

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

2306(等級 A) 氯乙烯

vinyl chloride

編輯日期：10/30/2003

容許濃度

行政院勞工委員會：5 ppm (瘤) [3]

OSHA：1 ppm ; C 5 ppm

NIOSH：儘可能低

ACGIH：1 ppm (A2)

(1 ppm = 2.56 mg/m³)

基本物性：

氣態：蒸氣密度 2.2 (空氣= 1)

沸點：-14 °C

參考資料：NIOSH 1007 (2/15/1984) [1]

分子式：CH₂=CHCl, C₂H₃Cl

分子量：62.50

別名：chloroethylene ; chloroethene

CAS No.：75-01-4

RTECS：KU 9625000

採	樣 [1]	分	析
採樣介質：活性碳管(100 mg/50 mg)二支串聯		儀 器：GC/ FID	
流 率：50 mL/min		分析物：氯乙烯	
採樣體積：最小 0.7 L @ 5 ppm		脫 附：1 mL CS ₂ ，放置 30 分鐘	
最大 5.0 L		注射量：2 µL	
樣本運送：例行性		溫 度—注入口：250 °C	
樣本穩定性：10 天@ 25 °C		—偵檢器：250 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需		—管柱： 5 °C/分	
二個以上。		50 °C —————> 70 °C	
		(1分) (0.1分)	
準 確 度 [1]		載流氣體：氮氣，14 mL/min	
範 圍：1~ 64 mg/m ³		管柱：30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT,	
偏 差：-6 %		DB-1，管內膜厚 3.0 µm	
總變異係數(CV _T)：6 %		標準樣本：分析物溶於 CS ₂ 中	
準確度：± 17.8 %		檢量線範圍：1.0~234 µg/mL	
		可量化最低量：1.0 µg/樣本	
		分析變異係數(CV _a)：2.2 %	
適用範圍：採集 5 L 的空氣樣本，其分析濃度範圍 0.4~40 mg/m ³ (0.16~16 ppm)，且本法亦適用於濃度 1 ppm 或更高濃度的 15 分鐘樣本採集。			
干 擾：樣品於室溫下儲存時間在二週或更久時，會減少樣本檢出量。			
安全衛生注意事項：氯乙烯危害分類為易燃氣體，健康危害上極可能造成凍傷、高濃度會造成意識喪失或死亡。暴露症狀有暈眩、頭昏眼花、神經緊張、困倦、頭痛、視力模糊、聽力不佳等。			

註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂(層析級)。
- 1.2 分析物：氯乙烯(純度99.9%)，儲於一有開關閥和注射墊片(septum)的鋼瓶。
- 1.3 內標準品：正庚烷(試藥級)。
- 1.4 氮氣或氦氣。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管 (100 mg/50 mg) 二支串聯，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質 [4]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 50 mL/min，以軟管接連活性碳管。
- 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、2、5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 0.1、1、10、25 mL 氣密式注射針筒。
- 2.7 10 mL 量瓶。
- 2.8 10 L 空氣收集玻璃器(燒杯或空氣採樣袋)。
- 2.9 10 μL、25 μL 之微量注射筒。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結二支串連活性碳管 (100 mg/50 mg)，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質 [4]。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為50 mL/min，應採集的空氣體積約0.7~5.0 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

- 4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率[4]。
- 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 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 14.1~48.6 μg 。
- 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。
- 4.1.6 以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2 樣本脫附

- 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，前段管之活性碳全部倒入2 mL的玻璃小瓶中。後段管之活性碳全部倒入另一個2 mL的玻璃小瓶。
- 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 放置30分鐘，偶爾搖動。(NIOSH建議分析時間盡量在30分鐘內完成)。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管 [4]。

備註： 儲備溶液(stock solution)配製：

- a. 以氣密式注射針取已知量之氯乙烯， 將此氣密式注射針插入一已裝有 5 mL CS_2 的 10 mL 量瓶。注入時請將針頭插於液體體表面內。
 - b. 打開氣密式注射針的開閥。(當氯乙烯溶解時，會產生一空間並將 CS_2 引至注射針筒內，故應將此注射針在瓶內重覆刷洗注射針，以確保 vinyl chloride 全溶入 CS_2 中。)
 - c. 再以 1 mL CS_2 清洗注射針二次後，將 CS_2 注入量瓶中，稀釋至 10 mL 刻度。
- 5.1.2 加已知量的儲備溶液於盛有脫附劑的 1 mL 玻璃小瓶中，所建立檢量線濃度範圍約為 1.0~234 $\mu\text{g/mL}$ 。

(註：至少應配製五種不同濃度之標準溶液，以建立檢量線)

5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

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「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管[4]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-1 管內膜厚 3.0 μm (或同級品)	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	14	
溫度 (°C)		
注入口	250	
偵檢器	250	
管 柱	5 °C/分 50 °C —————▶ 70 °C (1 分)	

註：以Varian GC 3700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)
vinyl chloride	0.81
CS ₂	1.28
n-heptane*	3.84

* n-heptane 為內標準品。

6.3 脫附效率*

化合物	** 容許濃度 (ppm)	相當採樣 體積 (L)	添加量 (μ g/樣本)	平均脫附 效率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
vinyl chloride	5	1.1~3.8	14.1~48.6	104.2	2.2

*採樣介質為使用SKC型號226-01之二支串連的活性碳管。

**行政院勞工委員會民國84年6月之標準。

6.4 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注射技術(solvent flush injection technique) — 10 μ L之注射針筒先以溶劑(CS_2)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約3 μ L溶劑後，吸入約0.2 μ L空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入2 μ L樣本後，在空氣中後退約1.2 μ 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2.0 μ L。

7. 計算

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

式中：

C：空氣中有害物濃度 (mg/m^3)

V：採集氣體體積 (L)

W_f ：前支活性碳管採集介質前段及後段全部所含分析物之質量 (mg)

W_b ：後支活性碳管採集介質前段及後段全部所含分析物之質量 (mg)

B_f ：現場空白樣本前支活性碳管前段及後段全部算術平均質量 (mg)

B_b ：現場空白樣本後支活性碳管前段及後段全部算術平均質量 (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 一	測 試 二
儀 器	GC/FID	GC/ FID
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	180 °C	250 °C
偵檢器	180 °C	250 °C
管 柱	5 °C/分 60 °C → 70 °C (4分) (5分)	40 °C 恆溫
流率 (mL/min)		
空氣	400	0.55 (kg/cm ²)*
氫氣	30	0.65 (kg/cm ²)*
氮氣	22	0.15 (kg/cm ²)*
管 柱	3 m × 3 mm ID 不鏽鋼管，管內填充10 % SE-30 on Chromosorb W (AW-DMCS)，60/80 mesh	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT，DB-1，管內膜厚 1.5 μm
平均脫附效率 (%)	103.4	100.5
CV _a (%)	8.4	4.4
滯留時間 (分)	3.4	1.5

*測試實驗室僅提供氣體壓力資料。

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

未測定。

10. 參考文獻

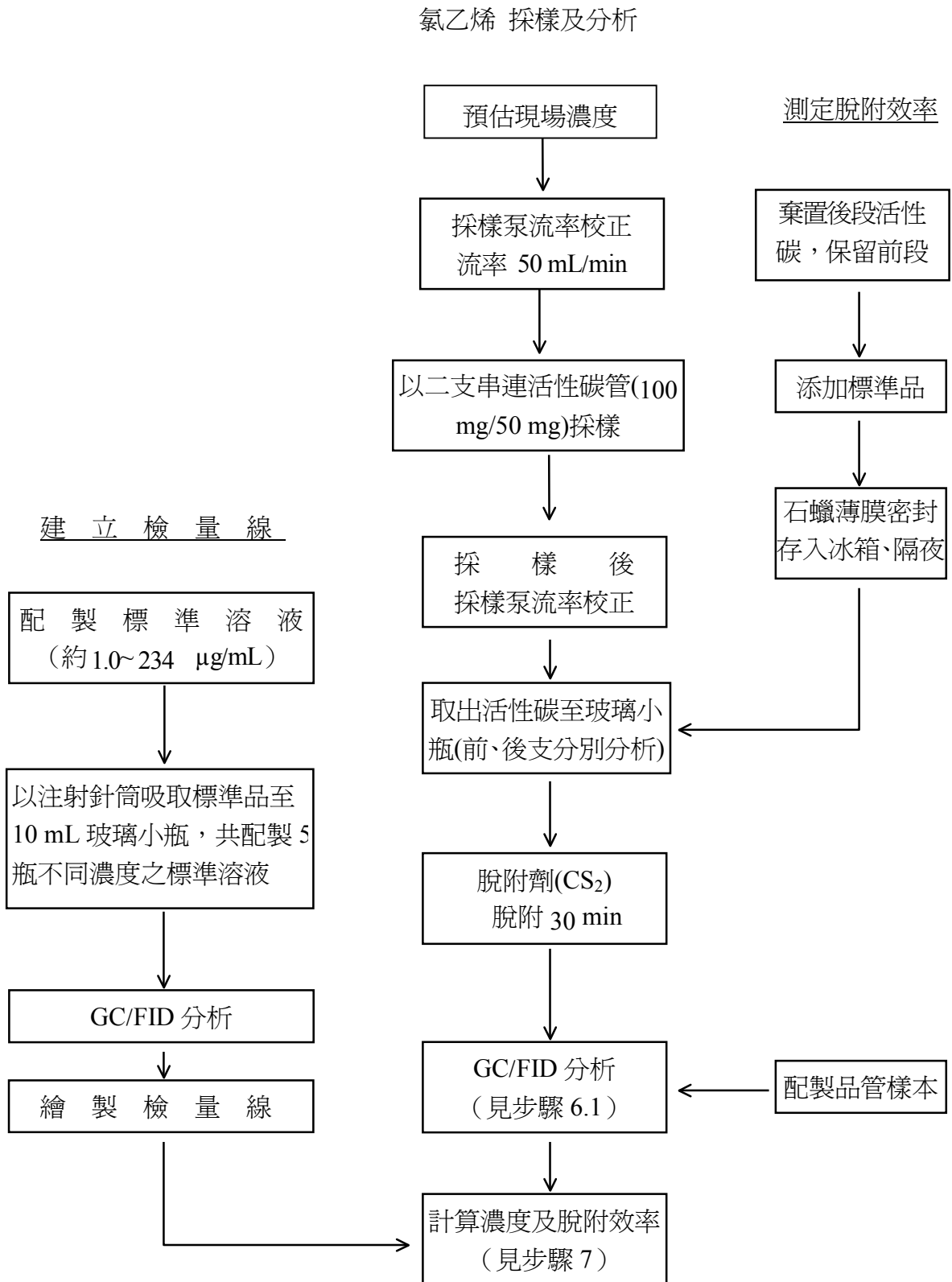
[1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th .ed., U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH Method 1007, 1984.

[2] TLVs--Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents in the Work Environment with Intended Changes for 2002-60, ACGIH, Cincinnati, OH 2002.

[3] 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。

- [4] 勞工作業環境空氣中有毒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。
- [5] Hill, R.H., Jr., McCammon, C.S., Saalwaechter, A.T., Teass, A.W., and Woodfin, W.J., *Anal. Chem.*, 48, 1395-1398, 1976.
- [6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.1, P&CAM 178, U.S. Department of Health and Human Services, Publ., NIOSH 77-157-A, 1977.
- [7] Cuddeback, J.E., Burg, W.R. and Birch, S.R., *Environ. Sci. Technol.*, 9, 1168-1171, 1975.
- [8] Matsumura, Y., *Ind. Health*, 18, 61-67, 1980.

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P&CAM 178方法而成。
2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：氯乙炔

脫 附：1 mL CS₂，放置 30 分

注射量：5 μL

溫度 - 注入口：230 °C

- 偵檢器：230 °C

- 管 柱：60 °C

載流氣體：He，40 mL/min

管 柱：6.1 m × 3.2 mm ID 不鏽鋼管，管內填充 10 % SE-30 on Chromosorb W
(AW-DMCS)，80/100 mesh

標準樣品：分析物溶於 CS₂

檢量線範圍：0.002~0.2 mg/樣本[1]

分析精密度偏差(CV_a)：未測試

預估偵測極限：0.0004 mg/樣本[1]

3. 方法評估 [1]

本方法是以一支活性碳管(100 mg/50 mg)作評估，在 1~64 mg/m³ 濃度範圍內四個濃度相對標準偏差是 0.06，並且從氯乙炔的體積和空氣採樣樣本間計算的濃度平均測量為 94 %，當樣本於室溫下儲存 12 天或在 -20 °C 下儲存 19 天對 3 μg 的氯乙炔樣本並無顯示有漏失的情形，當樣本在室溫下 14 天以上時氯乙炔就有很大的漏失量。於相對濕度 70 %和空氣在濃度為 16 mg/m³，採樣流率為 100 mL/min，150 mg 活性碳管的 1 % 破出體積為 4.6 L。