

行政院勞工委員會  
勞工安全衛生研究所採樣分析參考方法

RM012A	氯化甲基苯	BENZYL CHLORIDE	12/11/1996
容許濃度		參考資料：NIOSH 1003	8/15/87[1]
勞委會：1 ppm[2]			
OSHA：1 ppm(ceiling)		分子式：C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>2</sub> Cl, C <sub>7</sub> H <sub>7</sub> Cl	
NIOSH：1 ppm			
ACGIH：1 ppm		分子量：126.58	
(1ppm= 5.17 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)			
基本物性：		別名：chloromethyl benzene; α-chlorotoluene	
液態，密度 1.1 g/mL@ 20°C			
沸點：179 °C		CAS No.：100-44-7	
熔點：-43 °C			
蒸氣壓：133.3kPa(1mmHg,0.13%v/v) @22°C		RTECS No.：XS8925000	
爆炸範圍：下限 1.1%(v/v in air),			
上限 無資料			

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/ 50 mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10~200 mL/min		分析物：Benzyl chloride	
採樣體積：最小 6 L @1ppm[1]		脫附：1mL CS <sub>2</sub> ，放置 30 分鐘	
最大 50 L		注射量：2μL	
樣品運送：例行性		溫度 - 注入口：175°C	
樣品穩定性：至少 15 天@ 4°C		- 偵檢器：200°C	
現場空白樣品：每批樣品數的 10%，或至少		- 管 柱：90°C $\xrightarrow[4^\circ\text{C}/\text{min}]{120^\circ\text{C}}$	
需二個以上		(1min) (1min)	
		載流氣體：氮氣，7.7mL/min	
		管柱：fused silica, WCOT, DB-1	
		30m× 0.53mm ID, 3.0μm	
		標準樣品：分析物溶於 1 mL 之 CS <sub>2</sub> 中	
		檢量線範圍：7.1 ~ 77.3 μg/mL	
		可量化最低濃度：7.1 μg/mL	
		分析變異係數(CVa)：1.20%	

適用範圍[1]：10L 的空氣樣品，本分析方法的適用濃度範圍為 0.02~0.08mg/樣品。在高濕環境下，有機蒸氣被活性碳吸附的能力降低，因而破出體積亦會大大降低。

干 擾[1]：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：CS<sub>2</sub> 為第三類易燃液體及第六類毒性物質，準備樣品及標準品時，需在通風良好的氣櫃(hood)中進行。

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：CS<sub>2</sub> (層析級)。

1.2 分析物：氯化甲基苯(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（100 mg/50 mg），見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。

2.2 個人採樣泵：流率約 10 ~ 200 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 2 mL 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 10 µL 之注射針筒。

2.7 10 mL 量瓶。

2.8 超音波振盪器。

## 3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[3]。

3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 10 ~ 200 mL/min。  
，應採集的空氣體積約 2 ~ 32 L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）加封後運送。

## 4. 脫附效率測定與樣品脫附

### 4.1 脫附效率測定

4.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議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 0.0155～0.062 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 樣品脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，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。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(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 CS<sub>2</sub> 1mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 以超音波振盪器振盪 30 分後測定。

## 5. 檢量線製作與品管

### 5.1 檢量線製作

5.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 7.1 ~ 77.3 μg/mL。

（註：至少應配製 5 種不同濃度，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 以波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線。

## 5.2 品質管制

見“勞委會有害物採樣分析建議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	fused silica, WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID, 3.0μm	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	7.7	
溫度 (°C)		
注入口	200 °C	
偵檢器	250 °C	
管 柱	4°C/min	
	90°C (1min)	—————> 120°C (1min)

註：以 HP5890 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	1.1
氯化甲基苯	7.2

### 6.3 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	添加量 (mg/sample)	平均脫附效率(%)	分析變異係數 CVa(%)
氯化甲基苯	1	3.0~12.0	0.0155~0.0620	92.58	1.20

\*採樣介質為 SKC 226-01，Lot120 活性碳管，或可使用其他廠牌的同級品。

6.4 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)— 利用 10  $\mu\text{L}$  之注射針筒先以溶劑( $\text{CS}_2$ )沖刷數次濕潤針管與活塞，取約 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，在空氣中後退約 0.2 $\mu\text{L}$ ，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 $\mu\text{L}$ 。

6.5 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

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

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	220°C	170°C
偵檢器	250°C	210°C
管 柱	80°C $\xrightarrow{6^\circ\text{C}/\text{min}}$ 120°C (0.5 min)                      (0.5min)	90°C $\xrightarrow{4^\circ\text{C}/\text{min}}$ 120°C (1 min)                              (1min)
流率(mL/min)		
空氣	400	480
氫氣	40	46
氮氣	6.3	4.9
管柱	DB-1, 30m $\times$ 0.53mm ID, 1.0 $\mu$ m	DB-1, 30m $\times$ 0.53mm ID, 1.5 $\mu$ m
平均脫附效率	97.6%	90.9%
CVa 值	3.2%	2.5%
滯留時間	5.9 分	5.6 分

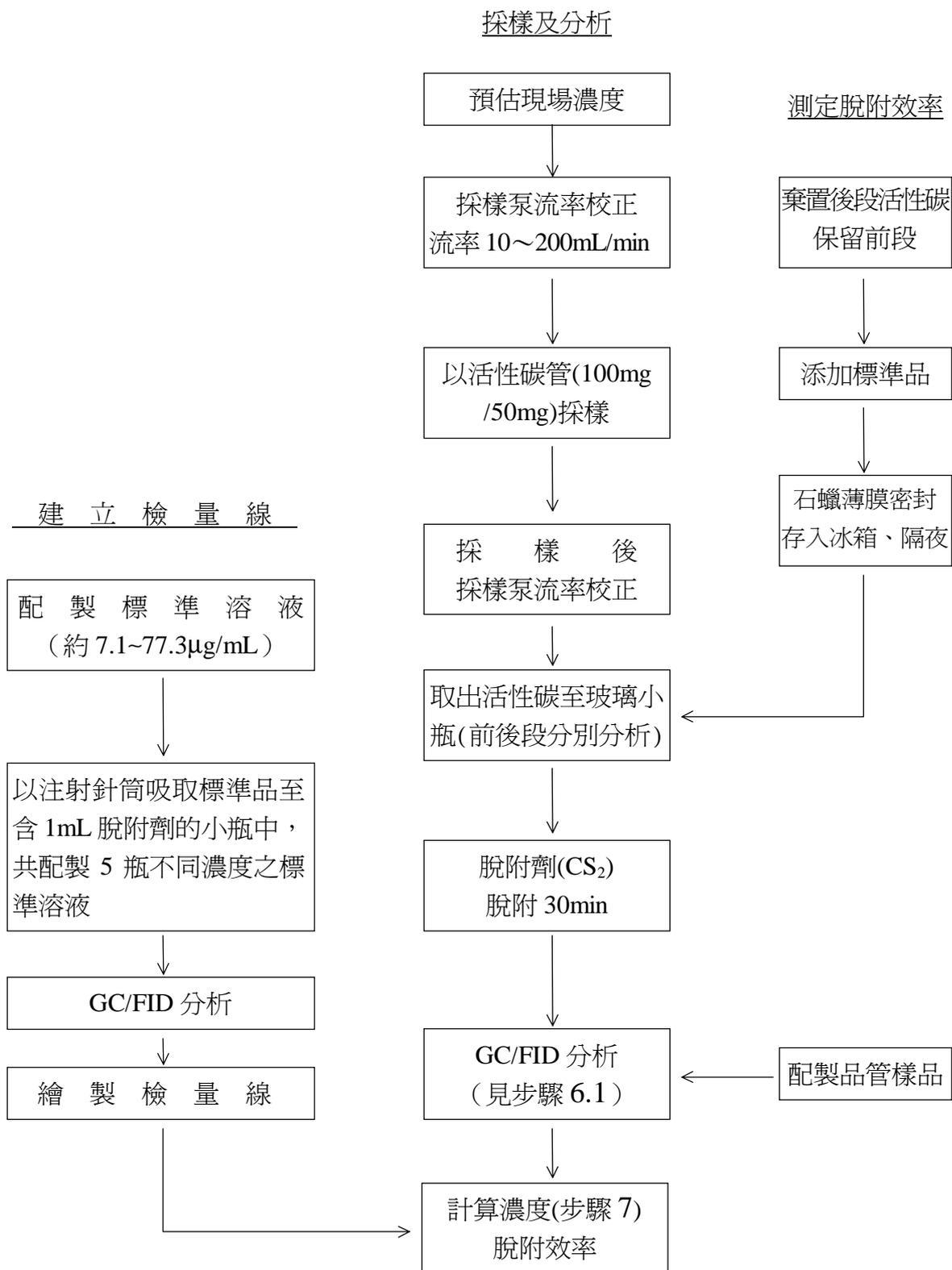
## 9.高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以擴散管法(diffusion tube method)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；氯化甲基苯測試濃度為 2.0 ppm，採集流率為 200 L/min，經 240 分鐘後，仍未有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32L。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 85.6%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 105.0%。（樣品貯存穩定性測試，每日測試三個重覆樣品，但執行本測試時，因若干標品破損，故只選用兩組數據，作為樣品穩定性結果。）

## 10.文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 4th Ed., NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1003, 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] 勞工作業環境空氣中有害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。

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 S115 及 NIOSH 1003 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1mL CS<sub>2</sub>，放置 30 分鐘

注射量：5μL

溫 度—注入口：170°C

—偵檢器：210°C

—管 柱：160°C

管 柱：stainless steel，10%SP-1000 on 80/100 mesh Chromosorb WHP，

3m× 3mm ID

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub>

測試範圍：2~8mg/m<sup>3</sup>

預估偵測下限：0.01mg/樣品

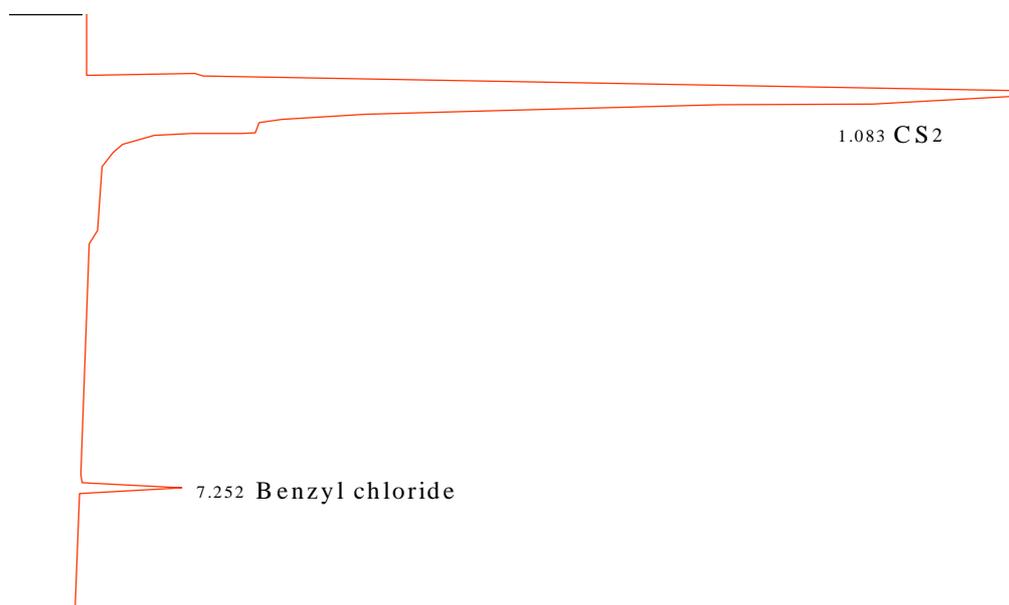
分析變異係數（CVa）：3.1%

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID		GC/FID		GC/FID	
分析條件		Fused silica WCOT DB-1, 30m × 0.53mm ID, 3.0µm		Fused silica WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1.0µm		Fused silica WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1.5µm	
管柱							
溫度		170°C		220°C		170°C	
注入口		210°C		250°C		210°C	
偵檢器		90°C $\xrightarrow{4^\circ/\text{min}}$ 120°C (1 min) (1 min)		80°C $\xrightarrow{6^\circ/\text{min}}$ 120°C (0.5 min) (0.5min)		90°C $\xrightarrow{4^\circ/\text{min}}$ 120°C (1 min) (1min)	
管柱							
流率(mL/min)		400		400		400	
空氣		33		40		60	
氫氣		7.2		6.3		4.9	
氮氣							
檢量線範圍 (mg/樣品)		0.0078-0.0773		0.0087-0.2198		0.008-0.080	
線性相關係數		0.9989		1.0000		0.9999	
平均脫附效率(%)		92.6		97.6		90.9	
分析變異係數(%)		1.2		3.2		2.5	
盲樣 測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)
樣品一	0.0234	0.0231	-1.3	0.0229	-2.3	0.024	+2.6
樣品二	0.0391	0.0381	-2.6	0.0363	-7.0	0.040	+2.3
樣品三	0.0547	0.0550	+0.5	0.0501	-8.1	0.056	+2.4

## 二、分析圖譜及分析條件

### 1.圖譜



### 2.分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	fused silica, WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID, 3.0μm	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	7.7	
溫度 (°C)		
注入口	170 °C	
偵檢器	210 °C	
管 柱	4°C/min	
	90°C (1min)	→ 120°C (1min)

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)
1	0	0.0155	0.01436	92.15	0.0311	0.02938	94.49	0.0620	0.05638	90.96
2	0	0.0155	0.01483	95.16	0.0311	0.02901	93.36	0.0620	0.05720	92.39
3	0	0.0155	0.01422	91.24	0.0311	0.02904	92.51	0.0620	0.05704	92.03
4	0	0.0155	0.01445	92.71	0.0311	0.02878	92.54	0.0620	0.05687	91.76
5	0	0.0155	0.01479	94.91	0.0311	0.02879	92.08	0.0620	0.05662	91.35
6	0	0.0155	0.01198*	76.91*	0.0311	0.02865	92.22	0.0620	0.05661	91.32
平均值				93.23			92.87			91.64
變異係數				1.85			0.98			0.57

三個濃度之平均回收率=92.58%

分析變異係數 (CV<sub>a</sub>)=1.20%

“\*”表數據依Q test為outlier，未列入平均值計算中。

表三 儲存穩定性

天數	氯化甲基苯相對回收率* (%) (添加量 = 0.2016 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100.0	100.0	-- Δ	100.0	100.0	-- Δ
3	100.0	100.2	93.2 Δ	97.7	82.2	-- Δ
6	107.8	103.7	-- Δ	84.7	103.1	-- Δ
9	101.7	105.8	103.7 Δ	94.8	97.8	100.7 Δ
12	96.5	105.5	106.3 Δ	85.6	85.6	-- Δ
15	106.6	103.4	104.0 Δ	95.8	97.4	98.5 Δ

\* 指相對於第一天分析結果之回收率

-- 所致

Δ 表樣品破損或處置不當，故該數據不採用。