

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號 1108 (等級 A)

審查日期: 108 年 09 月 10 日

三氯乙烯	Trichloroethylene
容許濃度	參考資料: NIOSH 1022
勞動部: 50 ppm	
OSHA: 100 ppmTWA, C=200ppm, P=300ppm	分子式: $\text{CCl}_2=\text{CHCl}$, 簡式 C_2HCl_3
NIOSH: 25 ppm(10 小時 TWA)	
ACGIH: 10 ppmTWA, STEL=25ppm	分子量: 131.4
(1ppm = 5.37 mg/m ³)	
基本物性:	別名: 一
液態: 密度 1.46 g/mL @ 20°C	CAS No.: 79-01-6
沸點: 87.2 °C	
熔點: -86°C	RTECS No.: KX4550000
蒸氣壓: 9.9kPa(74mmHg, 9.8 % v/v) @ 25°C	
爆炸範圍: 8~10.5%(v/v in air)	

採樣	分析
採樣介質: 活性碳管 (100 mg / 50 mg)	儀器: GC / FID
流 率: 10 ~ 200 mL/min	分析物: 三氯乙烯 Trichloroethylene
採樣體積: 最小 1.0 L(100ppm)	脫附: 1 mLCS ₂ 脫附劑, 靜置 30 分, 偶爾搖晃。
最大 24.0 L	注射量: 1 μL
樣本運送: 例行性	溫度—注入口: 230°C
樣本穩定性: 28 天、室溫	—偵檢器: 250°C
現場空白樣本: 每批樣本數的 10 %, 至少需 2 個以上	—管柱: 50°C(恆溫)
準確度[1]	載流氣體: 氮氣, 20mL/min
範圍: 477~2025mg/m ³ (3.4L)	管柱: 30m×0.53mmID, 1μm, 毛細管柱 DB-WAX
偏差: -7.19%	標準溶液: 分析物溶於 CS ₂ 中
總變異係數(CV _T): 8.2%	檢量線範圍: 0.0292~16.1mg/mL
準確度 (Overall Accuracy) ±19.8 %	可量化最低量: 0.0292 mg/樣本
	分析變異係數(CV _a): 2.88 %

適用範圍: 1.本方法是以 3.4L 的空氣為樣本時, 有效分析範圍 27~875 ppm(150~4700 mg/m³)。

2.本方法可運用在 STEL 之採樣。亦可使用在含有 0.5~5 mg 三氯乙烯之樣本中。

干擾: 未確認。可使用不同管柱分析, 例如, 不銹鋼管柱, 6m×3-mmOD, 10%SP-1000 on 80/100 mesh Supelcoport 或 60m×0.320mm ID, 裱敷 0.250μm OV-351 之毛細管柱。

安全衛生注意事項: 1.有機溶劑中毒預防規則分類中, 三氯乙烯為第一種有機溶劑及疑似致癌物質。危害性化學品標示與通識規則及有機溶劑中毒預防規則分類中, 二硫化碳為易燃液體第 2 級、第一種有機溶劑。
2.準備樣本及標準品時, 需在通風效果良好的氣櫃中進行, 並穿著防護裝備。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂(層析級)
- 1.2 分析物：三氯乙烯 (試藥級)
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：活性碳管(100 mg / 50 mg)，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3」之採樣介質[4]。
- 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、25、100 μ L 微量注射針。
- 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，進行流率校準，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3」之採樣[4]。
- 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 1.0 ~ 24.0 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3」之脫附效率[4]。
- 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 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量 2.04~8.18mg。
- 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

- 4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 2mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，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 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3」之檢量線製作與品管[4]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 1mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍 0.0292~16.1mg/mL。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 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積（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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3」之檢量線製作與品管[4]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

儀器		分析條件	
		GC / FID	
管柱		30m×0.53mm ID，1 μm，DB-WAX	
流率 (mL/min)	空氣	410	
	氫氣	38	
	氮氣	20	
溫度 (°C)	注入口	230	
	偵檢器	250	
	管柱	50°C(恆溫)	

註：以 SHIMADZU GC-14A 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 滯留時間 (retention time)

化合物	滯留時間 (分)
脫附劑 二硫化碳	0.783
三氯乙烯 Trichloroethylene	2.13

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度** (ppm)	相當採樣 體積(L)	脫附量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa(%)
三氯乙烯 Trichloroethylene	50	7.61~30.4	2.04~8.18	97.9	2.88

*採樣介質為 SKC 型號 226-01 活性碳管。

**勞動部民國 107 年 03 月之標準。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique) 10μL 之注射針筒先以溶劑(CS₂)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約 3μL 溶劑後，吸入約 0.2μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中入 1.0μL 樣

本後，在空氣中後退約 1.2 μ L，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔 0.9~1.1 μ L。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 以波峰面積（或高度），自檢量線求出濃度乘以脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

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：採樣氣體體積（L）

W_f：前段活性碳管所含之分析物質量（mg）

W_b：後段活性碳管所含之分析物質量（mg）

B_f：現場空白樣本前段的算術平均質量（mg）

B_b：現場空白樣本後段的算術平均質量（mg）

註：如 W_b > (W_f/10) 即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8. 方法覆驗

儀器		測試 1	測試 2
		GC / FID (SHIMADZU GC-14A)	GC / FID (AGILENT GC-6890)
分析條件			
溫度 (°C)	注入口	230	280
	偵檢器	250	300
	管柱	50	50
流率 (mL/min)	空氣	410	400
	氫氣	38	45
	氮氣	20	3.6
	分流比	不分流	4 : 1
檢量線範圍(mg/mL)		0.0292~16.1	0.0292~14.6
線性相關係屬		0.999	0.999
平均脫附效率 (%)		97.9	95.2
分析變異係數 CVa (%)		2.88	1.95
滯留時間(分)		2.13	7.46

9. 高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

本方法評估是以注射針筒驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於 30 ± 3°C, 80 ± 5 %RH 高濕環境下進行樣本之採樣破出測試；三氯乙烯測試濃度為 101.4ppm，採樣流率為 200mL/min，經 181 分鐘後出現破出現象，故建議最大採樣體積為 24 L。

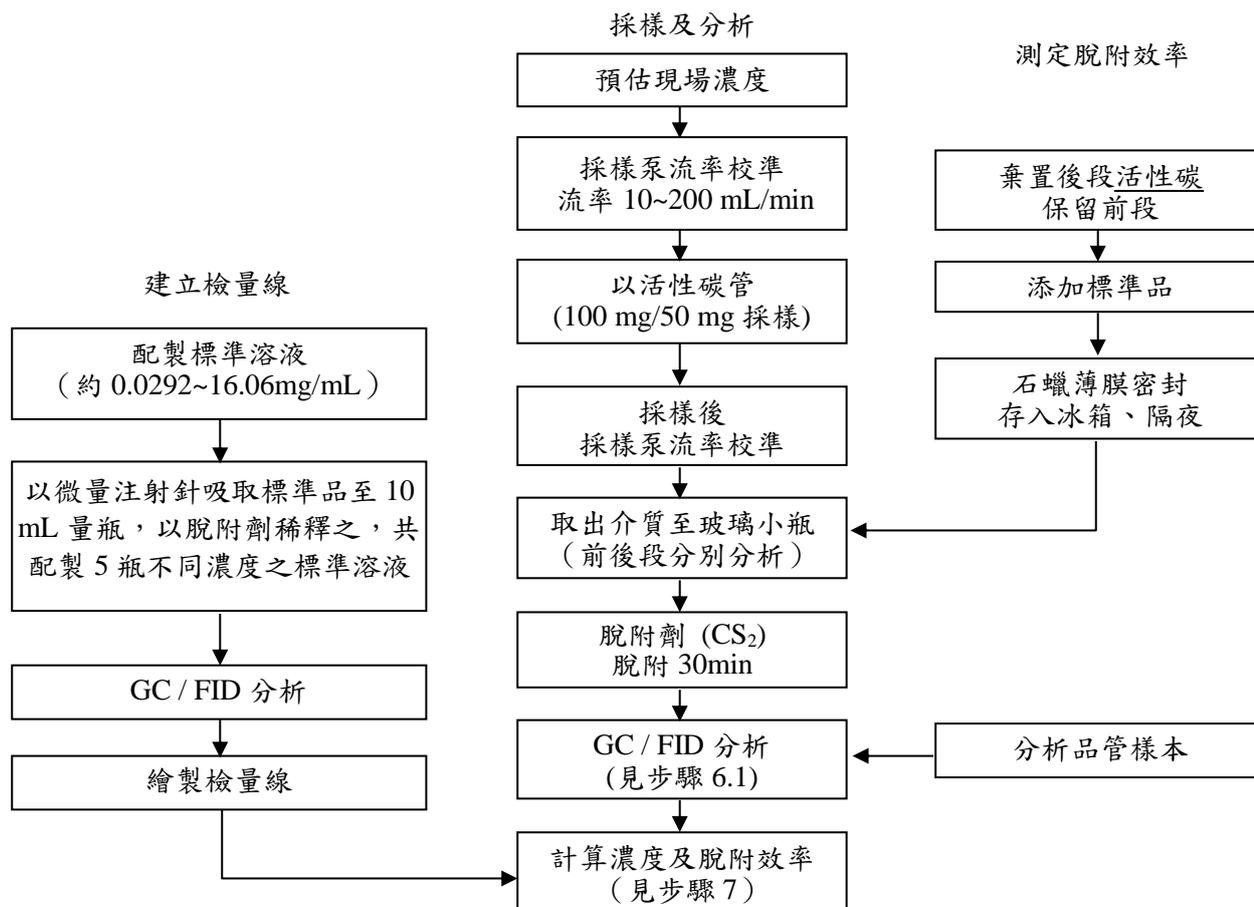
在高濕環境下採集樣本，進行 28 天樣本儲存穩定性測試，於室溫儲存樣本之相對回收率為 97.5%，於 5°C 冷藏儲存樣本之相對回收率為 97.4%，表示樣本可穩定儲存於 5°C 冷藏

/室溫下 28 天見，表二。

10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 4th ed. Method 1022 ,U.S. Department of Health , Education ,and Welfare, Publ. (NIOSH),1994.
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，民國 107 年 3 月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 月。
- [4] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 月。
- [5] Guide to Occupational Exposure Values 2019. Compiled by ACGIH ISBN: 978-1-607261 - 06-3

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 NIOSH 第 4 版分析方法 1022 而成。

2. 儀器分析條件：

方法：GC/FID。

脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分鐘，偶爾輕微搖動。

注射量：5 μ L。

溫度：注入口 -225°C，偵檢器 -250°C，管柱 -70°C(恆溫)。

載流氣體：氮氣，30 mL/min。

管柱：不銹鋼管柱，3 m \times 3-mm OD，10% OV-101 填充 100/200 mesh Chromosorb WHP。

標準樣本：三氯乙烯溶於二硫化碳。

測試範圍：0.5~10 mg/樣本。

分析變異係數 (CVa)：2.88%。

估計偵測極限：0.01 mg/樣本。

表一、脫附效率

	介質空白 (mg/樣本)	添加量：2.044 mg		添加量：4.088 mg		添加量：8.176 mg	
		分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)
1	0	2.02	98.7	3.88	94.9	8.53	104.3
2	0	1.92	94.2	4.11	100.5	8.41	102.9
3	0	1.91	93.4	4.08	99.8	8.42	102.9
4	0	1.95	95.3	4.15	101.5	8.35	102.1
5	0	1.87	91.6	3.89	95.3	7.86	96.2
6	0	1.87	91.6	3.98	97.3	8.12	99.3
平均值(%)			94.1		98.2		101.3
變異係數(%)			2.84		2.84		2.97

三個添加量之平均脫附效率=97.9%，分析變異係數=2.88%。

表二、儲存穩定性

天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前端平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前端平均分析量(mg)	相對百分比(%)
0	3	4.09	100	4.09	100
7	3	4.07	99.5	4.21	102.9
14	3	4.97	100.2	4.13	101.1
21	3	4.07	99.6	4.07	99.6
28	3	3.98	97.4	3.99	97.5

三氯乙烯添加量 4.09 mg。

*相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比。