

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1005	等級：A	編輯日期：95年6月28日
二氯乙醚	Dichloroethyl ether	
容許濃度	參考資料：NIOSH 1004 8/15/1994 [1]	
勞委會：5 ppm (高、皮) [2]	分子式：(ClCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> O	
OSHA：Ceiling:15 ppm(skin)	分子量：143.01	
NIOSH：5 ppm;10 ppm(STEL), skin, 致癌物	別名：	
ACGIH：5 ppm;10 ppm(STEL), skin, 致癌物	bis(2-chloroethyl)ether;1,1-oxybis(2-chloroethane);	
(1 ppm = 5.8 mg/m <sup>3</sup> , @ NTP)	2,2'-dichloroethyl ether; sym-dichloroethyl ether	
基本物性：	CAS No.：111-44-4	
液態，密度 1.218 g/mL @ 20°C	RTECS No.：KN0875000	
沸點：178 °C		
熔點：-52°C		
蒸氣壓：50 Pa (0.4mmHg, 530 ppm) @ 20°C		

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	方 法：GC/FID
流 率：10 ~ 1000 mL/min	分析物：二氯乙醚
採樣體積：最小：2 L @ 15 ppm[1]	脫 附：1 mL CS <sub>2</sub> ，振盪30分鐘以上
最大：32 L	注射量：1 μL
樣本運送：例行性	儀器分析條件：
樣本穩定性：28天，冷藏	溫度—注入口：230°C
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二	—偵檢器：250°C
個以上	—管柱：100°C (恒溫)
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，14 mL/min
範圍：45~180 mg/m <sup>3</sup> (15 L 空氣樣本)	管柱：MXT-1 (性能等同DB1)
偏差：-7.61%	30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm
總變異係數(CV <sub>T</sub> %)：0.059	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
準確度：±15.7%	檢量線範圍：0.0054~1.92 mg/mL
	可量化最低量：0.0054 mg/sample
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：2.1%

適用範圍[1]：本方法之研究範圍為1.7~46 ppm(10~270 mg/m<sup>3</sup>) (15 L 空氣樣本)。

干擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項：二氯乙醚有毒，IARC歸為第三群；二硫化碳為有毒的易燃液體(閃火點=-30°C)，使用時需在通風良好的排煙櫃中進行，並穿戴適當的防護衣及手套。

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(分析級)。
- 1.2 分析物：二氯乙醚(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾空氣。

## 2. 設備

- 2.1 採集設備：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 ~ 1000 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  $\mu$ L到50  $\mu$ L的注射針筒；1 mL的注射針筒。
- 2.6 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「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 10~1000 mL/min。應採集的空氣體積約2 ~ 32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

## 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 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.146 ~ 0.585 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 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之聚甲醯胺甲酯(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，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 0.0054 ~ 1.92 mg/mL。(註：至少應配製5種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。)

5.1.3 將標準溶液與空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積(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

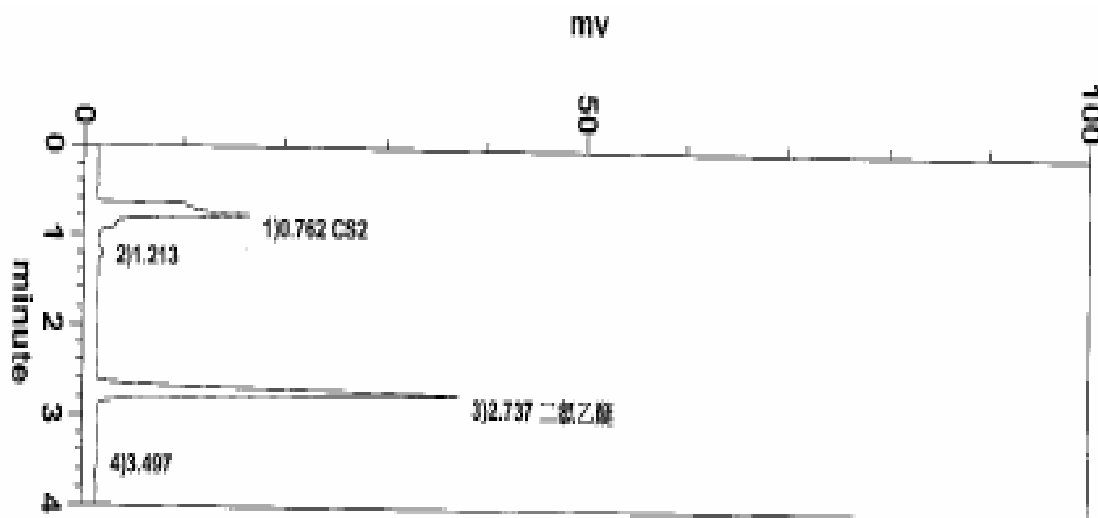
	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	MXT-1 (或 DB1) 30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm	
流率 (mL/min)		
空氣	410	
氫氣	38	
氮氣	14	
溫度(°C)		
注入口	230	
偵檢器	250	
管柱	100	

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	0.76
二氯乙醚	2.74

### 6.3 分析圖譜



#### 6.4 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm) **	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
二氯乙醚	5	5~20	0.146~0.585	106.0	2.1

\*採樣介質為SKC226-01 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注射技術(solvent flush injection technique)——利用10  $\mu\text{L}$  之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取1  $\mu\text{L}$  溶劑後，吸入0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1  $\mu\text{L}$  樣本後，在空氣中後退1.2  $\mu\text{L}$ ，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  $\mu\text{L}$  實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 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 為單位），得到每個樣本分析物的質量(W)。

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

C：空氣中有害物濃度 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

V：採集氣體體積 (L)

$W_f$ ：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

$W_b$ ：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

$B_f$ ：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(HP6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	100	100
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	40
氮氣	14	2.5
分流比	不分流	不分流
管柱	MXT-1 30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm	DB-1 30 m × 0.32 mm(ID), 0.25 μm
檢量線範圍	0.0030~0.974 mg/mL	0.0054~1.92 mg/mL
線性相關係數	0.9999	0.9987
平均脫附效率	106.0 %	100.2 %
CV <sub>a</sub>	2.1 %	3.0 %
滯留時間	2.74 min	5.15 min

## 9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30°C，80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；二氯乙醚測試濃度為10.86 ppm，採樣流率為200 mL/min，經240分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為32L。

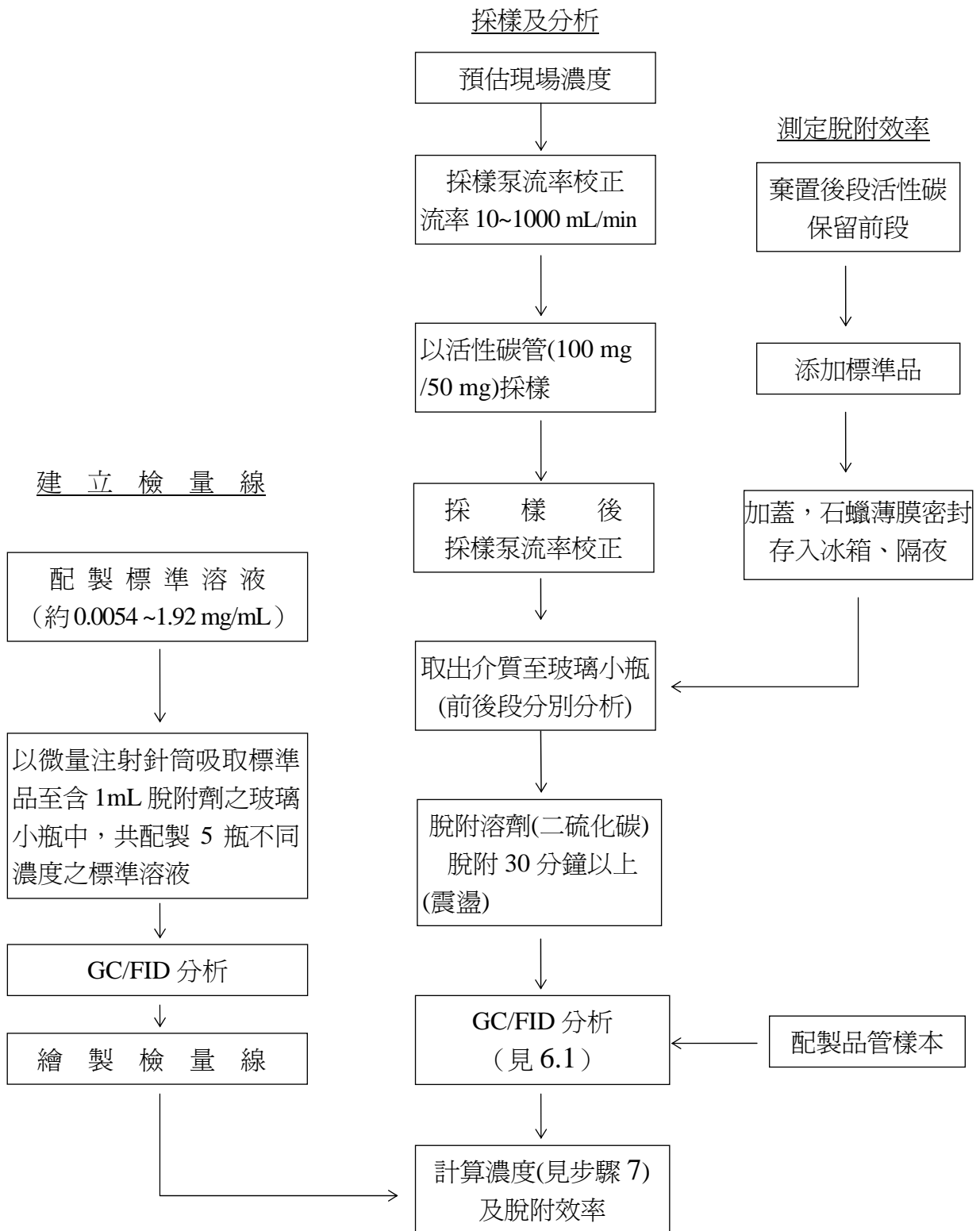
## 10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.293 mg二氯乙醚於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為96.2%，14天回收率為96.6%，21天回收率為100.0%，28天回收率為88.7%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為98.3%，14天回收率為100.7%，21天回收率為99.7%，28天回收率為99.3%，見表二。

## 10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2th ed. Method 1004, 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第二版分析方法1004而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL CS<sub>2</sub>，放置30分鐘。

注射量：5 μL

溫度 — 注入口：200-225°C

— 偵檢器：250-275°C

— 管 柱：100-135°C

載流氣體：氮氣或氦氣，30 mL/min

管 柱：不銹鋼管，3 m × 3 mm ID，10%FFAP 填充80/100 mesh DMCS Chromosorb  
W-AW或同性質管柱。

標準樣本：二氯乙醚溶於CS<sub>2</sub>。

測試範圍：0.15 ~ 4 mg/sample

平均精密度(S<sub>r</sub>)：0.007

預估偵測極限：0.01 mg/sample

表一 二氯乙醚脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量：0.146 mg		添加量：0.292 mg		添加量：0.585 mg		
	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)	(%)	
1	0	0.143	96.6	0.311	106.5	0.634	109.4
2	0	0.151	103.4	0.312	106.8	0.643	109.9
3	0	0.148	101.4	0.313	107.2	0.664	113.5
4	0	0.145	99.3	0.308	105.5	0.663	113.3
5	0	0.151	103.4	0.313	107.2	0.643	109.9
6	0	0.143	97.9	0.313	107.2	0.639	109.2
平均脫附效率(%)			100.3		106.7		110.9
變異係數(%)			2.86		1.11		1.79

三個添加量的平均脫附效率：106.0%

分析變異係數：2.1%

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	0.293	100	0.293	100
7	3	0.288	98.3	0.282	96.2
14	3	0.295	100.7	0.283	96.6
21	3	0.292	99.7	0.293	100.0
28	3	0.291	99.3	0.256	88.7

\*相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率

\*二氯乙醚添加量 0.293 mg