

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5008

二溴乙烷

Ethylene dibromide

容許濃度
勞委會：20 ppm(皮、瘤)
OSHA：20 ppm(ceiling 30ppm)
NIOSH：0.045ppm(ceiling 0.13ppm)
ACGIH：致癌物
(1 ppm=7.68mg/m³)
基本物性：
液態：密度2.169g/mL @25°C
沸點：131°C；
熔點：-10°C
蒸氣壓：1.5kPa (11mmHg, 1.4%v/v)@25°C

參考資料：NIOSH 1008 (8/15/94) [1]
分子式：C₂H₄Br₂
分子量：187.88

別名：EDB, 1,2-dibromoethane
CAS No.：106-93-4

RTECS No.：KH9275000

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管 (100mg/50mg) 流率：20~200 mL/min 採樣體積：最小0.1L @0.1ppm 最大25L 樣品運送：例行性 樣品穩定性：冷藏樣品於-25°C或以下的溫度，可保存二週[3,4] 現場空白樣品：樣品總數的10%，或至少需二個以上		方法：GC/ECD 分析物：二溴乙烷 脫附：10 mL 99:1 benzene:methanol(v/v) 25°C 注射量：2 μL 溫度：175°C 偵檢器：310°C 管柱：55°C 載流氣體：氮氣，13.50 mL/min 管柱：fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53mm ID 標準品：ethylene dibromide溶於含內標定	
準	確	度[3]	
範圍：參考方法評估 偏差：不顯著 總變異係數(CVT)：未測定		品之benzene:methanol 99:1(v/v)中。 檢量線範圍：0.11 μg ~ 19.52 μg/樣品 可量化最低濃度：0.11 μg/mL 分析變異係數(CVa)：2.8%	

適用範圍：採樣量為25L之空氣樣品，其實用之濃度範圍為0.0003~1ppm (0.002~8mg/m³)。ECD用來定量所能偵測的範圍，依偵測器的型式及使用的層析儀而有不同。為使定量精確可靠，必需以儀器之最低偵測量，調整ECD至最佳操作狀況，進行分析。

干擾：未確定，若有干擾產生，可藉改變分離管柱或分析條件，以避免干擾的存在。用填充式分離管柱 (packed column) 其填充物如3% OV-210 on 80/100 Gas Chrom Q，及GP 20% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on 100/120 Chromosorb WHP [4]，亦可用於本分析方法。

安全衛生注意事項：

1. 危害性分類為6.1毒性物質。
2. 苯及二溴乙烷[3]為致癌物，易被皮膚吸收，苯及甲醇具可燃性。配製樣品及標準品時需在煙櫃中進行，且戴上手套。

1. 試藥

- 1.1 苯，試藥級。
- 1.2 甲醇，試藥級。
- 1.3 二溴乙烷，高純度。
- 1.4 二溴乙烷儲備液：取5 μL高純度二溴乙烷，以不含內標物之苯：甲醇 99:1(v/v)脫附劑配製成10 mL備用。
- 1.5 脫附劑為苯：甲醇 99:1(v/v)。
- 1.6 內標物儲備液：取100 μL 高純度1,1,2,2-四氯乙烷 (密度=1,587g/mL@ 25°C)，以苯：甲醇99:1(v/v)脫附劑配製成10 mL備用。
- 1.7 純化的氮氣或氬氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管（100mg/50mg），見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 20~200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有Ni63電子捕集偵測器（ECD）、積分器，以及管柱。
- 2.4 10mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯（PTFE）內襯的蓋子。
- 2.5 10mL定量吸管和吸球。
- 2.6 5, 10, 25, 100 μ L之注射針筒。
- 2.7 10 mL量瓶
- 2.8 超音波振盪器
3. 採樣
 - 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見通則之採樣。
 - 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率是介於 20~200 mL/min，應採樣的空氣量是 0.1~25 L。
 - 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）加封。
4. 脫附效率測定及樣品脫附
 - 4.1 脫附效率測定
 - 4.1.1 見通則之脫附效率。
 - 4.1.2 將活性管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
 - 4.1.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.76~3.25 μ g。
 - 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 10 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 10mL 的玻璃小瓶。
 - 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 10 mL，立即蓋上瓶蓋。
 - 4.2.3 以超音波振盪器振盪 30分後測定。
5. 檢量線製作與品管
 - 5.1 檢量線製作
 - 5.1.1 見通則之檢量線製作與品管。
 - 5.1.2 檢量線標準品配製：分別取1, 2, 6, 14, 50, 70, 100, 150及 180 μ L之二溴乙烷儲備液於各個10 mL量瓶中，每一量瓶中再分別加入 5 μ L內標定品儲備液，最後以脫附劑分別稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍為0.11~19.52 μ g/mL。
 - 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 見通則之檢量線製作與品管。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	GC/ECD	
管柱	fused silica WCOT DB-1 30m \times 0.53mm ID	

流率(mL/min)	
氮氣	13.5
溫度(°C)	
注入口	175°C
偵檢器	310°C
管 柱	155°C

註：以PERKIN ELMER SIGMA 2000爲例，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）
苯	2.2
甲醇	0.8
二溴乙烷	3.5
*	
1,1,2,2-四氯乙烷	6.9

* 內標物

6.3 脫附效率 *

化 合 物	容許濃度 相當採樣量		脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係 數 (%)
	(ppm)	(L)			
二溴乙烷	20	0.05~0.20	0.76~3.25	95.9	2.8

* 採樣介質爲SKC目錄號碼226-01，活性碳管批號120或同等品。

** 參考勞委會民國74年4月修正之標準

6.4 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 之注射針筒先以溶劑（苯—甲醇）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，在氮氣中後退1.2 μ L，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔 1.9~2.1 μ L。

6.5 以電子積分器或其他適當之面積（或高度）計算方法，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(mg/m³)
 V : 採樣氣體體積(L)
 Wf : 前段活性碳管所含之分析物質量(mg)
 Wb : 後段活性碳管所含之分析物質量(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)
 註 : 如(Wb)(Wf/10)即表破出，樣品可能有損失。

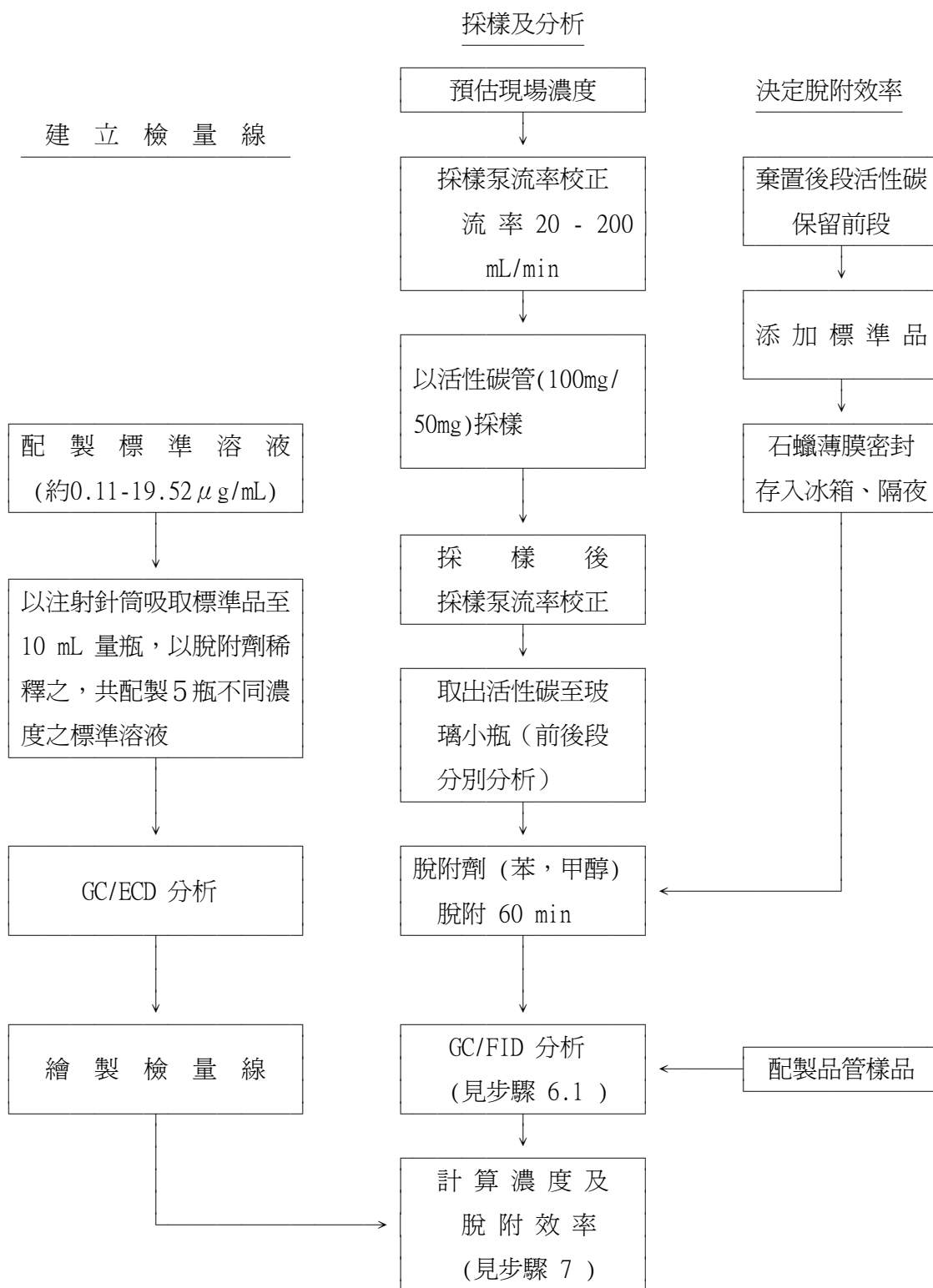
8. 方法驗證 CH4

	測 試 1 *	測 試 2 *
儀 器	GC-ECD (HP5890)	GC-ECD (PE2000)
分析條件 溫度(°C) 注入口 偵檢器 管柱	175°C 310°C 10°C/分 80°C——100°C (2分) (1.5分)	175°C 310°C 45°C
流 率 管 註	Ar + 5% CH ₄ , 13 mL/min fused silica WCOT, DB-1 30m x 0.53 mm ID	N ₂ : 0.5 kg/c 玻璃管柱, 3%OV-210 on 80/100 Supelcoport 2.1x 2mmID
平均脫附效率	99.6%	97.8%
平均 CVa 值	1.5%	1.8%

* 內標物為1, 1, 2, 2-tetrachloroethane

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1008, 1994.
- [2] Criteria for a Recommended Standard....Occupational Exposre to Ethylene Dibromide, Dept. Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-221(1977)
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd.ed., V.2, S104, U.S. Dept. Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH)77-157-B (1977)
- [4] Ibid, V.4, P & CAM 260, U.S. Dept. Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175 (1978)
- [5] User check, UBTL, Inc., NIOSH Seq. #4585-R (unpublished, May 21, 1985)
- [6] Tucker, S.P., J.J. Sweeney and A.W. Teass. "A Charcoal Tube Method for Determining 1,2-Dibromoethane in Air, "NIOSH (unpublished, 1979)
- [7] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S104, U.S. Dept. Health, Education, and Welfare, Pbul. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [8] Report of NIOSH Seq. #5332-A (unpublished, May 5, 1986).
- [9] 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84年 6 月。



附註二 參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法是參照NIOSH 1008分析方法而成。
2. 儀器分析條件：
 - 方法：GC/ECD
 - 脫附：10 mL benzene:methanol 99:1 (v/v)，放置1小時
 - 注射量：5 μL
 - 溫度—注入口：175°C
 - 偵檢器：315°C

—管 柱： 50°C

管 柱：1.8m× 4mmID, borosilicate glass玻璃管柱，填充
3% OV-210 on 80/100 Gas Chrom Q

標準樣品：分析物溶於含內標物之 benzene:methanol 99:1(v/v)中

測試範圍： 0.1~ 0.5 μ g/樣品

分析變異係數 (CVa)：4.4 %

預估偵測極限：0.01 μ g/樣品

—