

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2204

三氯甲苯

分子式：C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CCl <sub>3</sub>  分子量：195.5	<b>Benzotrichloride</b>  參考資料：美國氫氨公司  編輯日期：10/20/92
容許濃度標準(TLV)  OSHA：無  NIOSH：無  ACGIH：無  勞委會：無	基本物性：  液體  沸點：219~223°C  密度：1.38 g/mL  熔點：-7.5°C
化合物別名：α, α, α-Trichlorotoluene; Benzotrichloride; CAS #98-07-7	
採 樣	分 析
採樣介質：Tenax 採集管(100 mg/50 mg)  流速：50 mL/min  採樣量：12 L  樣品運送：密封  樣品穩定性：至多三星期  現場空白樣品：樣品數之 10%	儀器：GC/FID  分析物：三氯甲苯  脫附：1 mL, n-Hexane, 靜置 30 分鐘  注射量：2μL  溫度—注射器：200°C  —偵測器：250°C  —管 柱：135°C  載流氣體：氮氣，3.2 mL/min  管柱：fused silica WCOT, DB-1, 30 m×0.53 mmID  標準樣品：分析物溶於 n-Hexane  檢量線範圍：27.6~276 μg/mL
準 確 度	
範圍：8.3~166.7 mg/m <sup>3</sup>  偏差：不顯著  全精密度偏差(CV <sub>T</sub> )：0.0195	

	預估偵測極限：27.6 µg/mL 分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：1.94%
適用範圍：12L 空氣樣品，本方法之有效分析範圍是 8.3~166.7 mg/m <sup>3</sup> 相當於空氣中含 0.09~1.8 ppm。	
干擾：在高濕環境下，採集介質可能減少 50% 的吸收，並增加其破出率。其它高揮發有機溶劑，如醇類 (Alcohols)、酮類 (Ketones)、醚類(Ethers) 和鹵化碳氫化合物(Halogenated hydrocarbons)可能會干擾分析結果。如果有可疑的干擾現象，應採用極性較強的管柱或改變管柱的溫度條件。	
其他方法：本方法是參考 American Cyanamid Company Stanford Lab, vol CR 1983	

## 1. 試藥

1.1 脫附劑：n-Hexane

1.2 分析物：Benzotrichloride 試藥級

\* n-Hexane，沸點 36~126°C，準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

\* Benzotrichloride 短期暴露毒性效應與症狀為虛弱，持續性頭痛、過敏、出汗、發抖、失眠、食慾不振、角膜炎、粘膜發炎。急救時應將患者移到新鮮空氣處，若需要則施予人工呼吸和氧氣。

## 2. 設備

2.1 捕集設備：Tenax 採集管(SKC 226-35-03)，見採樣介質通則。

2.2 個人採樣泵：流速約 50 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器(FID)、積分器，以及管柱。

2.4 2 mL 玻璃小瓶(vials)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。

2.5 1 mL 吸管和吸球。

2.6 5, 10 µL 之注射針。

## 3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見採樣通則。

3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是 50 mL/min。空氣採樣量為 12 L。

3.3 每組需有 1~10 個現場的空白樣品。

#### 4· 樣品脫附

4.1 打開 Tanex 採集管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑之 1/2 同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之 Tanex 採集介質倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之泡綿，後段之 Tanex 採集介質倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。此二樣品應分開分析。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 30 分鐘，偶爾搖動。

#### 5· 檢量與品管

##### 5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有 1 mL 脫附劑的密封小玻璃瓶中，配製成檢量儲備溶液，再由檢量儲備溶液中，取出適量溶液。配製不同濃度之標準溶液至少 5 瓶。濃度範圍約為 2.76~276  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量圖。

##### 5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 55.2~220.8  $\mu\text{g}$ 。

5.2.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)相對於分析物回收毫克數繪置圖形。

##### 5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

#### 6· 儀器分析

##### 6.1 儀器分析條件

---

條件

---

儀器 GC/FID

管柱 fused silica WCOT, DB-1

30m×0.53 mm ID

流速 (mL/min)

空氣 400  
氫氣 33  
氮氣 3.2  
溫度(°C)  
注射器 200  
偵測器 250  
管柱 135

---

## 6.2 大約滯留時間(retention time)

---

化合物 分鐘

---

Hexane 2.8

Benzotrichloride 12.6

---

## 6.3 分析圖譜

## 6.4 脫附效率\*

化合物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	脫附效率 (%)	CV <sub>1</sub> (%)
Benzotrichloride	--	12	55.2~220.8	93.75	1.94

\* SKC 批號 226-35-03 Tenax tube

6.5 注射樣品進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)－10  $\mu\text{L}$  之注射器先以溶劑(n-hexane)沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3  $\mu\text{L}$  溶劑後，吸入 0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2  $\mu\text{L}$  樣品後，在空氣中後退 1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1  $\mu\text{L}$

6.6 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線上求出。

## 7· 計算

### 7.1 濃度計算：

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

V：採集氣體量 (L)

W<sub>f</sub>：前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W<sub>b</sub>：後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B<sub>f</sub>：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B<sub>b</sub>：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10 即表破出，樣品可能有損失

## 8· 美國氰胺公司 G-35 分析方法

### 8.1 儀器分析條件

方法：GC/FID

分析物：三氯甲苯

脫附：1 ml n-Hexane

注射量：2 μL

溫度：—注射器：200°C

—偵測器：250°C

—管柱：100°C

載流氣體：氦氣：30 mL/min

氫氣：30 mL/min

空氣：370 mL/min

管柱：玻璃管柱，6 ft×2 mm I.D. 填充 2% OV-101 on 100/120mesh chromosorb WHP。

標準樣品：分析物溶於 n-Hexane

範圍：8.3~166.7 mg/m<sup>3</sup>

分析精密度偏差(CV<sub>i</sub>)：1.95 %

### 8.2 美國氰胺公司(Cyanamid)方法評估

美國氰胺公司 G-35 分析方法於 1983 年 3 月 15 日公佈，以 Tenax 採集管 (SKC cat, #226-35) 進行 3 個濃度之測試，每個濃度 6 個樣品進行添加法評估，其平均回收率為 94.6% ，以標準氣體產生方式進行方法評估，則發現標準型 Tenax 採集管採集其採集效率非常差，另外以大型 Tenax 採集管(SKC #226-35-03)進行 2 組濃度測試，每組 6 個樣品之採集評估，發現其平均回收率可達 96.8% (請參見表一及表

二)。同時，氣體回收率之研究亦以標準型 Tenax 採集管(SKC #226-35)進行，添加內含 971  $\mu$ g Benzotrichloride 之 10  $\mu$ L Hexane 溶液至一含有玻綿之玻璃管中，此管之後連接一支 Tenax 採集管，並以真空抽氣使氣體流速約 50 mL/min(如圖一)，於實驗中測試 6 支標準型採集管於 8 小時抽氣下之破出情況，其平均破出率為 28% (後段/前段 $\times$ 100%)，其平均回收率僅為添加量之 32%，若以大型 Tenax 採集管進行相同之測試，則以 50 mL/min 抽氣流速採集 4 小時後，其平均回收率為 92.7% (如表三)，且僅有微小之破出發生。在樣品貯放穩性測試中，是 6 支採集管為一組進行樣品添加，使其在室溫下放置 3 天(以模擬樣品因運送而延遲之時間)，然後將其置於冰箱中以 0 $^{\circ}$ C 儲存 17 天，分析結果顯示，只有少量之 Benzotrichloride 穿透至後段，其回收率平均仍達 94.5% (如表四)，此方法開發之初是參考日本國際安全衛生組織(National Institute of Industrial Health) 之分析方法，因為原分析方法是以毒性較高的四氯化碳為脫附劑，在此則以 Hexane 為取代物，在日本之方法中亦同時測試 Benzotrichloride 及相關之化合物 Benzylchloride, benzalchloride 及 o,p-Chlorobenzotricle, 採樣管則以 2 支 100 mg 的 Tenax GC 管串聯，並以標準氣體產生採集之。

### 8.3 其他驗證分析方法

	測試 1	測試 2
儀器	GC/FID	GC/FID
溫度		
注射器	300 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C
偵測器	250 $^{\circ}$ C	250 $^{\circ}$ C
管柱	120 $^{\circ}$ C 持續 15 分鐘	60 $^{\circ}$ C 15 分鐘
速度(mL/min)		
空氣	22 psi	400 mL/min
氫氣	22 psi	40 mL/min
氮氣	4.8 mL/min	10 mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-1 30m $\times$ 0.53mm I.D.	fused silica WCOT DB-1 30m $\times$ 0.53mm I.D.
平均脫附效率	93.07%	94.97%
平均 CV <sub>1</sub> 值	2.25%	1.79%

#### 9· 高濕環境下破出與樣品貯放穩定性測試

本實驗是參考美國氰胺公司之研究方法，在 30°C, 80% 相對濕度下進行 Benzotrichloride 高濕環境採集測試，其設置方式如同圖一，先將測試管於 30°C，80% 相對濕度下採集乾淨濕空氣，然後添加 220.8  $\mu\text{g}$  之 Benzotrichloride 於玻璃綿上，後端接以 SKC226-35-03 Tenax 採集管(100 mg/50 mg)，最後接一台個人採樣泵，以 50 mL/min 之流速進行抽氣採樣，分別採集 85、180、240 分鐘後，測試 Tenax 前、後段之濃度，則前段之測得值分別為 25.41 mg、29.85 mg、43.58 mg；後段測得值均為 0，其平均回收率僅為添加量之 10.9%，4 小時破出率為 0%。樣品貯存穩定性測試是於 30°C，80% 相對濕度下採集乾淨濕空氣 4 小時，同時採集 36 個樣品，然後於 36 個樣品中添加 110.4  $\mu\text{g}$  之 Benzo-trichloride，使其在室溫下存放一天後，以使其靜置平衡，然後將其分成 2 批，其中 18 個樣品置於室溫下貯存，另 18 個樣品置於冰箱中 (4°C) 貯存，然後每隔三天，每批取出 3 個樣品進行測試，經 15 天儲存測試，其回收率均可達 98% 以上，測試結果如圖二。

#### 10· 文獻

[1] H. Matauahita and S. Kanno. Industrial Health, 17, 199(1979).

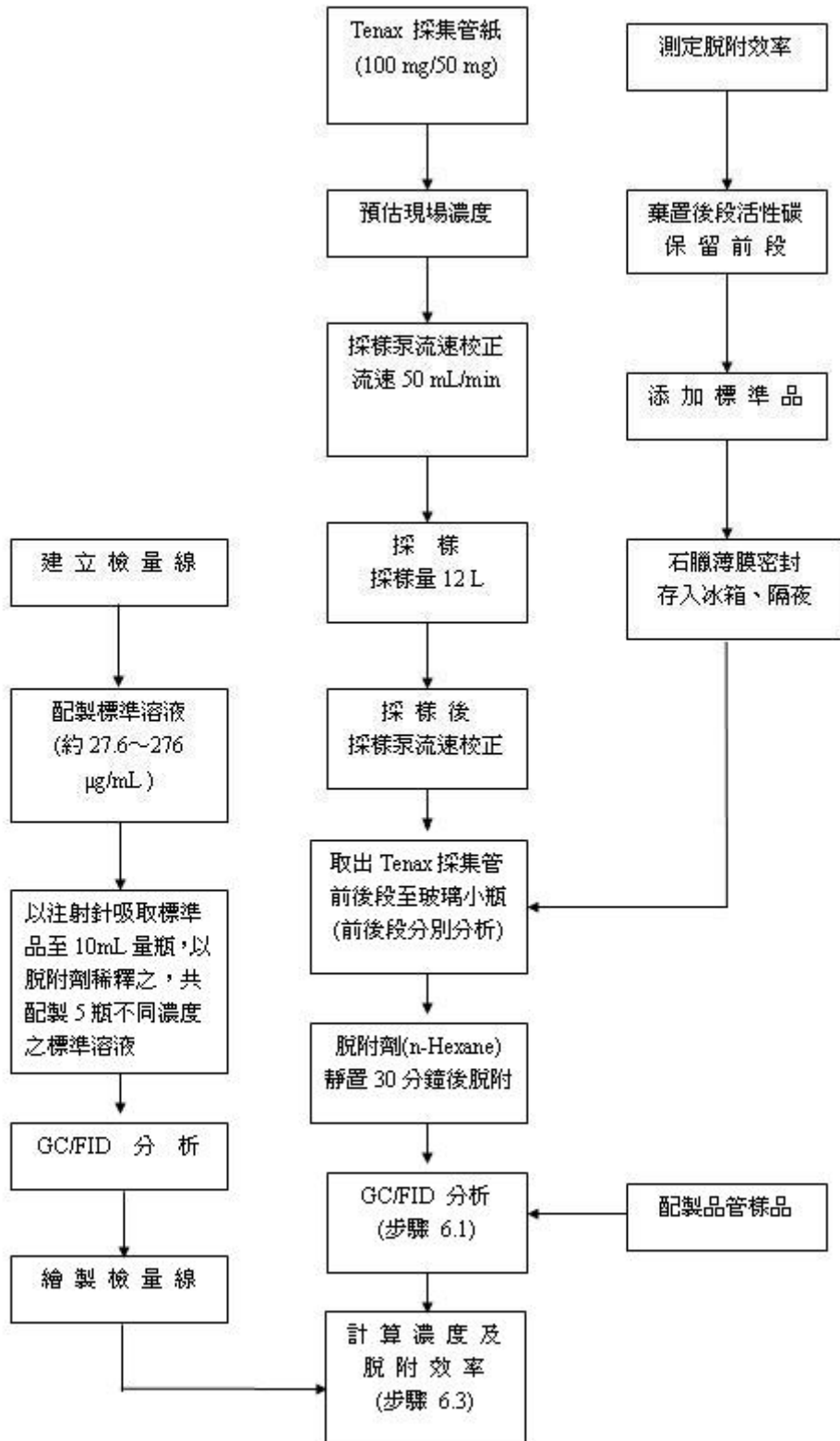
[2] M. Meaica, S14385-78, 84-86, 88-90, 120-127, 152-161.

[3] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 77 年 6 月。

測試撰寫人：鍾瑩、施慧中

驗證人：王文忻、鄭金泰、陳宏德、林維炤、謝素桂

三氯甲苯  
採樣及分析流程圖



表一 標準型 Tenax 採集管(SKC Cat No. 226-35)



	200µg			1000µg			2000µg		
	添加量	測得值	脫附效率	添加量	測得值	脫附效率	添加量	測得值	脫附效率
	(µg)	(µg)	(%)	(µg)	(µg)	(%)	(µg)	(µg)	(%)
1	206	197	95.6	976	955	97.9	1952	1819	93.2
2	206	197	95.6	976	934	95.7	1952	1857	95.1
3	206	191	92.7	976	930	95.3	1952	1803	92.4
4	206	196	95.2	976	937	96.0	1952	1772	90.8
5	206	194	94.2	976	950	97.3	1952	1785	91.4
6	206	200	97.1	976	912	93.4	1952	1846	94.6
			x=95.1			x=95.9			x=92.9
			STD=1.5			STD=1.6			STD=1.7
			CV <sub>1</sub> =1.6%			CV <sub>1</sub> =1.6%			CV <sub>1</sub> =1.8%

$$5(1.6)^2 + 5(1.6)^2 + 5(1.8)^2$$

$$CV^* = [ \frac{\quad}{\quad} ]^{1/2} = 1.7$$

15

\* 本數據來源：美國氰胺公司

表二 Benzotrachloride 脫附效率 大型 Tenax 採集管 (SKC Cat No. 226-35-03)

	100µg			500µg		
	添加量	測得值	脫附效率	添加量	測得值	脫附效率
	(µg)	(µg)	(%)	(µg)	(µg)	(%)
1	99	96	96.5	518	535	103.3
2	99	93	94.3	518	516	99.6
3	99	95	96.2	518	507	97.9
4	99	94	95.2	518	503	97.1
5	99	92	92.7	518	500	96.5
6	99	96	96.5	518	498	96.1
			x=95.2			x=98.4

			STD=1.5			STD=2.7
			CV <sub>1</sub> =1.6%			CV <sub>1</sub> =2.7%

$$CV^* = \left[ \frac{5(1.6)^2 + 5(2.7)^2}{10} \right]^{1/2} = 2.2$$

10

\* 本數據來源：美國氰胺公司

圖一 以 Tenax 採集管採集 Benzotrchloride 蒸氣之設置

流速 (50 mL/min)

玻璃管 玻璃綿 Tygon 管 管連接於個人採樣泵上

Tygon

Tenax Tube

SKC #226-35

\* Note minimum exposure to tubing by bringing glass tubes as closetogether as possible.

表三 以大型 Tenax 採集管採集 Benzotrchloride 蒸氣之回收率

採集管：SKC cat. 226-35-03

採集速率：50 mL/min

採集時間：4 小時

添加量 (µg)	測 得 值 (µg)*			破出率 (%)	回收率 (%)
	前 段	後 段	共 計		
495	459	0	459	0.0	92.7
495	448	7	455	1.5	91.9
495	459	4	463	0.9	93.5
495	449	0	449	0.0	90.7
495	457	0	457	0.0	92.3
495	470	0	470	0.0	94.9

\* 以脫附效率校校正過

測試次數 (n) = 6

平均 值 (x) = 92.7

平均標準偏差 (S) = 1.4

精密度偏差 (CV) = 1.6%

表四 Benzotrichloride 之穩定性測試

採集管：SKC cat. 226-35

儲存狀況：室溫 3 天

0°C 17 天

添加量 ( $\mu\text{g}$ )	測得值 ( $\mu\text{g}$ )*			破出率 (%)	回收率 (%)
	前段	後段	共計		
206	194	Tr, < 5	194	< 3	94.2
206	196	Tr, < 5	196	< 3	95.2
206	193	Tr, < 5	193	< 3	93.7
206	195	0	195	0	94.7
206	196	Tr, < 5	196	< 3	95.2
206	194	Tr, < 5	194	< 3	94.2

\* 以經脫附效率校正

測試次數 (n) = 6

平均值 (x) = 94.5

平均標準偏差 (S) = 0.6

精密度偏差 (CV) = 0.6%

\* 數據資料來源：美國氰胺公司

圖一 以 Tenax 採集管採集 Benzotrichloride 蒸氣之設置  
流速 (50 mL/min)

玻璃管 玻璃綿 Tygon 管 管連接於個人採樣泵上

Tygon

Tenax Tube

SKC #226-35

\* Note minimum exposure to tubing by bringing glass tubes as closetogether as possible.

圖二 樣品貯放穩定性測試圖

回收率

室溫 冷藏

n-Hexane

Benzotrichloride