

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1106

1,2-二氯乙烷

分子式：ClCH₂CH₂Cl 分子量：98.96	Ethylene dichloride 參考資料：NIOSH 1003 (8/15/87) 編輯日期：04/15/90
容許濃度標準(TLV) OSHA：50 PPM, C10 NIOSH：5 ppm, C15 ACGIH：10 ppm [20,21,26] 勞委會：50 ppm (1 ppm=4.05 mg/m³ @NTP)	基本物性：資料未列
化合物：1,2-dichlorethane；CAS #107-06-2	
採樣	分析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流速：10~200 mL/min 採樣量：表 1 樣品運送：例行性 樣品穩定性：未測定 現場空白樣品：樣品數的 10%	方法：GC/FID 分析物：如上述 脫附：1 mL CS₂，放置 30 分鐘 注射量：3μL 溫度—注射器：240℃ 偵測器：240℃
準確度	管柱： 4°C/min 46°C ——— 180°C (7 分鐘) 載流氣體：氮氣，40 mL/min
範圍：見方法評估 偏差：不顯著 全精密度偏差(CV_T)：見方法評估	

	管柱：1% Alltech AT-1000 on Graphpac 60/80, 2.4m x 2.0mm ID 標準樣品：分析物溶於 CS ₂ 中 檢量線範圍：未測定 預估偵測極限：未測定 分析精密度偏差(CV ₁)：見步驟 6.3
適用範圍：適用濃度範圍請參照表 1。藉著 GC 分析條件的設定(如 temperature program)在高溫環境下會使有機蒸氣被活性碳吸附的能力降低，且破出體積亦會大大降低。	
干 擾：未研究。原則是改變 GC 管柱或分離條件以克服干擾物質對分析物所造成的干擾。	
其它方法：本方法是沿革 NIOSH S52 及 1402 分析方法。	

1. 試藥

1.1 脫附劑：CS₂*：層析分析級,可內含合適的內標定品。

1.2 分析物：試藥級*。

1.3 正己烷。

1.4 檢量儲備液(calibration stock solution)：

1.4.1 1,2-二氯乙烷(ethylene dichloride)：

溶於正己烷(n-hexane)，配置成濃度 252 mg/mL 之儲備溶液。

1.5 純化的氫氣或氮氣。

1.6 預先純化的氫氣。

1.7 經過濾之空氣。

* CS₂有毒，易燃，(閃火點＝－30℃)。1,2-二氯乙烷是可疑的致癌物，準備樣品及標準品時，需在通風良好的煙櫃(hood)中進行。

2. 設備

2.1 捕集設備：活性碳管 100mg/50mg, 見採樣介質通則。

2.2 個人採樣泵：流量約 20 ～200 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器(FID)、積分器，以及管柱。

2.4 2 mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。。

2.5 1 mL 吸管和吸球。

2.6 5, 10, 25, 100 μL 之注射針筒。

2.7 量瓶。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見採樣通則。

3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介於 10~200 mL/min，應採集的空氣量，見表 2。

3.3 以塑膠?不可用橡膠)封管，並以石臘薄膜(parafilm)加封。

4. 樣品脫附

4.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，把前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之 PU 泡綿，後段之活性碳倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 30 分鐘，並偶爾搖動。

5. 檢量與品管

5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為請參考步驟 6.3。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液的測試分析，以建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積與內標定品之波峰面積之比值對分析的濃度，繪製檢量線圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量可參考表 3。

5.2.4 以塑膠蓋封管，並以石臘膜(parafilm)加封，靜置過夜。

5.2.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)對分析物回收毫克數(mg)作圖。

5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

6. 儀器分析

6.1 本項之方法曾用于汽油揮發物和印刷工廠作業環境空氣之分析[5]。

6.2 本方法可參考 NIOSH 1500, 1501 和 1550 使用。

6.3 主要分析物：如第 N1500-1 頁;此外，絕大部份汽油中所含之化合物皆適用本

方法。

6.4 儀器分析條件

條 件

儀器	GC/FID
管柱	1% Alltech AT-1000 on Graphpac 60/80, 2.4m×2.0 mm ID
流速 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	40
溫度 (°C)	
注射器	240
偵測器	240
管 柱	4°C/分 46°C——180°C (7 分)

6.5 大約滯留時間 (retention time)

滯留時間

化 合 物	(A)	(B)	(C)
二硫化碳	16.50	20.57	
正己烷*	8.53		
甲苯#	19.05		
鄰二甲苯			5.21
1,2-二氯乙烷			25.62

(A) *正己烷為稀釋溶液，內標定品為苯 (Benzene)# 是以 fused silica WCOT DB-1, 30m×0.53mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 5.6 mL/min 下，以 40°C (9 分)——140°C (0.5 分)條件分析所得之滯留時間甲苯在此為內標定品。

(B) 是以 1% Alltech AT-1000 on Graplac 60/802.4m×2.0mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 40mL/min 下

4°C/分

，以 46°C (7 分)——180°C 條件分析所得之滯留時間。

(C) 以 fused silica WCOT, DB-1, 30m×0.53mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 7.8 mL/min 下，以 75℃持續 6 分鐘所得之滯留時間。

6.6 脫附效率*

化 合 物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度* (mg/mL)	脫附效率 (%)	CV ₁ (%)
1,2-二氯乙烷	350	3.7~15.0	0.2~0.8	103.0	1.60

* SKC 226-01 活性碳管，批號 120。

6.7 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)—10 μ L 之注射器先以溶劑 (CS₂) 沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μ L 溶劑後，吸入 0.2 μ L 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 μ L 樣品後，在空氣中後退 1.2 μ L，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1 μ L。

6.8 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位:L)

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

W_f：前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b：後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 W_b > W_f/10 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 1500 分析方法

8.1 本分析方法綜合下列諸方法而成，P&CAM 127[3], S10[4], S122[6], S123[7], S328[8], S133[9], S351[11], S314[10]和 NIOSH 方法。1003 (2/15/84 版)。

8.2 儀器分析條件

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL CS₂,放置 30 分鐘

注射量：5 μ L

溫 度：見表 3

管 柱：見表 3

標準樣品：分析物溶於 CS₂中

範 圍：見表 3

預估偵測極限：0.01 mg/樣品[3]

分析精密度偏差(CV₁)：見表 2

8.3 NIOSH 1003 分析方法評估

以下的結果是 NIOSH 1003 方法使用添加樣品(spiked sample)和標準氣體所得，採集介質是 SKC 批號 105 椰子殼活性碳。方法評估之數據見表 4。實驗室內測試是利用氣體產生器添加標準氣體樣品，於 SKC 批號 105 椰子殼活性碳上[1]。分析之結果列表 3：

8.4 其他驗證分析方法

8.4.1 分析條件

	測試 1	測試 2
儀器	GC/FID	GC/FID
溫度		
注射器	225 °C	200 °C
偵測器	250 °C	250 °C
管柱	10°C/分 35 °C—— 60 °C (3 分) (6 分)	5°C/分 60 °C—— 115 °C (1 分)
速度 (mL/min)		

空氣		400	300
氫氣		33	35
氮氣		20	20
管柱		fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID	玻璃管柱 10% Carbowax 20 m 4 m×0.2 mm ID
1,2	平均		
二	脫附	101%	96%
氯	效率		
乙	平均	1.2%	2.8%
烷	CV ₁ 值		

* internal standard 為 Benzene

** 未用 internal standard

9. 高濕環境破出與樣品貯放穩定性測試

以注射針驅動法(syringe drive method)產生標準氣體，並於 30℃，80% RH 高濕環境進行採樣測試，1,2-dichloroethane 於 400 ppm，採樣流速 200 mL/min 下採集，則其採集時間分別於 80 分時有 5%破出(breakthrough)，其建議破出體積分別為 10.6L，由實驗結果顯示，在高濕環境下採集後，將樣品冷藏貯存，則於貯放 15 天後樣品之回收率均可達 90%以上。

10. 文獻

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S101, S110,S113, S114, S115, S122, S123, S126, S133, S134, S135, S281,S314, S328, S335, S351, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as StockNo. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequences #3990-T, 3990-U and 3990-W(NIOSH, unpublished, November 3, 1983) and 4304-J (NIOSH,unpublished, April 3, 1984).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 1., P&CAM127, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).
- [4] Ibid., V. 2., S101, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

- [5] Ibid., S110.
 - [6] Ibid., S113.
 - [7] Ibid., S114.
 - [8] Ibid., S115.
 - [9] Ibid., S122.
 - [10] Ibid., S123.
 - [11] Ibid., S126.
 - [12] Ibid., S133.
 - [13] Ibid., S134.
 - [14] Ibid., V. 3, S136, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
 - [15] Ibid., S281.
 - [16] Ibid., S314.
 - [17] Ibid., S328.
 - [18] Ibid., S335.
 - [19] Ibid., S351.
 - [20] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as Stock #PB83-154609 from NTIS, Springfield, VA 22161.
 - [21] NIOSH Current Intelligence Bulletin 27, Chloroethanes: Review of Toxicity, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-181 (1978).
 - [22] NIOSH Current Intelligence Bulletin 20, Tetrachloroethylene (Perchloroethylene), U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-112 (1978).
 - [23] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Benzyl Chloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-182 (1978).
 - [24] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Carbon Tetrachloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-133 (1976).
 - [25] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Chloroform, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 75-114 (1975).
 - [26] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Ethylene Dichloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-139 (1976).
 - [27] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to 1,1,1-Trichloroethane, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-184 (1976).
 - [28] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Tetrachloroethylene (Perchloroethylene), U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-185 (1976).
 - [29] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會。
- METHOD REVISED BY: G. D. Foley; Y. T. Gagnon; and K. J. Williams, NIOSH/DPSE;

methods originally validated under NIOSH ContractCDC-99-74-45.

測試撰寫人：葉錦芬、李美貴、林維炤、陳銘田、郭慶輝、林榮安、黃瑞梅、王文忻

驗證人：蘇城、彭慧玲、陳宏德、施慧中、謝素桂、林維炤

1,2-二氯乙烷
採樣及分析流程圖

