### 行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號: CLA1007 等級:A 編輯日期:95年11月9日

2-chloroethanol 07/31/2000 2-氯乙醇 容許濃度 參考資料: NIOSH 2513 8/15/1994 [1]

勞委會:1 ppm(皮,高) [2]

OSHA : 5 ppm(皮) 分子式: CICH2CH2OH

NIOSH : 1 ppm(皮, ceiling)

ACGIH: 1 ppm(皮, ceiling) 分子量: 80.51

 $(1 \text{ ppm } = 3.29 \text{ mg/m}^3, @ \text{NTP})$ 

基本物性: 別名: ethylene chlorohydrin, glycol chlorohydrin

法:GC/FID

溫度—注入口: 230℃

管柱:Supelco wax 10

—-偵檢器: 250℃

 $30 \text{ m} \times 0.53 \text{ mm}$  (ID), 1  $\mu \text{ m}$ 

檢量線範圍: 0.006 ~ 0.240 mg/mL

可量化最低量: 0.006 mg/sample

標準樣本:分析物溶於二硫化碳(含5% 2-丙醇)中

脱 附:1 mL 二硫化碳(含5% 2-丙醇),振盪30分

分析物: 2-氯乙醇

鐘

注射量:1μL

儀器分析條件:

液態,密度 1.201 g/mL @ 25℃

沸點:129℃ CAS No.: 107-07-3

熔點:-67℃

蒸氣壓: 0.67 kPa (5mmHg, 6600ppm) @ 20°C RTECS No.: KK0875000

爆炸範圍: 4.9~15.9 % (v/v in air)

採 樣 分 析

採樣介質:石油醚 (petroleum)活性碳管(100

mg/50 mg

率:10  $\sim$  200 mL/min 流

採樣體積:最小: 2L@5ppm

最大: 32 L

樣本運送:例行性

樣本穩定性:14天,冷藏4℃

現場空白樣本:每批樣本數的10%,至少需二

個以上

—管柱:90℃(恒溫) 進 確 度 [1] 載流氣體:氦氣, 15 mL/min(不分流)

範圍:7~30 mg/m³(20 L 空氣樣本)

偏差:-11.5%

整體精密度( $\bar{S}_{rT}$ ): 0.076

分析變異係數(CV<sub>a</sub>): 1.49 %

適用範圍[1]:以20L的空氣爲樣品時,本方法測試範圍從1.5~50 mg/m³(0.5~15 ppm)。

干擾[1]:未研究。

準確度: ±31.1%

### 安全衛生注意事項[1]:

- 1.二硫化碳爲有毒的易燃液體(閃火點=-30℃),使用時需在通風良好的排煙櫃中進行。
- 2.2-氯乙醇毒性極強,如爲液體時,極易穿透橡膠手套而經由皮膚吸收,2-氯乙醇毒性效應可 能會累積,如果皮膚接觸時,應立即清洗皮膚。

註:本方法標出參考文獻處,指內容係直接引用該文獻。

### 1. 試藥

- 1.1 脫附劑:二硫化碳(含5% 2-丙醇)。
- 1.2 分析物: 2-氯乙醇(分析級)。
- 1.3 氦氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

### 2. 設備

- 2.1 採集設備:石油醚活性碳管 (100 mg/50 mg),見「作業環境空氣中有害物標準分析 參考方法通則篇」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 μ L 到 50 μ L 的 微量注射針筒;1 m L 的注射針筒。
- 2.6 振盪器。

#### 3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結採樣管,進行流率校正,見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」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  $10\sim200~\text{mL/min}$ 。應採集的空氣體 積約2  $\sim32~\text{L}$ 。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋,並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

### 4. 脫附效率測定及樣本脫附

- 4.1 脫附效率測定
  - 4.1.1見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之脫附效率[3]。
  - 4.1.2 將採樣管兩端切開,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,直接注入前段之活性碳上。添加量為 0.036  $\sim 0.144 \,\mathrm{mg}$ 。
  - 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 樣本脫附

- 4.2.1 打開此採樣管塑膠蓋,將斷口切開,使開口與管徑同大,取出前端之玻璃綿丟棄,將前段之活性碳倒入 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 以振盪器振盪30分鐘後,立即進行分析。

#### 5. 檢量線製作與品管

# 5.1 檢量線製作

- 5.1.1見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管[3]。
- 5.1.2 以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 0.006 ~ 0.240 mg/mL。(註:至少應配製5種不同濃度,以建 立檢量線。)
- 5.1.3 將樣品標準溶液與空白樣品一起分析。
- 5.1.4 以分析物波峰面積(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「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管 [3]。

# 6. 儀器分析

# 6.1 儀器分析條件

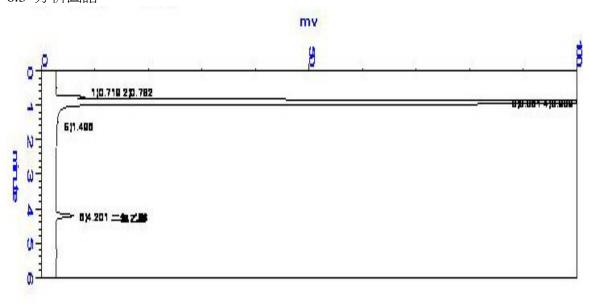
儀器	GC/FID
管柱	Supelco wax 10
	30 m $\times$ 0.53 mm (ID), 1 $\mu$ m
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	15
分流比	不分流
溫度(℃)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	90 (恒溫)

註:以SHIMADZU GC-14B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	0.78 0.91
2-氯乙醇	4.20

# 6.3 分析圖譜



### 6.4 脫附效率\*

化合物	容許濃度	相當採樣體積	脫附量	平均脫附效率	分析變異係數
	(ppm) **	(L)	(mg/sample)	(%)	CVa (%)
2-氯乙醇	1	$10.9 \sim 43.8$	$0.036 \sim 0.144$	87.4	1.49

- \* 採樣介質爲SKC 226-38 石油醚(Petroleum)活性碳管(100 mg/50 mg)
- \*\*民國92年12月,勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準。
- 6.5 注射樣本進入氣相層析儀,使用自動注射器或採用溶劑沖刷技術(solvent flush injection technique) —利用10  $\mu$ L 之注射針筒先以溶劑沖刷數次,濕潤針管與活塞,取約3  $\mu$ L溶劑後,吸入約0.2  $\mu$ L 空氣,以分開溶劑與樣本,針頭再浸入樣本中吸入1  $\mu$ L 樣本後,在空氣中後退約1.2  $\mu$ L,以減少針頭樣本蒸發之機會,檢視注射針筒之針管樣本佔0.9~1.1  $\mu$ L實際取樣量

註:假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍,則以脫附溶劑稀釋後再分析,計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 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

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積(以mL爲單位),得到每個樣本分析物的質量( $\mathbf{W}$ )。

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

C: 空氣中有害物濃度  $(mg/m^3)$ 

V:採集氣體體積 (L)

W<sub>f</sub>: 採樣管前段所含分析物之質量 (mg)

W<sub>b</sub>: 採樣管後段所含分析物之質量 (mg)

B<sub>f</sub>:現場空白樣本前段的平均質量 (mg)

 $B_b$  : 現場空白樣本後段的平均質量 (mg)

註:如 $(W_b) > (W_f/10)$ 即表破出,樣本可能有損失。

### 8. 方法驗證

	測試1	測試2	
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID(HP 6890)	
分析條件 溫度 (°C)			
注入口	230	230	
<u> </u>	250	250	
管柱	90	90	
流率(mL/min)			
空氣	410	450	
氫氣	38	40	
氮氣	15	2.5	
分流比	不分流	不分流	
管柱		DD WAY	
	Supelco wax 10	DB-WAX	
	$30 \text{ m} \times 0.53 \text{ mm (ID)}, 1 \mu \text{ m}$	$30 \text{ m} \times 0.32 \text{ mm (ID)}, 0.25 \mu\text{ m}$	
檢量線範圍	$0.006 \sim 0.240 \mathrm{mg/mL}$	0.00072 –0.252 mg/mL	
線性相關係數	0.9999	0.9996	
平均脫附效率	87.4%	86.2%	
$CV_a$	1.49 %	4.68%	
滯留時間	4.20 min	6.18 min	

### 9. 高濕環境下破出測試

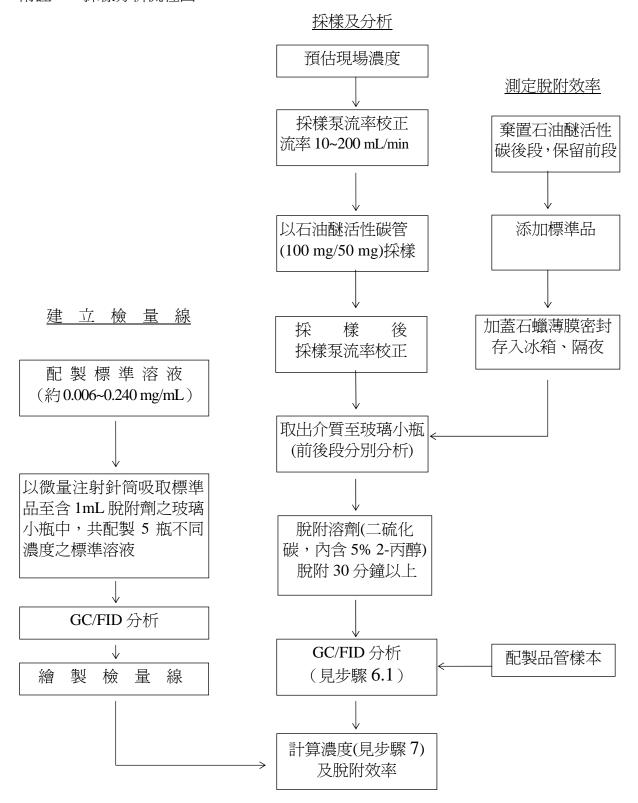
本方法評估是以注射驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體,並於30℃,80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試;2-氯乙醇測試濃度爲1.98 ppm,採樣流率爲200 mL/min,經240分鐘後,無破出現象產生,故建議最大採樣體積爲32L。

# 10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.072 mg 2-氯乙醇於採樣管,進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7 天回收率為73.6%,14天回收率為63.9%,21天回收率為52.8%,28天回收率 爲47.2%;於冷藏下貯存7天樣本之回收率爲91.7%,14天回收率爲90.3%, 21天回收率爲80.6%,28天回收率爲75.0%,見表二。

## 11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 1th ed. Method 2513, 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] 作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇,行政院勞工委員會,民國80年6月。



# 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第二版分析方法2513[1]而成。
- 2. 儀器分析條件:

方 法: GC/FID

脱 附:1 mL 二硫化碳(含5% 2-丙醇),放置30分鐘。

注射量:5μL

溫度 — 注入口:170℃

— 偵檢器:210℃

— 管 柱:130℃

載流氣體: 氮氣, 25 mL/min

管 柱:不銹鋼管,3.0 m × 2 mm ID,填充 10% FFAP on 50/80 mesh Chromosorb

WHP

標準樣本:2-氯乙醇溶於二硫化碳(含5% 2-丙醇)

測試範圍: 0.03 ~ 1 mg/sample

平均精密度(S<sub>r</sub>): 0.052

預估偵測極限: 0.003 mg/sample

表一 2-氯乙醇脱附效率

		添加量:0.	036 mg	添加量:0.	072 mg	添加量:0.	144 mg
	介質空白	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率
	(mg/sample)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)
1	0	0.032	88.9	0.063	87.5	0.125	86.8
2	0	0.032	88.9	0.063	875	0.123	85.4
3	0	0.032	88.9	0.062	86.1	0.124	86.1
4	0	0.033	91.7	0.063	87.5	0.124	86.1
5	0	0.033	91.7	0.062	86.1	0.119	82.6
6	0	0.032	88.9	0.062	86.1	0.125	86.8
平均	脫附效率(%)		89.8		86.8		85.6
變異	係數(%)		1.60		0.88		1.83

三個添加量的平均脫附效率: 87.4%

分析變異係數: 1.49%

表二 儲存穩定性

		相對回收率*			
		冷藏		室沿	A D.
儲存天數	樣本數	前段平均分析量	相對百分比(%)	前段平均分析量	相對百分比(%)
		(mg)		(mg)	
0	3	0.072	100	0.072	100
7	3	0.066	91.7	0.053	73.6
14	3	0.066	91.7	0.046	63.9
21	3	0.058	80.6	0.038	52.8
28	3	0.054	75.0	0.034	47.2

<sup>\*</sup> 相對百分比:相對於儲存 0 天所得回收率

<sup>\* 2-</sup>氯乙醇添加量 0.072 mg