

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1001(等級A)

環氧氯丙烷

epichlorohydrin

編輯日期：2005.06.21

容許濃度	參考資料：NIOSH 1010 8/15/1994 [1]
勞委會：2 ppm [2](皮)	
OSHA：5 ppm (皮膚)	分子式：CH <sub>2</sub> OCHCH <sub>2</sub> Cl
NIOSH：儘可能低 (癌)	
ACGIH：2 ppm (皮膚)(癌)	分子量：92.53
(1 ppm = 3.78 mg/m <sup>3</sup> , @ NTP)	別名：chloropropylene oxide;
基本物性：	1-chloro-2,3-epoxypropane; chloromethyloxirane
液態，密度 1.1812 g/mL @ 20°C	
沸點：117.9 °C	CAS No.：106-89-8
熔點：- 25.6 °C	
蒸氣壓：1.67 kPa (12.5mmHg, 16,400ppm) @20°C	RTECS No.：TX4900000

採 樣	分 析
採樣介質：椰子殼活性碳(100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10 ~ 200 mL/min	分析物：環氧氯丙烷
採樣體積：最小：2 L @ 5 ppm[1]	脫 附：1 mL CS <sub>2</sub> ，放置30分鐘以上，偶爾振盪
最大：32.2 L	注射量：1 μL
樣品運送：例行性	儀器分析條件：
樣品穩定性：28天@4 °C	溫度—注入口：230 °C
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上	—偵檢器：250 °C
	40 °C/min
	—管柱：75 °C → 80 °C
	(4 min) (2 min)
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，20 mL/min
範 圍：12~43 mg/m <sup>3</sup>	分流比：不分流
(20 L空氣樣品)	管柱：Stabilwax DA, 30 m × 0.53 mm ID, 1μm
偏 差：4.2 %	標準樣品：分析物溶於CS <sub>2</sub> 中
總變異係數 (CV <sub>T</sub> )：5.7 %	檢量線範圍：0.0047~0.4725 mg/mL
準 確 度：± 14.3 %	可量化最低量：4.7 μg/mL
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：3.7 %

適用範圍[1]：以20 L的空氣為樣品時，本方法測試範圍從0.5~16 ppm (2-60 mg/m<sup>3</sup>)。

干擾[1]：未研究。

安全衛生注意事項：環氧氯丙烷為易燃液體，會刺激眼睛、皮膚、呼吸系統；過度暴露於環氧氯丙烷，會失去知覺，甚至休克死亡。使用操作時應配戴護目鏡、口罩及手套，在通風良好的煙櫃中進行。

註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

## 1. 試藥

- 1.1 脫附劑：二硫化碳(分析級)。
- 1.2 環氧氯丙烷(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

## 2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管 (100 mg/50 mg)，見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質 [3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率 10 ~ 200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器(FID)、積分器以及管柱。
- 2.4 1.8 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10  $\mu$ L的微量注射針筒，刻度至0.1  $\mu$ L；1 mL的微量注射針筒，刻度至0.01 mL。
- 2.6 10 mL的量瓶。
- 2.7 5 mL的吸管和吸球。
- 2.8 振盪器。

## 3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣 [3]。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 10 ~ 200 mL/min，應採集的空氣體積約 2 ~ 30 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

## 4. 脫附效率測定及樣品脫附

### 4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率 [3]。

- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.057 ~ 0.227 mg。
- 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

## 4.2 樣品脫附

- 4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個 1.8 mL 的玻璃小瓶中。
- 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 1 mL，立即蓋上瓶蓋。
- 4.2.3 放置 30 分鐘，並偶爾振盪後，進行分析。

## 5. 檢量線製作與品管

### 5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管 [3]。
- 5.1.2 以微量注射針筒將標準品直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.0047 ~ 0.4725 mg/mL。(註：至少應配製 5 種不同濃度之標準溶液，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(或高度)對分析物的濃度，繪製檢量線。

### 5.2 品質管制

- 5.2.1 見「行政院勞工委員會有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管 [3]。

## 6. 儀器分析

### 6.1 儀器分析條件

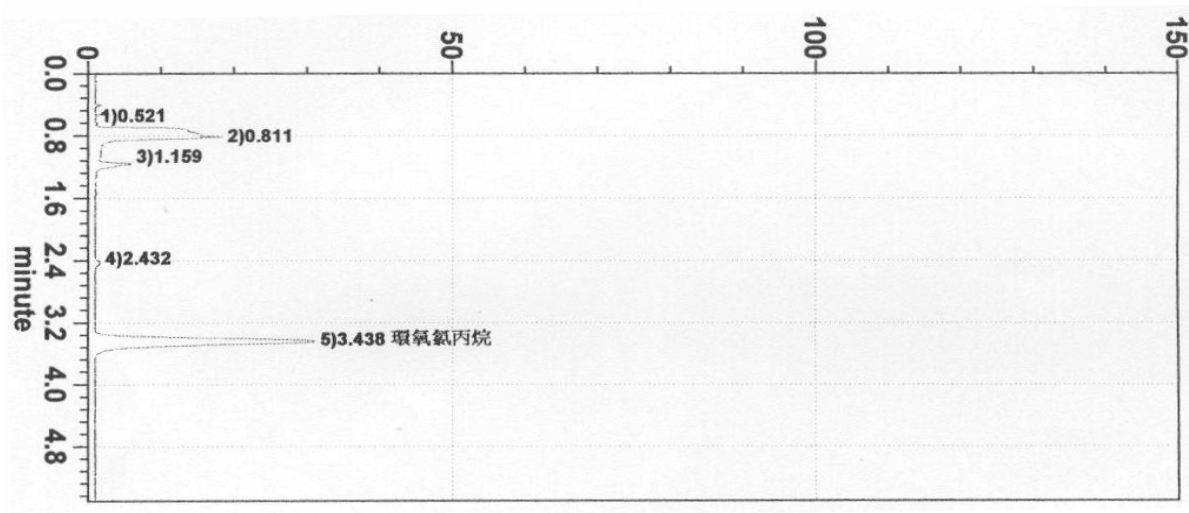
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	Stabilwax DA 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	20
分流比	不分流
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	40 °C/min 75 —————> 80 (4 min)                      (2 min)

註：以HP5890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

化合物	滯留時間 (分鐘)
二硫化碳	0.81
環氧氯丙烷	3.44

### 6.3 分析圖譜



#### 6.4 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
環氧氯丙烷	2	7.5-30	0.057-0.227	84.5	3.7

\* 採樣介質為SKC 2000 活性碳管(100 mg/50 mg)

6.5 注射樣品進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)——利用10  $\mu\text{L}$  之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取3  $\mu\text{L}$  溶劑後，吸入0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入1  $\mu\text{L}$  樣品後，在空氣中後退1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔0.9 ~ 1.1  $\mu\text{L}$ 。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

#### 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 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

V：採集氣體體積 (L)

$W_f$ ：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

$W_b$ ：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

$B_f$ ：現場空白樣品前段的算術平均質量 (mg)

$B_b$ ：現場空白樣品後段的算術平均質量 (mg)

註：如( $W_b$ ) > ( $W_f/10$ )即表破出，樣品可能有損失。

## 8. 方法驗證

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (HP 5890)	GC/FID (HP 6890)
分析條件		
溫度 (°C)		230 °C
注入口	230	250 °C
偵檢器	250	40°C/min
管柱	40C/min 75 —————> 80 (4 min)                      (2 min)	75 —————> 80 (4 min)                      (2 min)
流率(mL/min)		
空氣	400	450
氫氣	40	40
氮氣	20	2.4
分流比	不分流	不分流
管柱	Stabilwax DA, 30 m × 0.53 mm ID, 1µm	DB-wax, 30 m×0.25 mm ID, 0.25µm
檢量線範圍	0.0047 ~ 0.4725 mg/mL	0.0047 ~ 0.4720 mg/mL
線性相關係數	0.9999	0.9999
平均脫附效率(%)	84.5	84.2
分析變異係數(%)	3.7	1.4
滯留時間(min)	3.4	4.1

## 9. 高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法以注射針泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生濃度為4 ppm之環氧氯丙烷標準氣體，於30 °C、80 % RH 高濕環境下，以採樣流率 200 mL/min進行6個樣本之破出測試。結果顯示，破出時間長於4小時，故以4小時為破出時間，而破出體積(48 L)乘以0.67則可得建議最大採樣體積為32.2 L。

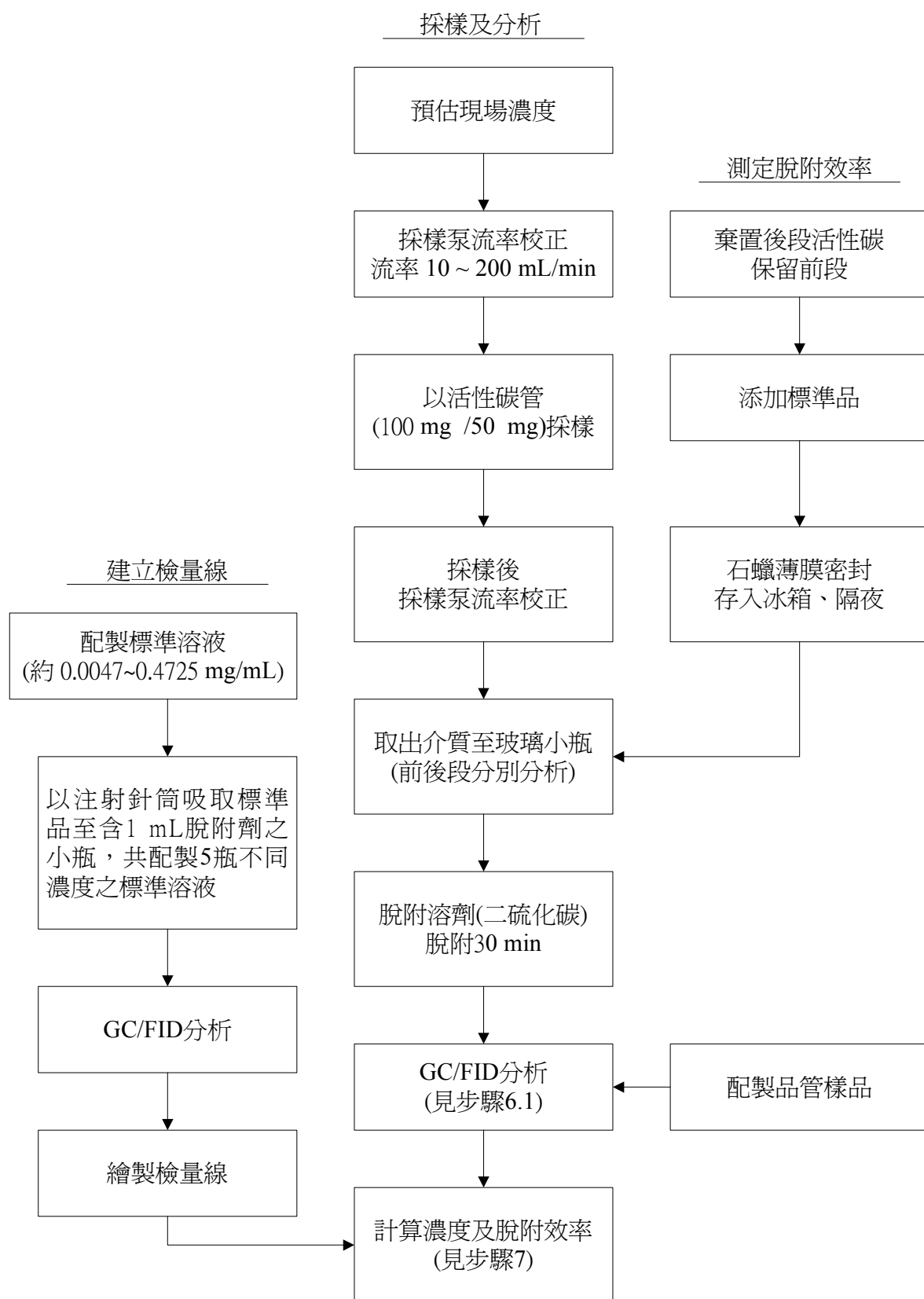
## 10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.236 mg環氧氯丙烷於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為81.7%，14天回收率為68.5%，21天回收率為59.8%，28天回收率為55.1%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為98.7%，14天回收率為99.6%，21天回收率為104.9%，28天回收率為104.3%，見表二，環氧氯丙烷於4 °C冷藏環境下，至少可貯放28天。

#### 10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1010, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 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] 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. 本分析方法是參照NIOSH第四版分析方法1010[1]而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL CS<sub>2</sub>，放置30分鐘。

注射量：5 μL

溫度 — 注入口：175 °C

— 偵檢器：215 °C

— 管 柱：135 °C

載流氣體：氮氣或氦氣，20 mL/min

管 柱：玻璃管，1.8 m × 2 mm ID，填充80/100 mesh Chromosorb 101

標準樣品：環氧氯丙烷溶於二硫化碳。

測試範圍：0.04 ~ 1.2 mg/sample

分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：3.1 %

預估偵測極限：1.0 μg/sample

表一 環氧氯丙烷脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：0.0567 mg		添加量：0.1134 mg		添加量：0.2268 mg	
		分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)
1	0	0.0518	91.5	0.1017	89.7	0.1865	82.3
2	0	0.0459	81.0	0.0983	86.6	0.1842	81.2
3	0	0.0466	82.1	0.0957	84.4	0.1860	82.0
4	0	0.0473	83.4	0.0956	84.3	0.1862	82.1
5	0	0.0518	91.4	0.0989	87.2	0.1841	81.2
6	0	0.0458	80.8	0.1001	88.3	0.1828	80.6
平均脫附效率(%)			85.0		86.8		81.6
變異係數(%)			5.9		2.5		0.8

三個濃度的平均脫附效率：84.5 %

分析變異係數：3.7 %

表二：環氧氯丙烷之保存穩定性測試

儲存天數	相對回收率 <sup>a</sup>	
	室溫 (約 25 °C) 儲存	冷藏 (4°C) 儲存
1	100 %(1.5 %) <sup>b</sup>	100 %(1.5 %) <sup>b</sup>
7	81.7 %(0.9 %) <sup>c</sup>	98.7 %(0.6 %) <sup>c</sup>
14	68.5 %(1.9 %) <sup>c</sup>	99.6 %(1.8 %) <sup>c</sup>
21	59.8 %(2.6 %) <sup>c</sup>	104.9 %(0.3 %) <sup>c</sup>
28	55.1 %(4.7 %) <sup>c</sup>	104.3 %(0.5 %) <sup>c</sup>

a 由各日樣品之檢出質量除以第 1 日之樣品檢出質量；添加質量為 0.236 mg

b 平均值(變異係數)；樣本數= 6 (第 1 日)

c 平均值(變異係數)；樣本數= 3 (其餘各日)