

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2315

次乙亞胺

<p>分子式：C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N</p> <p>分子量：43.1</p>	<p>Ethylenimine</p> <p>參考資料：P&amp;CAM 300(05/02/79)</p> <p>編輯日期：06/15/92</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：無</p> <p>NIOSH：無</p> <p>ACGIH：無</p> <p>勞委會：0.9mg/m<sup>3</sup></p> <p>(1ppm-1.79 mg/m<sup>3</sup>)</p>	<p>基本物性：</p> <p>液體，黏度 400~900 CPS</p> <p>密度 0.8321 g/mL</p> <p>密度 0.8321 g/mL</p>
<p>化合物別名：依化合物之不同而不同；AZIRANE,DIHYDROAZIRENE,AMIROETHYLENE CAS#151-56-4</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：衝擊式採集瓶</p> <p>(內含 15 mL Folin's reagent)</p> <p>流速：0.2 L/min</p> <p>流量：50 L @24~15900 ug/m<sup>3</sup></p> <p>樣品運送：避光，在 5°C 下儲存</p> <p>樣品穩定性：馬上分析(穩定時間&lt; 3 小時)</p> <p>現場空白樣品：樣品數之 10%</p>	<p>方法：UV/Vis spectrophotometry</p> <p>分析元素：Ethylenimine polymer 與</p> <p>1,2-naph-thoquinone-4-sulfonoic</p> <p>acid of sodium salt 的衍生物</p> <p>4-(1-azir-idinyl)-1,2-naphthoquinone</p> <p>吸 收 劑：Folin's reagent</p> <p>波 長：500 nm 或 530 nm</p>
<p>準 確 度</p>	<p>光 徑：1 cm</p>
<p>範圍：0.16~21 mg/m<sup>3</sup></p> <p>偏差：不顯著</p> <p>全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：0.07</p>	<p>標準溶液：ethylenimine 溶於 Folin's reagent</p> <p>檢量線範圍：9 ~ 144 ug/樣品</p>

	預估偵測極限：9ug/mL
	分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：2.59%
適用範圍：50 L 空氣樣品中，其有效分析濃度範圍是 1.2~795ug/m <sup>3</sup> ，(以 15 mL 吸收劑吸收，並以 10 uL 打入 HPLC 進行分析。	
干 擾：任何化合物若和 ethylenimine 形成衍生物且有相同的滯留時間，則分析時會產生干擾。實驗時，改變 mobile phase 或 solvent 或 column 可消除干擾。	

## 1. 試藥

### 1.1 0.1M 磷酸二氫鉀

稱 2.7218g 磷酸二氫鉀加去離子水稀釋到 200mL 。

### 1.2 0.1N 氫氧化鈉

稱 0.8g 氫氧化鈉加去離子水稀釋到 200mL 。

### 1.3 緩衝溶液(Buffer solution)

在 100mL 0.1M 磷酸二氫鉀中，加入約 93.4mL 氫氧化鈉調 PH 值；控制 PH 值在 7.7 。

### 1.4 吸收劑: Folin's reagent

稱 0.4g 1,2-naphthoquinone-4-sulfonic acid sodium salt 溶於 100mL 的緩衝溶液(Buffer solution)中，再用去離子水稀釋到 500mL 。

註：配製 Folin's reagent 須避光且冷藏儲存之。

### 1.5 檢量儲備溶液(cablibration stock solution)

精稱 1.8g(若藥品純度為 30% 則精稱 6g) 1,2-naphthoquinone -4-sulfonic acidsodium salt, 以 Folin's reagent 稀釋到 100mL ;儲存溶液濃度為 18 mg/mL 。

註：須避光且冷藏儲存之。

## 2. 設備：

2.1 捕集設備：每個 bubbler 濾加 15 mL Folin's reagent 當採樣介質。

2.2 個人採樣泵流量：0.2 L/min 。

2.3 20 mL 褐色瓶。

2.4 紫外光可見光分光光度儀。

2.5 燒杯：50 mL 、100mL 。

2.6 量瓶：100 mL 、200 mL 、500 mL 。

2.7 10 uL 注射針。

2.8 安全吸球。

2.9 吸量管 15 mL 。

### 3. 採樣

3.1 校正個人採樣泵的流速：校正時，採樣泵連結捕集設備一同校正。

3.2 採樣泵的流速調於 0.2 L/min 。

採集空氣體積：最低採樣體積 50 L 。

3.3 每組需有 1~10 個現場的空白樣品。

### 4. 樣品處理

4.1 樣品採集回來後，立即以 UV/Vis 測試。

注意：樣品配製及分析過程中，都須以避光處理。剩餘的溶液須冷藏之且儲存時限不可超過 5 天。

### 5. 檢量與品管

#### 5.1

5.1.1 將 15 mL Folin's reagent 分別加入於 20 mL 棕色瓶中。

5.1.2 以 18 mg/mL 標準溶液，配製濃度範圍為 9 ~ 144  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.1.3 建立檢量線時，至少要五點不同濃度的標準溶液 。

5.2 建立檢量線：以吸收度對溶液絕對量( $\mu\text{g}$ )作圖。

5.3 將樣品、標準溶液及空白樣品一同分析。

5.4 每隔 10 個樣品，測試 一次標準品，以檢查儀器的狀況是否穩定。

### 6. 定量：

6.1 儀器分析方法：紫外光吸光光譜儀的條件如下：

儀器：PERKIN-ELMER Lambda 6

波長：500 nm 或 500 nm

光徑：1 cm

6.2 測定標準溶液、樣品、空白樣品的吸光度，並加以記錄。

6.3 脫附效率

化合物	TLV ( $\text{mg/m}^3$ )	相當採樣量 (L)	脫附濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	脫附效率 (%)	CV <sub>1</sub> (%)
4-(1-aziridiny)	0.90	50	27~108	90.80	2.59
1,2-naphthoquinone					

### 7. 計算：

7.1 測量所得的吸光度，以檢量線計算出相對應的絕對量( $\mu\text{g}$ )

$$C = \frac{W - B}{V} \text{ mg/m}^3$$

C：計算濃度(mg/m<sup>3</sup>)

W：樣品中絕對含量(μg)

B：空白樣品中平均絕對含量(μg)

V：所採集空氣量(L)

## 8. P&CAM 300 分析方法

8.1 本分析方法是沿革 P&CAM 300 分析方法而成。

8.2 儀器分析條件：

方法：HPLC

分析物：4-(1-aziridinyl)-1,2-naphthoquinone

注射量：10 uL

偵測器：UV/Vis 波長：254 nm

流速：1.3 mL/min

移動相：Hexane/Chloroform(1% ethanol)/2-propanol(59.5:40:0.5)

管柱：250 mm\*4 mm ID Merck Lichrosorb DIOLSi-60, 粒徑 5 μm

標準樣品：分析物溶於 Folin's reagent

範圍：1.2 ~ 795 ug/樣品

預估偵測極限：0.3 ug/樣品

分析精密度偏差(CV<sub>i</sub>)：7%

## 8.3 P&CAM 300 方法評估

方法 P&CAM 300 發佈於 1990 年 5 月 2 日，在 Folin's reagent 中添加 ethylenimine 的濃度 1.67 ~ 16.7 ug，將樣品儲存於 23 °C 下，經 7 天後其回收率為 86-99%，經 28 天後其回收率為 56-60%。若將樣品儲存於 5°C 下，經 7 天後其回收率為 94-95%，經 28 天後其回收率為 86-94%，因此樣品於採集後分析前應冷藏儲存。

由 ethylenimine 之破出測試顯示採集流速控制在 0.15 L/min，204 ug/L 濃度下採集 26 分鐘或在 20.6 ug/L 下採集 270 分鐘，於後段採集瓶中約有 0.1% 破出，本方法之偵測極限為 0.3 ug/樣品，精密度偏差(CV<sub>i</sub>)為 0.07。於乾燥空氣下，以 0.2 L/min 流速 0.16-21 mg/m<sup>3</sup>濃度下採集的空氣樣品 52 個，其採集量為 2.6-38 L。

## 9. 文獻

[1] Raul Morales, J. F. Stampfer, Jr., R. E. Hermes, E. E. Campbell and H. J. Ettinger, "Development of a Sampling and Analytical Method for Ethylenimine, January 1, 1987 - October 31, 1978," Los Alamos Scientific Laboratory Progress Report LA-7978-PR, National Technical Information Service, Springfield, Virginia, 1979.

Raul Morales

J. F. Stampfer, Jr.

R. E. Hermes

Los Alamos Scientific Laboratory  
NIOSH-1A-78-11

測試撰寫人：郭珍蘭，施慧中，余榮彬

次乙亞胺  
採樣及分析流程圖

