

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2319

五氯酚

<p>分子式：C₆Cl₅OH</p> <p>分子量：266.35</p>	<p>Pentachlorophenol</p> <p>參考資料：NIOSH 5512 (5/15/89)</p> <p>編輯日期：8/15/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：0.5mg/m³ (皮膚)</p> <p>NIOSH：0.5mg/m³ (皮膚)</p> <p>ACGIH：0.5mg/m³；STEL1.5mg/m³(皮膚)</p> <p>勞委會：0.5mg/m³</p> <p>(1 ppm=10.8 mg/m³ @NTP)</p>	<p>基本物性：</p> <p>固體</p> <p>熔點 190 °C；密度 1.978 @ 22°C</p> <p>沸點 309 °C</p> <p>昇華物；蒸氣壓 0.016 kPa(0.12mmHg) @ 100°C</p>
<p>化合物別名：Penta；PCP；CAS # 87-86-5.</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：濾紙+衝擊式採集瓶</p> <p>(纖維素酯膜及不銹鋼網墊/乙二醇)</p> <p>流速：0.5~1.0L/min</p> <p>採樣時間：—最小：48 L @ 0.5mg/m³</p> <p>—最大：480L</p> <p>樣品運送：採樣後將纖維素酯濾膜放於</p> <p>含有 15mL 乙二醇中。</p> <p>樣品穩定性：8 天 @ 25°C</p> <p>現場空白樣品：樣品數之 10%</p>	<p>方法：HPLC/UV</p> <p>分析物：五氯酚</p> <p>脫 附：10 mL 甲醇</p> <p>注射量：20 µL</p> <p>移動相：90% 甲醇/10% 水(含 0.1% 磷酸)</p> <p>流 速：1.0 mL/min</p> <p>管 柱：INERTSIL-ODS, 5µm</p> <p>偵檢器：UV，254 nm</p> <p>標準樣品：五氯酚溶在乙二醇/甲醇=60%：40%</p>
<p>準 確 度</p>	
<p>範圍：0.265 ~1.130 mg/m³[1](180-L 樣品)</p>	<p>之溶液中</p>

偏差：不明顯[1]	檢量線範圍：24~270 µg/樣品 [1]
全精密度偏差(CV _T)：0.072[1]	預估偵測極限：0.5 µg/mL
	分析精密度偏差(CV ₁)：3.62%
適用範圍：對於 180-L 之空氣樣品，本方法之有效分析濃度 0.13~11 mg/m ³ ，此法也可應用於短時間量平均容許濃度(STEL)測量(15-L 樣品)，此法曾用於木場含 2,3,4,6-四氯酚存在下五氯酚之測定。	
干 擾：未確定	
其它方法：本方法是參照 NIOSH S297[2]分析方法，其他如 Vulcan Materials Co.所提供之方法是[4]利用含 Zefluor 濾膜及矽膠管之取樣裝置配合 HPLC 分析，此法曾被 NIOSH 契約客戶[5]用來分析含五氯酚之樣品，OSHA 分析方法則以濾紙後加接 XAD-7 為採集介質。	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑:10 mL 甲醇, ACS 試藥級
 - 1.2 五氯酚, ACS 試藥級
 - 1.3 甲醇, 層析級
 - 1.4 去離子水.
 - 1.5 異丙醇,試藥級
 - 1.6 五氯酚儲備溶；5 mg/mL：溶解 50mg 五氯酚於 10mL 異丙醇中。
- * 五氯酚會刺激眼睛，可經皮膚吸收，並可造成肝病變。

2. 設備

- 2.1 捕集設備:37-mm 纖維素酯濾膜，不銹鋼墊網，25mL 衝擊瓶內含 15mL 乙二醇。
- 2.2 個人採樣泵流量: 500-1000 mL/min。
- 2.3 高效率液相層析儀:備有 UV 偵測器,積分器,以及管柱。
- 2.4 2mL 玻璃小瓶(vials),備有聚氟乙烯(PTFE)的蓋子。
- 2.5 50uL 注射針筒。
- 2.6 10 mL 吸管和吸球。
- 2.7 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結濾紙匣(內含濾紙)和衝擊瓶，進行流量校正，見採樣通則。
- 3.2 將 15 mL 乙二醇則入衝擊瓶內。
- 3.3 將濾紙匣的出口連結衝擊瓶的入口處，再將衝擊瓶的出口連結到空的衝擊瓶然後再接到採樣泵上。
- 3.4 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介於 0.5~1.0 L/min。應採集

6.3 脫附效率*

化合物	相當採樣量 (L)	脫附濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	脫附效率 (%)	CV ₁ (%)
penta-chlorophenol	48~480	50~202	98.45	2.7

* 採樣介質為 SKC 批號 225-5(濾膜)

6.4 注射樣品進入液相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)－25 μL 之注射器先以溶劑沖刷數次濕潤針管與活塞，針頭浸入樣品中吸入 20 μL 樣品。

6.5 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:

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

C：濃度($\mu\text{g}/\text{m}^3$)

V：氣體採樣體積(L)

W_f：前段濾紙所含之分析物濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

W_b：後段矽膠管所含之分析物濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

註：如 W_b > W_f / 10 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 5512 分析方法

8.1 本分析方法是參照 N5512 分析方法

8.2 儀器分析條件

方法：HPLC

分析物：Pentachlorophenol

脫附：10 mL 甲醇

注射量：20 μ L

移動相：60%甲醇/40% 水

流速：1.5 mL/min; 常溫

檢測器：UV, 254nm

管柱： μ -Bondapak C₁₈, 10 μ m particle size, 30cm×3.9mm ID

8.3 方法評估

此法於 1977 年公佈[1,2], 180L 空氣樣品於濃度 0.265~1.131mg/m³, 溫度 24°C, 壓力 761mm Hg 下之總採樣及分析精密度偏差為 0.07, 平均回收率 105%, 無顯著之偏差。針對 45~180 μ g 之五氯酚樣品, 過濾膜之回收率 101%, 而濃度為 100 μ g 之樣品, 在一般條件下經 8 天之儲存其回率為 95.3%。OSHA 39 分析方法是以前以濾紙後加接 XAD-7 進行採集, 而其以 HPLC 進行分析時所選用之波長為 220 nm, 其移動相是採 H₂O/Acetone 內含 0.1% H₃PO₄, 以此方法分析, 其預估偵測極限為 0.33 μ g/樣品, 在 12 μ g~45 μ g XAD-7 之平均脫附效率為 101%, 濾紙之脫附效率為 80%, 依 NIOSH 5512 分析方法處理步驟, 僅在 HPLC 測試時改用 220 nm 偵測波長進行測試, 則同一濃度之吸收強度為 254nm 偵測波長之 10 倍, 故在進行分析時, 若在 220 nm 無干擾分析物時, 可選用 220 nm 偵測波長進行測試。

8.4 其它驗證分析方法

	測試 1	測試 2
儀器	HPLC	HPLC
管柱	Inertsil ODS-25 μ m	Merck Lichrosphere RP-18, 5 μ m
移動相	MeOH : H ₂ O = 90 : 10 (0.1% H ₃ PO ₄)	MeOH : H ₂ O = 90 : 10 (0.1% H ₃ PO ₄)
流速	1.0 mL/min	0.9 mL/min
偵測器	UV, 254nm	UV, 254nm
平均脫附效率	100.85%	100.23%
平均 CV ₁ 值	6.08%	10.67%

9. 文獻

[1] Backup Data Report for Pentachlorophenol, prepared under NIOSH Contract 210-76-0123

(1977).

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd.ed.,V.4,S297, U.S.Department of Health, Education, and Welfare, Publ.(NIOSH)78-175(1078).

[3] Analysis of NIOSH Samples for Pentachlorophenol and Tetrachlorophenol,NIOSH/MRSB Sequence #4492, Utah Biomedical Research Laboratory,Salt Lake City, UT(1984).

[4] Vulcan Materials Co.Analytical Backup Report #1. Determination ofPentachlorophenol in Air, Birmingham, AL 35255(1982)

[5] Analysis of NIOSH samples for Pentachlorophenol, NIOSH/MRSBSequence #4065, Southern Research Institute, Birmingham, AL35255, (1984).

[6] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for OccupationalHazards, U.S.Department of Health and Human Services, Publ.(NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

[7] 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，民國 77 年 6 月。

測試撰寫人：黃榮茂、徐志江

驗證人：施慧中、郭錦堂、廖芳足、姜曉芳

五 氯 酚
採樣及分析流程圖

