

中華民國國家標準	石油溶劑微量苯試驗法 (毛細管柱氣相層析法)	總號	1 4 7 8 4
CNS		類號	K 6 1 0 9 8

Method of test for trace benzene in hydrocarbon solvents by capillary gas chromatography

1. 適用範圍：本標準規定以毛細管柱氣相層析儀分析石油溶劑中的微量苯，濃度範圍在 1.0~2400 vppm 之試驗法。
備考 1.本標準可量測更低濃度的苯含量，但須將本試驗所規定的條件加以修改。因此本標準的精密度規定將不適用於更低苯含量濃度。
2.本標準採用 SI 單位，括弧內的單位及數值僅供參考。
3.本標準可能涉及有危險性的材料，操作和設備，本標準要旨不在強調有關使用它時的所有安全問題。使用者應建立適用之安全衛生之操作準則，並且在使用之前能決定規則範圍之應用性。對於特殊有害的聲明參閱各節備考。
2. 方法概要：將一定體積量的樣品注入於裝有以切換閥串聯的兩支毛細管柱之氣相層析儀中，試樣首先通過有非極性鍵結相的短毛細管柱，在此管柱中，樣品組成依沸點高低被分離，當正辛烷由第一支管柱餾出後，比正辛烷重的成分被逆向驅氣排掉。正辛烷及輕質成分隨後進入至具極性鍵結相的第二根毛細管柱，在此管柱中，芳香烴和非芳香烴分離且餾出到火焰離子偵檢器中予以偵測，訊號面積以電子式積分器積分，苯濃度是使用資料處理器並利用外標法得到的回應因子來計算。
3. 意義及應用：本試驗法係使用毛細管柱作為分析石油溶劑中微量苯之濃度範圍。由於石油溶劑中苯濃度的法規要求日趨嚴格，以致於造成微量苯濃度分析需求之增加。
4. 儀器裝置
 - 4.1 層析儀：任何有由自動切換閥操作的逆向驅氣系統、火焰離子偵檢器和可執行表 1 條件的氣相層析儀皆可使用。
 - 4.2 偵檢器：火焰離子偵檢器應具備足夠的靈敏度，當波峰訊號為雜訊三倍時，亦可偵測得 0.1vppm 的苯含量。
 - 4.3 管柱：2m、內徑 0.53 mm、鍍有 5 μm 厚鍵結的甲基矽酮之熔矽鹽毛細管柱和 30 m、內徑 0.53 mm、鍍有 0.5 μm 厚鍵結的聚乙二醇熔矽鹽毛細管柱。
 - 4.4 切換閥：六向切換閥，可耐最高溫度為 175°C 且安裝在獨立的、溫度控制的烘箱中，並且能以氣相層析儀自動控制。
 - 4.5 樣品注入系統：樣品注射系統能執行 1：10 分流比的分流進樣。

(共 6 頁)

公布日期
92 年 11 月 27 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂公布日期
年 月 日

備考：本試驗之重複性值係採用自動注射器所獲得，且建議操作者使用。若使用手動注射亦可接受，但不適用本試驗之重複性要求。

4.6 資料獲得系統

4.6.1 記錄器：使用 0 到 1mv 範圍的記錄器或同等裝置，且所使用之記錄器其全刻度回應時間為 2 秒。

4.6.2 積分器：此工具係用於測定苯的波峰訊號面積。可使用電子式積分器或使用層析儀資料系統的電腦執行上述面積測定工作。積分器/電腦系統須有標準層析軟體，以量測釀出波峰訊號的滯留時間和面積。

4.7 微量注射器：容量 5 μ L。

表 1 可成功獲得測量石油溶劑中微量苯含量之合適儀器條件

氣相層析儀參數	要求
偵檢器	火焰離子偵檢器(FID)
管柱：	
長度，m	(A) 2；(B)30
內徑，mm	(A) 0.53；(B)0.53
液相，鍵結	(A) 甲基矽氧烷；(B)聚乙二醇
液相，厚度	(A) 5 μ m；(B)0.5 μ m
切換閥溫度	150°C (302°F)
昇溫程式	
初溫	40°C (104°F)
初停留時間	8min.
昇溫速率	20°C (68°F)/min.
最後溫度	200°C (392°F)
最後停留時間	5min.
樣品量	1 μ L
分流比	1：10
管柱內流量(氮氣)	5.0mL/min.
逆向驅氣作動時間	3min.

4.8 量筒：量測 1 和 2 mL 者，刻度至 0.01 mL；及 5、10 和 20mL 者。

4.9 移液管：輸送容量 0.5、1、2、5、10 及 25 mL。

4.10 燒瓶：有體積容量標示及容量 20、50、100 和 500mL 的燒瓶。

5. 試劑

5.1 試劑純度：所有試劑皆為試藥級化學溶劑，且純度至少 99mol.%以上。

5.1.1 苯。

5.1.2 無苯的正己烷。

5.1.3 無苯的正辛烷。