

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA2304

碘化甲烷 Methyl Iodide

容許濃度		參考資料：NIOSH 1014 (8/15/94)[1]	
勞委會： 2 ppm(皮膚，瘤)		分子式：CH3I	
OSHA： 2 ppm(皮膚)		分子量：141.94	
NIOSH： 2 ppm(皮膚，疑似致癌物)		別名：iodomethane	
ACGIH： 2 ppm(皮膚，疑似致癌物)		CAS No.：74-88-4	
(1 ppm=5.8 mg/m3)		RTECS No.:PA9450000	
基本物性：			
液態：密度 2.28g/mL@25°C			
沸點：42.5°C			
熔點：－66°C			
蒸氣壓：50kpa(375mmHg，49%v/v)@20°C			
採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管(100mg/50mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10～1000mL/min		分析物：碘化甲烷	
採樣體積：最小 15 L		脫 附：1mL甲苯，放置 60分鐘	
最大 160 L		注射量：2 μL	
樣品運送：15天 @<5°C		溫度－注入口：250°C	
樣品穩定性：未測定		－偵檢器：250°C	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		－管柱：170°C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{分}}$ 220°C	
準 確 度 [1]		(20分)	
範 圍：17～52mg/m3		載流氣體：氮氣，60mL/min	
偏 差：－10.0%		管柱：不銹鋼管，1%A Alltech AT-1000 on Graphpac 60/80，	
總變異係數值(CVT)：7.0%		8ftx 1/8"	
總準確度：20.03%		標準樣品：分析物溶於甲苯中	
		檢量線範圍：0.6～5mg/mL	
		可量化最低濃度：0.6mg/mL	
		分析變異係數(CVa)：1.4%	
適用範圍：對50升的空氣而言，本方法的有效分析範圍為10至100 mg/m3(1.7至17ppm)，於高溼環境採樣時，會使得活性碳管的捕集效率降低，因而降低它的破出體積。			
干 擾：未研究，原則是改變GC管柱或分離條件以克服干擾物質對分析物所造成的干擾。			
安全衛生注意事項：碘化甲烷危害性分類為6.1類毒性物，為疑似致癌物。			

1.試藥

- 1.1 脫附劑：甲苯（試藥級），可內含苯0.1%(v/v)或其他適合的內標物。
- 1.2 分析物：碘化甲烷，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：活性碳管(100mg/50mg)，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約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 2mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL定量吸管和吸球。

2.6 5、10、25及100 μ L之注射針筒。

2.7 10 mL量瓶。

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。採樣泵流率為10~1000 mL/min。應採集的空氣體積約15~160L。

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0.7~2.8mg。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封，冷藏靜置過夜。

5.1.5 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的玻璃小瓶中。取出分隔聚甲醯胺甲酯(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60分鐘，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。

5.1.2 加已知量的標準品於含有10mL脫附劑的量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為0.6~5mg/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/FID
管柱	不銹鋼管；1% Alltech AT-1000 on Graphpac 60/80,8ftx 1/8" SS
流率(mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	60
溫度(°C)	
注入口	250
偵檢器	250
管柱	10°C / 分 170°C ----- 220°C (20分)

註：以Hitachi 263-30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(retention time)

化合物	滯留時間(分鐘)
碘化甲烷	2.5

苯	10.9
甲苯	25.5

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度** (ppm)	相當採樣 體 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
碘化甲烷	5	23.98~94	0.7~2.8	89.0	1.4

*採樣濾紙為SKC 批號120活性碳管。

**勞委會民國74年4月之標準。

6.4 注射樣品進入氣相層析儀，使用自自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)10 μ L之注射針先以溶劑(CS₂)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，在空氣中後退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/m³)

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：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > (W_f/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(HP5890)	GC/FID(HP5890)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	250°C	225°C
偵檢器	280°C	200°C
管柱	80°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{分}}$ 110°C (2分) (1分)	70°C $\xrightarrow{7^\circ\text{C}/\text{分}}$ 100°C (1分) (0.5分)
流率		
空氣	400 mL/min	400 mL/min
氫氣	33 mL/min	33 mL/min
氮氣	10 mL/min	9 mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53mmID	fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53mmID
平均脫附效率	89.6%	87.0%
CVa	2.3%	0.8%
滯留時間	1.5分	1.5分

* 內標物為benzene

9.高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以採樣袋法產生標準氣體，並於30°C，80% RH高濕環境下進行 6個樣品之破出測試；溴化甲烷測試濃度為10ppm，採集流率為1000mL/min，經240分鐘仍未有破出現象產生，故建議最大

採樣體積為160L。在高濕環境採集36個樣品，進行15天樣品貯存穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為75%，於冷藏下貯存樣品之回收率為98%。

10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th Ed., NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1014, 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] NIOSH Current Intelligence Bulletin 43，Monohalomethanes,U.S. Department of Health and Human Services, Publ,(NIOSH)84-117(1984)
- [4] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S98, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77 - 185 (1977),available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Document, Washington,DC 20402.
- [5] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol.2, S98, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B, 1977.
- [6] NIOSH-OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazard, U.S. Department of Health and Humam Sevices, Publ. (NIOSH) 81-123(1981),available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington,DC 20402.

附註一 採樣分析流程圖



