

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1223

氯苯

分子式：C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl  分子量：112.56	Chlorobenzene  參考資料：NIOSH 1003 (8/15/87)  編輯日期：04/15/90
容許濃度標準(TLV)  OSHA：75 ppm  NIOSH：無  ACGIH：75 ppm  勞委會：75 ppm  (1 ppm=4.60 mg/m <sup>3</sup> @NTP )	基本物性：  密度：1.107 g/mL @20°C  沸點：131~132°C
化合物別名：monochlorobenzene; phenyl chloride; CAS # 108-90-7	
採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)  流速：10~200 mL/min  採樣量：表 1  樣品運送：例行性  樣品穩定性：未測定  現場空白樣品：樣品數的 10%	方法：GC/FID  分析物：如上述  脫附：1 mL CS <sub>2</sub> ， 放置 30 分鐘  注射量：3μL  溫度－注射器：240°C  偵測器：240°C  管柱：
準 確 度	4°C/min

<p>範圍：見方法評估[1]</p> <p>偏差：不顯著 [1]</p> <p>全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：見方法的評估[1]</p>	<p>46°C ——— 180°C (7 分)</p> <p>載流氣體：氮氣，40 mL/min</p> <p>管柱：1% Alltech AT-1000 on Graphpac  60/80, 2.4m x 2.0mm ID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub> 中</p> <p>檢量線範圍：未測定</p> <p>預估偵測極限：未測定</p> <p>分析精密度偏差(CV<sub>1</sub>)：見步驟 6.3</p>
<p>適用範圍：適用濃度範圍請參照表 1。藉著 GC 分析條件的設定(如 temperature program) 在高溫環境下會使有機蒸氣被活性炭吸附的能力降低，且破出體積亦會大大降低。</p>	
<p>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。</p>	
<p>其它方法：本方法是沿革 NIOSH S123, S122, S110, S328, P&amp; CAM 127[3]及 1003(2/15/84)</p>	

## 1. 試藥

1.1 脫附劑：CS<sub>2</sub>\*：層析分析級,可內含合適的內標定品。

1.2 分析物：試藥級\*。

1.3 正己烷。

1.4 檢量儲備液(calibration stock solution)：

1.4.1 氯苯(chlorobenzene)：

溶於 CS<sub>2</sub>，配製成濃度 110.7 mg/mL 之儲備溶液。

1.5 純化的氮氣或氫氣。

1.6 預先純化的氫氣。

1.7 經過濾之空氣。

\* CS<sub>2</sub>有毒，易燃，(閃火點 = -30°C)。準備樣品及標準品時，需在通風良好的煙櫃(hood)中進行。

## 2. 設備

2.1 捕集設備：活性炭管 100mg/50mg, 見採樣介質通則。

2.2 個人採樣泵：流量約 20 ~200 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, 25, 100  $\mu$ L 之注射針筒。

2.7 量瓶。

### 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。採樣泵流量是介於 10~200 mL/min，應採集的空氣量，見表 2。

3.3 以塑膠?不可用橡膠)封管，並以石臘薄膜(parafilm)加封。

### 4. 樣品脫附

4.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，把前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之 PU 泡綿，後段之活性碳倒入另一個 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，並偶爾搖動。

### 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脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為請參考步驟 6.3。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液的測試分析，以建立檢量線。

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與內標定品之波峰面積之比值對分析的濃度，繪製檢量線圖。

#### 5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性碳管兩端切開，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。添加量可參考表 3。

5.2.4 以塑膠蓋封管，並以石臘膜(parafilm)加封，靜置過夜。

5.2.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)對分析物回收毫克數(mg)作圖。

#### 5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

## 6. 儀器分析

6.1 本項之方法曾用于汽油揮發物和印刷工廠作業環境空氣之分析[5]。

6.2 本方法可參考 NIOSH 1500, 1501 和 1550 使用。

6.3 主要分析物：如第 N1500-1 頁;此外，絕大部份汽油中所含之化合物皆適用本方法。

### 6.4 儀器分析條件

---

#### 條件

---

儀器 GC/FID

管柱 1% Alltech AT-1000 on Graphpac

60/80, 2.4m×2.0 mm ID

流速 (mL/min)

空氣 400

氫氣 40

氮氣 40

溫度 (°C)

注射器 240

偵測器 240

管柱 4°C/分

46°C——180°C

(7 分)

---

### 6.5 大約滯留時間 (retention time)

---

#### 滯留時間

---

化合物	(A)	(B)	(C)
二硫化碳	16.50	20.57	
正己烷*	8.53		
氯苯#	6.26		
甲苯#	19.05		
鄰二甲苯			5.21

---

(A) \*正己烷為稀釋溶液，內標定品為苯 (Benzene)# 是以 fused silica WCOT DB-1, 30m×0.53mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 5.6 mL/min 下，以 40°C(9 分)——140°C (0.5 分)條件分析所得之滯留時間甲苯在此為內標定品。

(B) 是以 1% Alltech AT-1000 on Graplac 60/802.4m×2.0mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 40mL/min 下

4°C/分

，以 46°C(7 分)——180°C 條件分析所得之滯留時間。

(C) 以 fused silica WCOT, DB-1, 30m×0.53mm ID 為分離管柱，在氮氣流速 7.8 mL/min 下，以 75°C 持續 6 分鐘所得之滯留時間。

## 6.6 脫附效率\*

化合物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	脫附效率* (%)	CV <sub>1</sub> (%)
氯苯	75	0.8~3	0.28~1.01	101.2	1.21

\* SKC 226-01 活性碳管，批號 120。

6.7 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 μL 之注射器先以溶劑 (CS<sub>2</sub>) 沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μL 溶劑後，吸入 0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 μL 樣品後，在空氣中後退 1.2 μL，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 μL。

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

## 7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位:L)

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

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. NIOSH 1500 分析方法

8.1 本分析方法綜合下列諸方法而成，P&CAM 127[3], S10[4], S122[6],S123[7], S328[8], S133[9], S351[11], S314[10]和 NIOSH 方法。1003 (2/15/84 版)。

### 8.2 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：見表 3

管柱：見表 3

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub>中

範圍：見表 3

預估偵測極限：0.01 mg/樣品[3]

分析精密度偏差(CV<sub>i</sub>)：見表 2

### 8.3 NIOSH 1003 分析方法評估

以下的結果是 NIOSH 1003 方法使用添加樣品(spiked sample)和標準氣體所得，採集介質是 SKC 批號 105 椰子殼活性碳。方法評估之數據見表 4。實驗室內測試是利用氣體產生器添加標準氣體樣品，於 SKC 批號 105 椰子殼活性碳上[1]。分析之結果列表 4：

## 8.4 其他驗證分析方法

### 8.4.1 分析條件

	測試 1*	測試 2
儀器	GC/FID	GC/FID
溫度		
注射器	190 °C	190 °C
偵測器	250 °C	250 °C
管柱	40°C/分 65 °C—— 140 °C ( 4 分) (0.5 分)	15°C/分 40 °C—— 140 °C ( 9 分) (1 分)
速度(mL/min)		

空氣		400	0.9 kg/cm <sup>2</sup>
氫氣		33	0.6 kg/cm <sup>2</sup>
氮氣		16.3	3.2 kg/cm <sup>2</sup>
管柱		fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID	fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID
氯	平均脫附效率	93.56%	96.74%
苯	平均 CV <sub>1</sub> 值	1.09%	0.90%

\* internal standard 為 Benzene

\*\* 未用 internal standard

#### 9. 高濕環境破出與樣品貯放穩定性測試

以注射針驅動法(syringe drive method)產生標準氣體，並於 30°C，80% RH 高濕環境進行採樣測試，chlorobenzene 於 149 ppm，採樣流速 200mL/min 下採集，則其採集時間分別於 240 分時有 5%破出(break through)，其建議破出體積分別為 32L，由實驗結果顯示，在高濕環境下採集後，將樣品冷藏貯存，則於貯放 15 天後樣品之回收率均可達 90%以上。

#### 10. 文獻

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S101, S110,S113, S114, S115, S122, S123, S126, S133, S134, S135, S281,S314, S328, S335, S351, U. S. Department of Health, Education,and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as StockNo. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequences #3990-T, 3990-U and 3990-W(NIOSH, unpublished, November 3, 1983) and 4304-J (NIOSH,unpublished, April 3, 1984).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 1., P&CAM127, U. S. Department of Health, Education, and Welfare,Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).
- [4] Ibid., V. 2., S101, U. S. Department of Health, Education,and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [5] Ibid., S110.
- [6] Ibid., S113.
- [7] Ibid., S114.
- [8] Ibid., S115.
- [9] Ibid., S122.

- [10] Ibid., S123.
- [11] Ibid., S126.
- [12] Ibid., S133.
- [13] Ibid., S134.
- [14] Ibid., V. 3, S136, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [15] Ibid., S281.
- [16] Ibid., S314.
- [17] Ibid., S328.
- [18] Ibid., S335.
- [19] Ibid., S351.
- [20] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as Stock #PB83-154609 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [21] NIOSH Current Intelligence Bulletin 27, Chloroethanes: Review of Toxicity, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-181 (1978).
- [22] NIOSH Current Intelligence Bulletin 20, Tetrachloroethylene (Perchloroethylene), U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-112 (1978).
- [23] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Benzyl Chloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-182 (1978).
- [24] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Carbon Tetrachloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-133 (1976).
- [25] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Chloroform, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 75-114 (1975).
- [26] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Ethylene Dichloride, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-139 (1976).
- [27] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to 1,1,1-Trichloroethane, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-184 (1976).
- [28] Criteria for a Recommended Standard... Occupational Exposure to Tetrachloroethylene (Perchloroethylene), U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-185 (1976).
- [29] 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。  
METHOD REVISED BY: G. D. Foley; Y. T. Gagnon; and K. J. Williams,  
NIOSH/DPSE; methods originally validated under NIOSH Contract  
CDC-99-74-45.

測試撰寫人：葉錦芬、李美貴、林維炤、陳銘田、郭慶輝、林榮安、



黃瑞梅、王文忻

驗證人：蘇城、彭慧玲、陳宏德、施慧中、謝素桂、林維炤

氯苯

採樣及分析流程圖

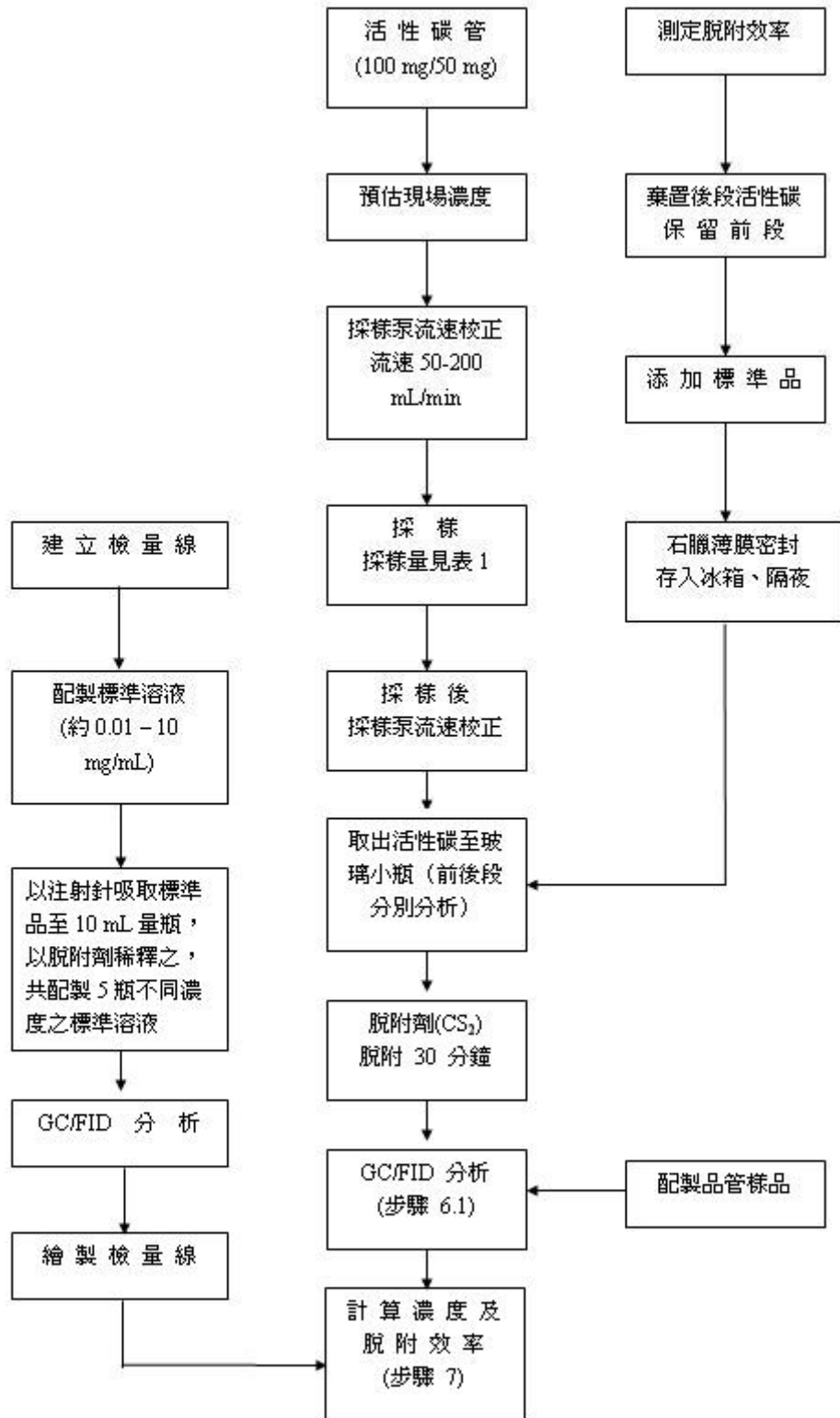


表 1 採樣資料

化合物	氣體採樣體積(L)	實用濃度範圍(ppm) 於最大採樣體積下
-----	-----------	----------------------

	最小	最大	目標量	
氯苯 C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> Cl (chlorobenzene)	1.5 @ 75 ppm	40	10	10~430

表 2 測量參數

化合物	管柱*	溫度 (°C)			範圍(mg/樣品)
		管柱	注射器	偵測器	
chlorobenzene	A	105	190	250	0.4 to 10

A：3m×3mm OD, 不銹鋼管，10% SP-1000 on 80/100 篩目 Chromosorb WHP。

B：6m×3mm OD, 其餘如 A。

C：3m×3mm OD, 不銹鋼管，10% OV-101 on 100/120 篩目 chromosorb WHP。

表 3 NIOSH 1003 方法評估之數據

化合物	範圍 (mg/m <sup>3</sup> )	採樣量 (L)	精密度偏差		脫附效率 (%)	文獻
			全部 (CV <sub>T</sub> )	分析 (CV <sub>T</sub> )		
chlorobenzene	100-416	15	0.057	4.7%	97% @ 1.8-7.4mg	[19]

\* 使用異構物的混合物 (cis 和 trans)