



# 毒性化學物質1,2-二溴-3-氯丙烷檢測方法—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法

中華民國82年11月15日(82)環署檢字第43921號公告  
NIEA T502.10A



## 一、方法概要

1,2-二溴-3-氯丙烷(1,2-dibromo-3-chloropropane, DBCP)為有刺鼻味之棕色液體。毒性化學物質樣品視其固、液體特性，以適當方法萃取，再依基質與分析數值要求，用適當的淨化方法去除雜質。淨化後收集溶液，利用氣相層析儀／電子捕捉偵測器檢測萃取液中DBCPC含量。

## 二、適用範圍

本方法適用於毒性化學物質萃取液中DBCPC之檢驗。DBCPC之方法偵測極限為3.0ng/mL，適用偵測濃度範圍為9.0~2,500ng/mL。

## 三、干擾

- (一) 試藥、溶劑或玻璃器皿所含之雜質，可能污染並干擾分析結果，故試藥及溶劑宜使用殘量分析級或高純度者，並依需要使用蒸餾、再結晶等方法純化之。為確保試藥及溶劑之適用性，必須執行空白試驗。存放時，應避免與有機氯溶劑放在一起。
- (二) 宜減少盛裝樣品溶液之瓶端空間(headspace)，以避免待測物之揮發，造成分析結果偏低。
- (三) 以GC/FID先行測定濃度高之萃取液時，萃取液所含雜質為干擾之主要來源，可先行蒸餾處理。

## 四、設備

- (一) 微量注射器：1、10及25 $\mu$ L，或自動注射器。
- (二) 氣相層析儀
  1. GC/ECD
    - (1) 附有毛細管柱非分流導入器，電子捕捉偵測器及控溫程式。
    - (2) 管柱：SPB-5，30mX0.53mm(內徑)X1.5 $\mu$ m(膜厚)，或同級品。
  2. GC/FID
    - (1) 附火焰離子化偵測器並具控溫程式。
    - (2) 管柱：SPB-5，30mX0.53mm(內徑)X1.5 $\mu$ m(膜厚)，或同級品。
- (三) A級量瓶：10mL。
- (四) 玻璃樣品瓶：15mL，附鐵氟龍墊片之螺旋蓋。
- (五) 分析天平：可精秤至0.1mg。
- (六) 量筒：50mL。
- (七) 吸量管：10mL。

## 五、試劑

- (一) 整個檢驗中，所使用之試劑必須為分析級試劑，如果不是特別註明，即表示所用試劑必須符合美國化學學會（ACS）分析試劑委員會所定之規格。其他等級之試劑亦可以使用，但必須確認其純度不致降低分析結果之準確度。
- (二) 甲醇：需不含分析物DBCP。
- (三) 1,2-二溴-3-氯丙烷(99.4%)。
- (四) 溴苯（98%）。
- (五) 己烷：UV級。
- (六) 儲備標準溶液：此等溶液可以購買經確認之溶液，或用標準品依下列方式製備。
  1. 置放約9.8mL甲醇於10mL附有磨砂玻璃蓋之A級量瓶中，靜置、不加蓋約10分鐘，精稱至0.1mg。
  2. 以25 $\mu$ L注射器迅速加入DBCP標準品至A級量瓶中。並注意標準品不可碰到瓶頸。以稱重求其重量差之方式得知所加入標準品重量。再加入甲醇至量瓶刻度，加蓋，然後反轉量瓶數次，使其混合均勻。計算儲備標準溶液之濃度（ng/mL）。
  3. 儲存儲備溶液於15mL附鐵氟龍墊片螺旋蓋之瓶中，置於4°C避光處，該儲備標準溶液之穩定度至少可維持4星期。
- (七) 中間標準溶液：取五、（六）之儲備標準溶液，用甲醇稀釋配製中間標準溶液。由中間標準溶液再稀釋配製成檢量線所需標準溶液之濃度。將中間標準溶液儲存於適當之容器，使瓶端空間儘量減小。在配製檢量線標準溶液之前，應檢查是否有變質或蒸發現象。此中間標準溶液約可存放4星期。

## 六、採樣及保存

樣品宜使用棕色玻璃瓶貯存，密封，防止洩漏及傾倒，並於4°C下冷藏

## 七、步驟

註：DBCP為疑似之致癌物質，本方法之各種試樣、萃取溶液、校正用之標準溶劑均需在排煙櫃中進行。處理含高濃度之DBCP時，須帶合格之防毒口罩。

- (一) 建議之氣相層析儀條件  
選用之管柱屬高效率管柱，可使DBCP分離不受鹵烷類之干擾。
  1. GC/ECD  
參閱表一之滯留時間數據及圖一之樣品層析圖。  
注入器溫度：200°C  
偵測器溫度：260°C  
載送氣體（氮氣）流速：13.5mL/min  
溫度設定：80°C定溫
  2. GC/FID  
注入器溫度：260°C  
偵測器溫度：280°C  
載送氣體（氮氣）流速：13.5mL/min  
管柱：最初溫度：28°C，保持5min  
升溫速率：12°C/min  
最後溫度：232°C，保持10min
- (二) 檢量線製備

- 1.製備至少五個檢量線標準溶液，其中之一濃度應接近但高於DBCP之方法偵測極限，其餘則應包括預期之樣品濃度。例如當MDL為3ng/mL，而欲分析樣品預估大約700ng/mL，則應製備之溶液檢量線標準溶液濃度為9、70、700、3000和6000ng/mL。
- 2.於每一檢量線標準溶液中，添加適當濃度之溴苯（內標準品），以作為面積校正。
- 3.分析每一檢量線標準溶液，表列每一DBCP濃度（作為X軸）及其對應之波峰高度和面積（作為Y軸），且需繪製一條檢量線。

### （三）樣品製備

- 1.萃取：液體樣品使用分液漏斗或連續式液相--液相萃取器，以己烷或適量溶劑萃取。固體樣品則使用索氏萃取器、自動索氏萃取器或超音波震盪器，以己烷或適當溶劑萃取。
- 2.淨化：對相當純淨之樣品，可能不需要淨化過程，但大多數環境及廢棄物樣品之萃取液，在分析前均需先行處理。視樣品的特性及對分析數據要求的程度，可選擇礬土管柱淨化法、矽酸鎂管柱淨化法、矽膠管柱淨化法、膠滲透層析淨化法或去硫淨化法。
- 3.將萃取液由儲放處移出，待其達到室溫。取適量之萃取液（約1~10mL），先以氣相層析儀／火焰離子化偵測器(GC/FID)確定濃度之大小。若有雜質干擾，可以升溫方式分離或先行蒸餾處理。濃度過大時，必須加入甲醇稀釋之。

### （四）分析

- 1.自動注射器：將樣品瓶編號，依次放入自動注射器，設定取樣0.5μL注射至氣相層析儀分析。樣品、空白試驗及標準溶液均依相同步驟測試之。
- 2.人工注射：原則上可行，仍以0.5μL為注射量，但需由有經驗之人員操作

## 八、結果處理

萃取液中DBCP濃度之計算：

$$\text{濃度 (mg/L)} = C \times \frac{V_1}{V_2}$$

C:利用檢量線求得DBCP之濃度（ng/mL）。

V<sub>1</sub>：稀釋後或濃縮後之總體積(mL)。

V<sub>2</sub>：樣品萃取液之體積(mL)。

## 九、品質管制

- （一）在分析任何一批或一組樣品時，必須作試劑空白試驗，若一批或一組樣品的數目超過10個時，則每10個樣品須作一個空白試驗。
- （二）在分析任何一批或一組樣品時必須作樣品添加分析，若一批或一組樣品的數目超過10個時，則至少每10個樣品須作一個樣品添加分析，且其回收率需落在80~120%之間。
- （三）每一批或一組樣品須作1~2個重覆試驗。

## 十、精密度及準確度

略

## 十一、參考資料

- （一）行政院環境保護署，五氯酚（鈉）、二溴氯丙烷及二溴乙烷化學品及物料檢驗方法研究，EPA-81-4203-09-01，1992。

## (二) U.S. EPA, 1,2-Dibromoethane and 1,2-Dibromo-3-Chloro-propane by Microextraction and Gas Chromatography, Test Methods for Evaluating Solid Waste, Method 8011, November 1990.

表一：DBCP之層析條件及方法偵測極限(MDL)

分析物質	滯留時間 (min)	MDL (ng/mL)
DBCP	10.54	3.0

註：管柱：SPB-5, 30mX0.53mmX1.5 $\mu$ m

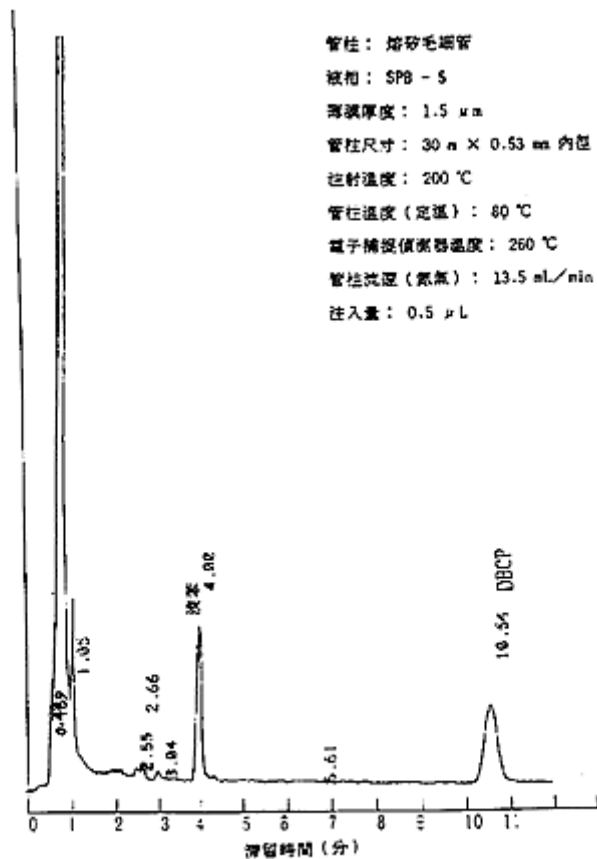
注射溫度：200 $^{\circ}$ C

管柱溫度：80 $^{\circ}$ C

電子捕捉偵測器溫度：260 $^{\circ}$ C

管柱流速(氮氣)：13.5mL/min

注入量：0.5 $\mu$ L



圖一：DBCP 萃取液之氣相層析圖

毒性化學物質1,2-二溴-3-氯丙烷檢測方法  
—氣相層析儀／電子捕捉偵測器法流程圖

