

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號:CLA5048 (等級 B)

戊二醛

Glutaraldehyde

容許濃度

參考資料：NIOSH Method2532 1994.08

勞委會 : 0.2 ppm

OSHA : no PEL

分子式：OHC(CH₂)₃CHO

NIOSH : 0.2 ppm

ACGIH : 0.05 ppm (A4, not classifiable as a human carcinogen)

分子量：100.12

(1 ppm= 4.09 mg/m³)

基本物性：

別名：glutaral;glutaric dialdehyde; 1,3-diformal propane; 1,5-pentanedial; 1.5-pentanedione

液態：比重 0.72(水=1)

沸點：187-188 °C(@760mmHg)

CAS No.：111-30-8

蒸氣壓：17 mm Hg, (100 %v/v)@ 20 °C

RTECS No.：MA2450000

採 樣	分 析
<p>採樣介質：裹覆 2,4-dinitrophenylhydrazine HCl 矽膠 吸附管,(300mg/150mg)</p> <p>採樣流率：0.05 to 0.5 L/min</p> <p>採樣體積：最小 0.25L @ 0.2ppm 最大 30L[1]</p> <p>樣本運送：例行性</p> <p>樣本穩定性：至少 30 天@25°C</p> <p>現場空白樣本：每批樣品數的 10 %，至少 需二個以上。</p>	<p>儀器：HPLC/UV</p> <p>分析物：glutaraldehyde dinitrophenylhydrazone</p> <p>脫 附：3 mL acetonitrile；經機械式振盪器振盪 2 小時 (150rpm)</p> <p>注射量：25 μL</p> <p>管 柱：250×4.60mm ID, Phenomenex, LUNA C18 管內膜 厚, 5 μm</p> <p>移動相： acetonitrile /water：65/35(v/v)</p> <p>流 率：1 mL/min</p> <p>偵測波長：365 nm</p> <p>標準樣品：戊二醛-DNPH 溶於 acetonitrile 中</p> <p>檢量線範圍：0.008~0.2 μg/ mL</p> <p>可量化最低質量：0.20 μg/sample</p> <p>分析變異係數：3.4%</p>
<p>準 確 度 [1]</p>	
<p>範 圍：未測定</p> <p>偏 差：未測定</p> <p>總變異係數(CV_T)：未測定</p> <p>準確度：未測定</p>	
<p>適用範圍：0.008ppm(0.032mg/m³)之 6L 空氣樣本；直至 0.3ppm(1.2 mg/m³)之 20L 空氣樣本[1]</p>	
<p>干 擾：其他醛或酮類會與 2,4-dinitrophenylhydrazine 反應而干擾分析，但可經適當之 HPLC 分析條件分離之</p>	
<p>安全衛生注意事項：1.危害性分類為第九類</p> <p style="margin-left: 40px;">2.戊二醛蒸氣刺激上呼吸道</p>	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：乙腈（Acetonitrile），層析級。
- 1.2 標準品：戊二醛-雙-二硝苯聯胺（以戊二醛濃度 $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ 表示）[戊二醛-DNPH 衍生物]。
- 1.3 乙腈（Acetonitrile），層析級，須過濾。
- 1.4 去離子水：層析級，須過濾。
- 1.5 內標：p-terphenyl。

2. 設備

- 2.1 採集設備：裹覆 DNPH 之矽膠吸附管（300 mg/150 mg），勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇 [5]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 0.05~0.5 L/min
- 2.3 液相層析儀：備有紫外光偵檢器（UV）、積分器、管柱、管柱恆溫箱
- 2.4 8 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯（PTFE）內襯的蓋子
- 2.5 2.5 mL 微量注射針筒
- 2.6 1 mL、5 mL 量瓶。
- 2.7 20 μL 、200 μL 微量滴管（micropipet）
- 2.8 移動相過濾系統
- 2.9 機械式振盪器
- 2.10 鐵氟龍針筒過濾頭

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠吸附管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 0.05~0.5 L/min，應採集的空氣體積約 0.25~30 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石臘薄膜加封

4. 樣品脫附與脫附效率測定

4.1 樣品脫附

4.1.1 將矽膠管切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿丟棄，前段（300 mg）之矽

膠顆粒倒入 8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之玻璃綿，後段之矽膠顆粒（150 mg）

倒入另一個 8 mL 的玻璃小瓶。

4.1.2 每一小瓶中，加入脫附劑 3 mL，立即蓋上瓶蓋。

4.1.3 以機械式振盪 2 小時後測定。

4.2 脫附效率測定

4.2.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」之脫附效率[5]。

4.2.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段的矽膠顆粒，丟棄之。

4.2.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的矽膠顆粒上。添加量為

0.31~1.12 μg 。

4.2.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。

4.2.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」之檢量線製作與品管[5]。

5.1.2 取適量標準品加入各定量瓶中，以乙腈稀釋至刻線。所建立之檢量線濃度範圍約

為 0.008~0.2 $\mu\text{g/mL}$ 。

（註：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線）

5.1.3 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.4 以波峰面積比（分析物面積合／內標面積）對分析物濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見「行政院勞工委員會採樣分析方法通則篇」之檢量線製作與品管[5]。

5.2.2 必要時可使用標準添加法，以作基質干擾校正。

6 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀 器	HPLC/UV
管 柱	LUNA C18(250×4.60 mm ID, 5 μ m, Phenomenex)
移 動 相	65/35(acetonitrile/water)
流 率	1 mL/min
偵測波長	365 nm
注射體積	25 μL

註：以 JASCO PU980 為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化 合 物	滯留時間 (分鐘)
2,4-dinitrophenylhydrazine	5
cis-trans glutaraldehyde-DNPH	10
trans-trans glutaraldehyde-DNPH	11.2
p-terphenyl (內標物)	23

註：圖一 戊二醛-DNPH 分析圖譜

6.3 脫附效率

化 合 物	容許濃度 ^{**} (ppm)	相當採樣體積 (L)	添 加 量 (μ g/mL)	平均回收率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
glutaraldehyde	0.2	0.37~1.36	0.31~1.12	86.2	3.4

* 採樣介質為 SKC 批號 226-119 之矽膠管

** 勞委會民國 92 年 12 月之標準

6.4 注射樣品進入液相層析儀，使用自動注射器。

6.5 以積分器及其軟體計算積分面積，分析結果對應檢量線。

7. 計算

$$C = \frac{(W_f - B_f + W_b - B_b) \times 10^3}{V}$$

C : 空氣中有害物濃度(mg/m^3)

V : 採樣氣體體積(L)

Wf : 前段矽膠管所含分析物之質量 (mg)

Wb : 後段矽膠管所含分析物之質量 (mg)

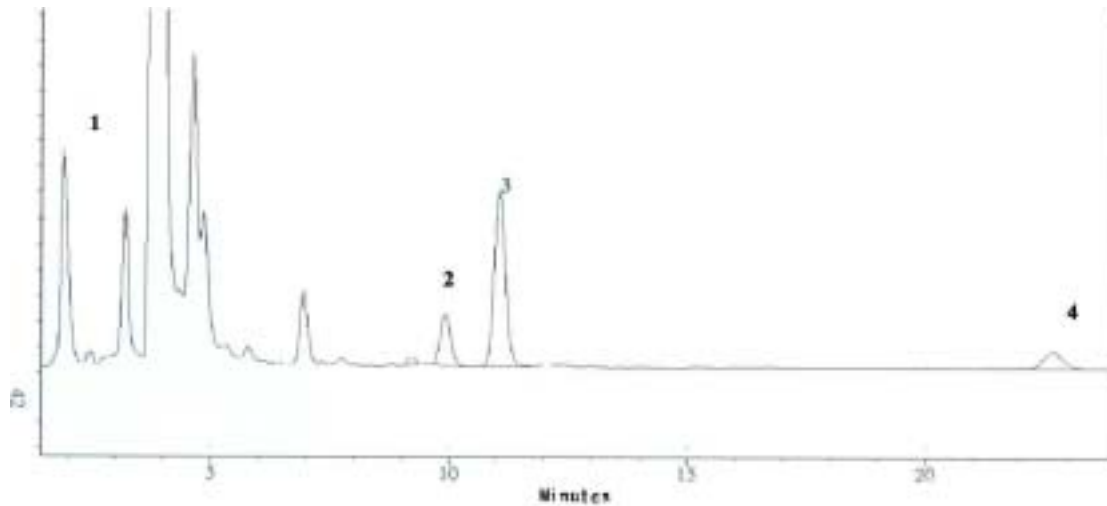
Bf : 現場空白樣品前段的算術平均質量 (mg)

Bb : 現場空白樣品後段的算術平均質量 (mg)

8.方法驗證

儀器	HPLC/UV(JASCO PU980)
分析條件	
移動相	acetonitrile / water : 65 / 35(v/v)
流率	1 mL/min
管柱	250×4.60mm ID, Phenomenex, LUNA C18 管內膜厚, 5 μ m
偵測波長	365 nm
平均脫附效率	86.2 %
CVa	3.4
滯留時間	10 、 11.2 、 23* (分鐘)

註：*p-terphenyl 為內標



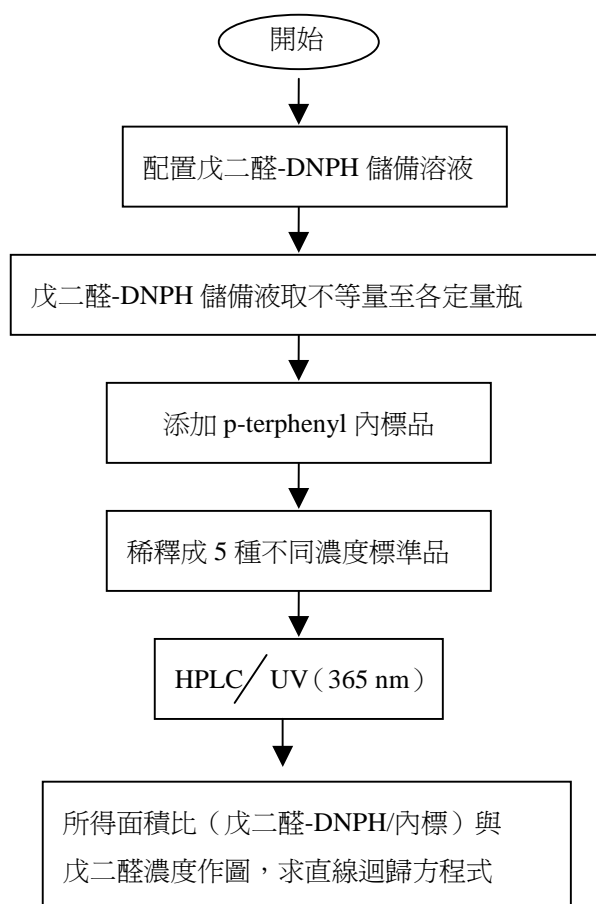
圖一 戊二醛-DNPH 分析圖譜

(1. 2,4-DNPH 2. Cis-trans glutaraldehyde-DNPH 3. Trans-trans glutaraldehyde-DNPH 4. p-terphenyl [I.S.])

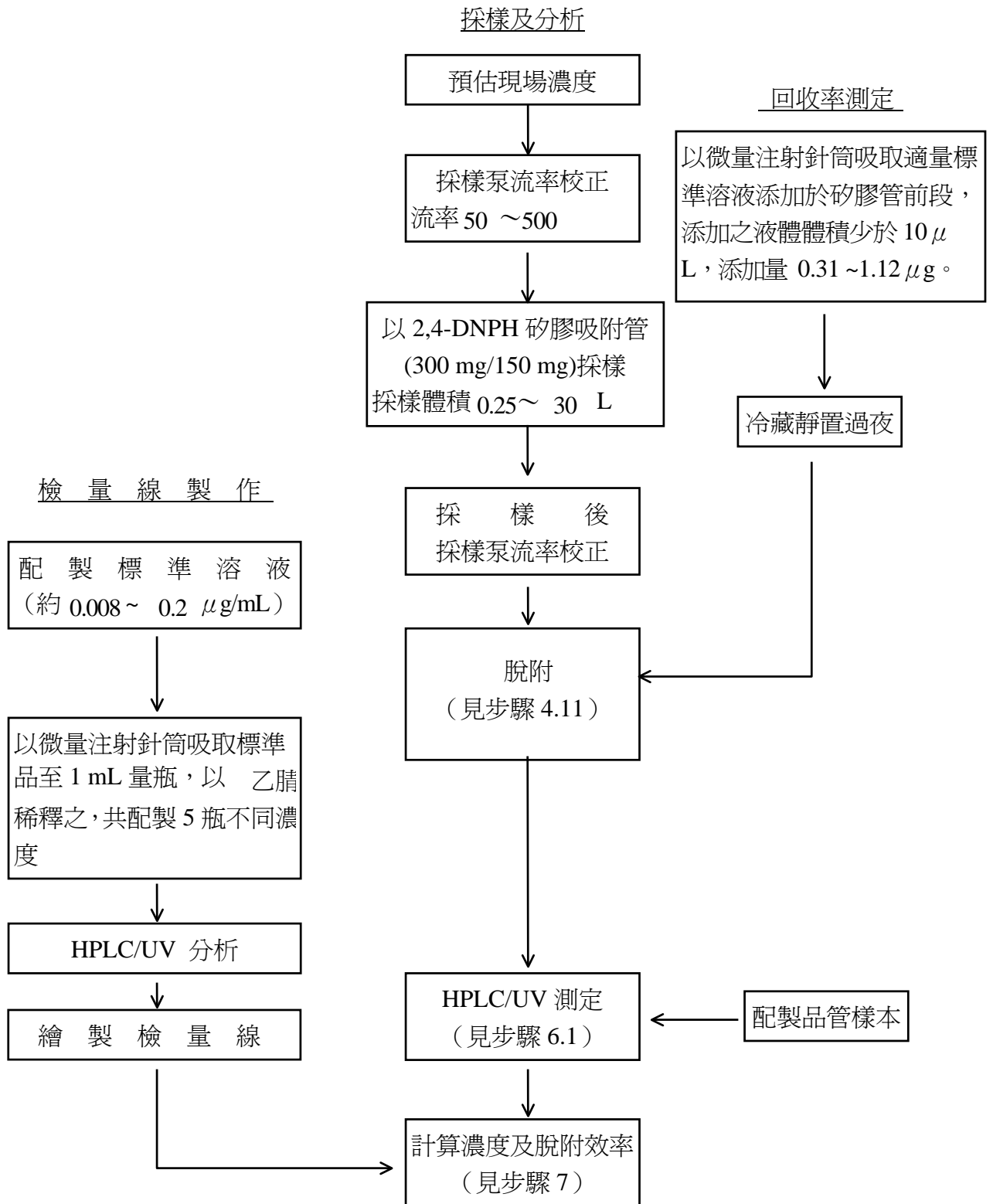
9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method , 4th Ed . NIOSH , Cincinnati , Ohio , Method 2532 , 1994.
- [2] “勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準” ，行政院勞工委員會，民國 92 年 12 月。
- [3] “OSHA Analytical Methods Manual, Method #64,U.S Department of Labor, Occupational Safety and Health Administration, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, UT, March, 1997.
- [4] The Merck Index, Susan B, 12th ed. Merck & Co. Inc., New York, 1996, p4483.
- [5] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 84 年 12 月。

附註：戊二醛-DNPH 標準品檢量線製作流程



附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法係參照 NIOSH 2532 分析方法而成 [1]。

2. 儀器分析條件：

方法：HPLC/UV

脫附：3 mL 乙腈；震盪 120 分鐘之後。

注射量：25 μ L

管柱：reverse phase C8，管內填充物粒徑 5 μ m

流洗液：acetonitrile/H₂O：65/35 (v/v)

流率：1.5 mL/min

偵測波長：UV, 365 nm

標準樣本：分析物溶於脫附劑

測試範圍：0.8 ~ 24 μ g/sample

預估偵測極限：0.3 μ g/樣本

分析變異係數(CVa)：

3. 方法評估