

## 行政院勞工委員會採樣分析參考方法

5042 氯丙烯

Allyl chloride

容許濃度 勞委會：1ppm，STEL 2ppm[2] OSHA：1ppm NIOSH：3ppm，15min ACGIH：1ppm，STEL 2ppm (1ppm=3.13mg/m <sup>3</sup> ) 基本物性： 液態，密度0.938 g/mL@20°C 沸點：45°C 熔點：-135°C 蒸氣壓：39.3kPa(295mmHg,38.8%v/v)@25°C 爆炸範圍：3.3~11%(v/v in air)	參考資料：NIOSH 1000 8/15/1994[1]  分子式：CH <sub>2</sub> =CHCHCl <sub>2</sub> ，C <sub>3</sub> H <sub>5</sub> Cl  分子量：76.53  別名：3-chloro-1-propene  CAS No.：107-05-1  RTECS No.：UC 7350000
--	--

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管(100mg/50mg) 流 率：10~200mL/min 採樣體積：最小：1L[1] 最大：27L@2ppm 樣品運送：例行性 樣品穩定性：15天@冷藏4°C 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上。	方 法：GC/FID 分 析 物：氯丙烯 脫 附：1mL苯，靜置30分鐘偶爾搖動 注 射 量：2μL 儀器分析條件： 溫度—注入口：200°C —偵檢器：250°C 15°C/min —管柱：30°C————→120°C (2min)        (3min)
準 確 度[1]	載流氣體：氮氣，12.3 mL/min 管 柱：fused silica WCOT DB-1 30m× 0.3mmID，1.5μm 標準樣品：分析物溶於1mL苯中 檢量線範圍：0.008~0.20 mg/mL 可量化最低濃度：0.008 mg/mL 分析變異係數(CVa)：3.1%
範 圍：1.8~7.2mg/m <sup>3</sup> (10空氣樣品) 偏 差：6.4% 總變異係數(CV <sub>T</sub> )：7.1% 準 確 度：± 16.6%	

適用範圍：本方法以10L的空氣為樣品之有效分析範圍為1~10mg/m<sup>3</sup>；而此方法中，藉著改變GC的分析條件(如昇溫程式)可同時測2種以上的分析物。本方法適用於15分鐘之採樣(採樣率1L/min)。[1]

干 擾：採集介質之吸收容量(capacity)依空氣中氯丙烯含量及其他干擾物之濃度及水蒸氣之含量不同而改變。[1]

安全衛生注意事項：氯丙烯及苯均屬第6類毒性物質，為易燃液體，會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統；苯為致癌物質；氯丙烯為疑似致癌物質，應置於陰涼且通風良好處，緊密容器，容器應接地遠離火源。使用操作時應配戴護目鏡、口罩及手套。

註：本方法有標出參考文獻處，內容係直接引用該文獻。

## 1. 試藥

- 1.1 脫附劑：苯(層析級)。
- 1.2 分析物：氯丙烯(試藥級)。
- 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：活性炭管(100mg/50mg)，通則之採集介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約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 2 mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL及10 mL的吸管和吸球。
- 2.6 5，10及25  $\mu$ L之注射針筒。
- 2.7 10 mL量瓶及石蠟薄膜。

## 3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性炭管，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。採樣泵流率為10~200 mL/min，應採集的空氣體積約1~27L。
- 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 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為0.033~0.134mg。

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2mL的玻璃小瓶。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2mL的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑1mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 放置30分，偶爾搖動。

## 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[3]。

以微量注射針筒取標準品直接注入含有1mL脫附劑的玻璃小瓶中，所建立之檢量線濃度範圍約為0.008~0.20mg/mL。

(註：至少應配製5種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.2 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.3 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/FID	
管柱	fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID, 1.5 μm	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	33 mL/min	
氮氣	12.3 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	15°C / 分 30°C → 120°C (2分)      (3分)	

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)
氯丙烯	1.6
苯	3.4

### 6.3 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	添加量 (mg/sample)	平均脫附 效率(%)	分析變異 係數CVa(%)
氯丙烯	1	10~40	0.033~0.134	96.4	3.1

\* 採樣介質為SKC 226-01 Lot 120活性碳管(100mg/50mg)

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)-利用10  $\mu$ L之注射針筒先以溶劑(苯)沖刷數次，濕潤針管與活塞，取3  $\mu$ L溶劑後，吸入0.2  $\mu$ L空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入2  $\mu$ L樣品後，在空氣中後退1.2  $\mu$ 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  $\mu$ L，以控制注射量誤差在5%以內。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積(或高度)，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/m<sup>3</sup>)

V：採集氣體體積(L)

W<sub>f</sub>：前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W<sub>b</sub>：後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B<sub>f</sub>：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B<sub>b</sub>：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W<sub>b</sub>) > (W<sub>f</sub>/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 5890)
分析條件		
溫度	200°C	200°C
注入口	250°C	250°C
偵檢器	15°C /分	30°C /分
管 柱	35°C————→120°C (5分) (5分)	40°C————→270°C (3分) (2分)
流率		
空氣	400mL/min	400mL/min
氫氣	33mL/min	36mL/min
氮氣	17mL/min	11mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm ID , 1.0 μ m	fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm ID , 1.0 μ m
平均脫附效率	94.4%	101.0%
CVa	1.6%	2.5%
滯留時間	0.7分鐘	1.3分鐘

## 9. 高濕環境下破出測試與樣品儲放穩定性測試

本方法評估是以採樣袋法 (bag method) 配製氯丙烯標準氣體，並於30°C，80%RH 高濕環境下同時進行樣品之破出測試；測試濃度為2ppm，採樣流率為 200 mL/min，每隔30分鐘取出一個樣品，以GC進行採得樣品之前後段分析

，約200分鐘後，後段分析樣品之質量大約前段分析樣品質量10%，故建議最大採樣體積為27L。在高濕環境採集36個樣品，進行15天樣品儲存穩定性測試，室溫及冷藏下貯存樣品之回收率近100%。

## 10. 參考文獻

[1]NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method 1000, 1994.

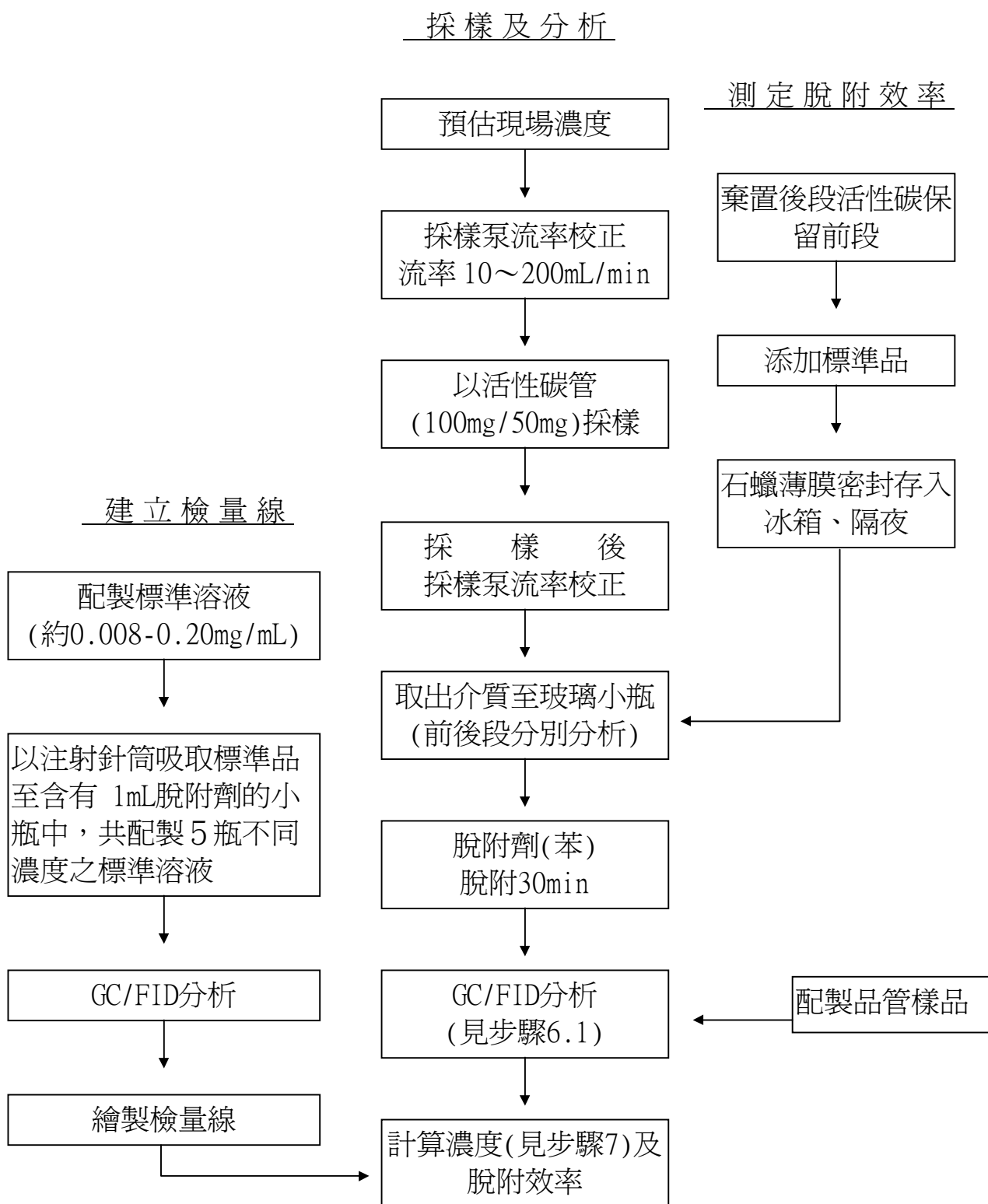
[2]勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國84年6月。

[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。

[4]Documentation of the NIOSH Validation Tests, NIOSH,S116,1977.

[5]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.2, S116, 1977.

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 Manual of Analytical Methods 4th ed Method 1000分析方法[1]。

### 2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：氯丙烯

脫 附：1mL苯，放置30分鐘。

注射量：5  $\mu$ L

溫度：

—注入口：185~200°C

—偵檢器：250°C

—管 柱：160~200°C

載流氣體：氮氣或氦氣，30mL/min

管 柱：不銹鋼管，1.2m $\times$  6mm OD，50/80mesh Porapak Q

標準樣品：分析物溶於苯中

測試範圍：0.05~1.5 mg/樣品

分析變異係數值(CVa)：2.3%

預估偵測極限：0.01mg/樣品

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID(HP5890)		GC/FID(HP5890)		GC/FIC(HP5890)	
分析條件							
管柱		fused silica WCOT DB-1,30m× 0.53mm ID, 1.5 μm		fused silica WCOT DB-1,30m× 0.53mm ID, 1.0 μm		fused silica WCOT DB-1,30m× 0.53mm ID, 1.0 μm	
溫度							
注入口		250°C		200°C		200°C	
偵檢器		250°C		250°C		250°C	
管柱		15°C / 分 30°C → 120°C (2分) (3分)		15°C / 分 35°C → 120°C (5分) (5分)		30°C / 分 40°C → 270°C (3分) (2分)	
流率							
空氣		400 mL/min		400 mL/min		400 mL/min	
氫氣		33 mL/min		33 mL/min		36 mL/min	
氮氣		12.3 mL/min		17 mL/min		10.5 mL/min	
檢量線範圍		0.008-0.201mg/mL		0.008-0.0200mg/mL		0.009-0.238mg/mL	
線性相關係數		0.9998		0.9994		0.9996	
平均脫附效率		96.4%		94.4%		101.0%	
分析變異係數		3.1%		1.6%		2.5%	
盲樣 測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)	測定值 (mg/樣品)	相對誤差 (%)
樣品一	0.0563	0.0556	-1.24	0.0573	1.78	0.0567	0.71
樣品二	0.0563	0.0564	0.18	0.0587	4.26	0.0575	2.13
樣品三	0.0938	0.0995	6.08	0.0995	6.08	0.0989	5.44
樣品四							
平均							

## 二、分析圖譜及分析條件

### 1. 圖譜

### 2. 分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.5mm ID, 1.5 μm	
流率		
空氣	400 mL/min	
氫氣	33 mL/min	
氮氣	12.3 mL/min	
溫度		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	15°C / min 30°C → 120°C (2min)      (3min)	

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5PEL			1PEL			2PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	脫附效率 (%)
1	0	0.0033	0.0324	98.2	0.067	0.068	101.5	0.134	0.126	94.0
2	0	0.0033	0.0345	104.5	0.067	0.065	97.0	0.134	0.127	94.8
3	0	0.0033	0.0314	95.2	0.067	0.061	91.0	0.134	0.130	97.0
4	0	0.0033	0.0317	96.1	0.067	0.064	96.0	0.134	0.122	91.0
5	0	0.0033	0.0329	99.7	0.067	0.065	97.0	0.134	0.120	89.6
6	0	0.0033	0.0198*	60.0	0.067	0.067	100.0	0.134	0.126	94.0
平均值				98.7			97.0			93.4
標準偏差				3.32			3.34			2.45
變異係數				3.3			3.4			2.6

三個濃度之平均脫附效率=96.4%

分析變異係數(CVa)=3.16%

\*本組數不列入平均

表三 儲存穩定性

天數	氯丙烯相對回收率*(%)(添加量=0.067mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100	100	100	100	100	100
3	102.5	100.5	100.2	104.3	100.5	102.1
6	103.4	101.8	101.7	102.8	102.7	103.8
9	100.4	99.9	102.4	99.8	100.7	99.9
12	99.8	100.7	100.5	101.5	99.4	100.8
15	100.8	99.5	100.9	99.7	98.7	100.4
第十五天平均	100.4			99.6		

\*指相對於第一天分析結果之回收率