二、適用範圍

本方法適用於大氣及周界空氣中三甲基胺之檢驗。

三、干擾

(略)

四、設備及材料

(一) 樣品捕集裝置

如圖一所示之組合而具備下列條件者:

1.吸收瓶

容量為 200 mL ,使用時,裝有由半熔融玻璃製造之過濾球, 於其內裝 20 mL 之捕集溶液,且兩支串連者。

2.抽氣泵

在裝有吸收瓶狀態下,具 10 L/min 以上抽氣能力者。

3.流量計

可測定 5 至 15 L/min 之流率範圍者。

(二) 樣品濃縮管

如圖二所示之形狀,而具備下列條件者,亦可參考使用目前市售 常用之直管或其他同能力之管柱。

- 1. 係採用硼矽玻璃製造,內徑為 4 mm 者。
- 2.其內部先用 10% 氫氧化鉀溶液清洗,再予水洗、乾燥後,充 填和樣品以氣相層析儀分析時所使用相同種類或相等以上性能 之填充劑。
- 3.在其外部用鋁箔密捲後,其上再用玻璃纖維膠布絕緣之,裝上 溫度測定用熱電偶,相同間隔處捲上已通有玻璃纖維管之鎳鉻 加熱線,再用玻璃纖維膠布固定之。

(三) 樣品分解濃縮裝置

如圖三所示之組合而具備下列條件者:

- 1.不純物去除管,係內部充填 5A 分子篩,然後用液氧或液氮冷 卻者,亦可使用具相同效率之市售商品。
- 2.分解瓶,係可在其內放入 20 ml 之分解試藥,然後以流量 0.2 至 0.3 L/min 之氮氣通氣 5 分鐘後,可完全由氮氣置換者。
- 3.樣品濃縮管:係在短時間內被水分堵塞時,可緊接於分解瓶後 且填有氫氧化鉀之脫水管者。

(四) 氣相層析儀分析裝置

如圖四所示之組合而具備下列條件者:

- 1. 氣相層析儀為附有火焰離子化偵測器者。
- 2.氣相層析儀中載流氣體之流路,在變更流入樣品導入部之前, 可連接不純物去除管及樣品濃縮管者。
- 3.不純物去除管:係內部充填 5A 分子篩,然後用液氧冷卻者, 亦可使用具相同效率之市售商品。
- 4.層析管柱:係玻璃製,內徑為 3 mm ,長度為 3 至 5 m ,管 內先用 10% 氫氧化鉀溶液清洗,再用水洗,並予乾燥者,或 亦可使用毛細管柱。
- 5.填充劑:係於白色矽藻土擔體上已用 15% 三丙二醇 (Diglycerol)、15% 四乙烯基戊胺(Tetraethylenepentamine)、

2% 氫氧化鉀所披覆者,或具有同等以上之性能者。

6. 氣相層析建議分析條件:

層析管柱溫度 70℃ 左右

注入部溫度 130℃ 左右

載流氣體 40 ~ 50 mL/min

五、試劑

(一)分解試藥

氫氧化鉀 500g 用試劑水溶解後,使全量為 1L。

(二)三甲基胺標準溶液

三甲基胺溶液(20~40%)用試劑水稀釋 20倍,加入體積 比為5 比1之 0.1% 溴甲酚綠 (Bromo-cresol green)乙醇溶液 及 0.1% 甲基紅乙醇溶液之混合指示劑2滴(各取 100 mg 溴 甲酚綠及甲基紅溶於100 mL 乙醇,再取上述溴甲酚綠溶液50 mL 與甲基紅溶液10 mL 混合配製),用 0.1 N 鹽酸滴定,當指 示劑顏色由淡藍色轉變為淡橙紅色時,即為滴定終點,而測出三 甲基胺之濃度;或使用市售標準品。 由下式算出三甲基胺標準溶液的濃度:

$$C^t = \frac{c \times (B - A)}{V^t} \times 59.11$$

C': 三甲基胺標準溶液濃度 (g/L)

c:鹽酸濃度(0.1 N)

A:空白滴定鹽酸使用體積(mL)

B:標準品滴定鹽酸使用體積 (mL)

V':稀釋 20 倍三甲基胺溶液取用體積 (mL)

(三)捕集溶液:用試劑水稀釋 360 倍之硫酸。

(四) 載流氣體: 氮氣,純度為 99.99% 以上。

- (五)輔助氣體:氫氣,純度為 99.99% 以上。
- (六)冷凝捕集劑:液氧或液氮。

六、採樣及保存

(一)採樣

依四、(一)之樣品捕集裝置,以 10 L/min 之流率,通氣 5 分鐘,將樣品捕集於捕集溶液中。每次採樣前後皆應作測漏試驗,以防止採樣系統漏氣,致造成檢測誤差。

(二)保存

將捕集後之兩支吸收瓶中捕集溶液合併移至 50 mL 定量瓶中,接著再用捕集溶液洗淨吸收瓶的內部,併入定量瓶中,加捕集溶液至標線,即為分析樣品溶液,於 4℃ 下可保存 14 天。

七、步驟

(一)捕集樣品之分解與濃縮

分析樣品溶液用一定量注射筒分取之,打開矽膠橡皮栓注入於四、(三)之樣品分解濃縮裝置之分解瓶中後,以 0.2 至 0.3 L/min 之流率,通入氮氣 2 至 3 公升於該裝置中,將產生之三甲基胺,用液氧或液氮冷卻後捕集於樣品濃縮管中。在這種試驗之前,樣品濃縮管要一邊通入 70℃ 左右氮氣空燒 10 min ,進行空白試驗,以確定其無干擾成分。

(二) 氣相層析儀分析

將已捕集待測成分且已用液氧或液氮冷卻之樣品濃縮管(如圖二所示),聯接至氣相層析儀上,樣品濃縮管通入載流氣體,俟其流量穩定,且確認偵測器無任何應答訊號後,將樣品濃縮管之溫度加熱升高至70℃左右(約須2分鐘),再將待測成分導入氣相層析儀中。

(三)檢量線之製作

將三甲基胺標準溶液用乙醇或試劑水作適當的分段稀釋,各取數 µL 注入氣相層析儀,以所得層析圖之波峰面積作檢量線。

八、結果計算

以內插法由七、(三)所得檢量線,求出樣品中三甲基胺之含量。 由下式算出其在排氣中三甲基胺之濃度:

$$G = \frac{22.4 \times A}{59000 \times v \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{760}}$$

C:空氣中三甲基胺之濃度 (ppm,v/v)

A:三甲基胺之含量 (ng)

V:採氣量 (L)

t:採樣時之溫度(°C)

P:採樣時之氣壓 (mmHg)

九、品質管制

(一)檢量線:相關係數應大於或等於 0.995 。

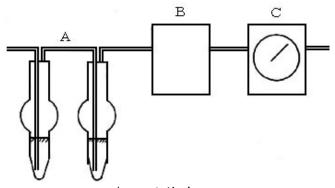
- (二)檢量線查核:每日分析前、每批次或每十二小時為週期之樣品分析前及完成樣品分析後,應執行檢量線查核,其相對誤差值應在±15%以內。
- (三)空白分析:每批次或每十個樣品至少應執行一個空白樣品分析, 空白分析值應小於二倍方法偵測極限。
- (四)查核樣品分析:每批次或每十個樣品至少應執行一個查核樣品分析,查核樣品之回收率應介於 80 至 120% 間,以確保數據之品質。

十、精密度與準確度

(略)

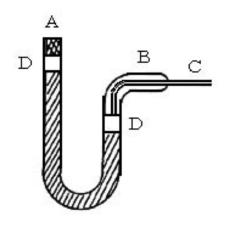
十一、參考文獻

日本環境六法,特定悪臭物質の測定の方法(トリメチルアミンの測定方法),2000(平成12年3月28日環境庁告示17号)。



A: 吸收瓶 B: 抽氣泵 C: 流量計

圖一 樣品捕集裝置



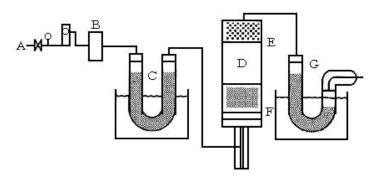
A:矽膠橡皮栓

B:毛細管

C:不鏽鋼製注射針

D:石英玻璃棉

圖二 樣品濃縮管



A: 氮氯鋼瓶

B:流量計

C: 不純物去除管

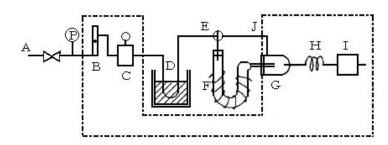
D:分解瓶

E: 矽膠橡皮栓

F: 樣品濃縮管

G:不鏽鋼製注射針

圖三 樣品分解濃縮裝置



A: 氮氣鋼瓶

B:流量計

C:流量調整閥

D: 不純物去除管

E: 三通活栓

F: 樣品濃縮管

G: 樣品導入部

H:層析管柱

I: 偵測器

J: 旁道流路

圖四 氣相層析儀分析裝置

第7頁,共7頁