

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1239 對一二甲苯

分子式：C ₈ H ₁₀ 分子量：92.14	p-Xylene 參考資料：NIOSH 1500, 1501 (2/15/84) 編輯日期：06/05/92
容許濃度標準(TLV) OSHA：表 2 NIOSH：表 2 ACGIH：表 2 勞委會：表 2	基本物性：表 1
化合物：xylene(二甲苯); dimethylbenzene; CAS #1330-20-7	
採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流速/採樣量：表 3 樣品運送：密封 樣品穩定性：未測定 現場空白樣品：樣品數的 10% 原料樣品：1~10 mL, 和樣品分開貯存於 不同的運輸箱中	方法：GC/FID 分析物：對二甲苯 脫附：1 mL CS ₂ , 放置 30 分鐘以上 注射量：2μL 溫度—注射器：步驟 6.4 偵測器：步驟 6.4 管柱：步驟 6.4
準 確 度	

<p>範圍：表 3</p> <p>偏差：表 3</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：表 3</p> <p>(NIOSH 1500 方法)</p>	<p>載流氣體：氮氣，步驟 6.4</p> <p>管柱：fused silica WCOT, DB-1, 30 m × 0.53 mm ID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 CS₂ 中</p> <p>檢量線範圍：見 6.7</p> <p>預估偵測極限：見 6.7</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：見步驟 6.6</p>
<p>適用範圍：適用於測定 OSHA 所列管，沸點在正戊烷 (n-pentane) 至正辛烷 (n-octane)之間的碳氫化合物。可同時測定多種化合物，唯化合物彼此間的交互作用，可能會降低採集介質的吸收量和其脫附效率。</p>	
<p>干擾：在高濕環境下，採集介質可能減少 50%的吸收，增加破出率。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。</p>	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂*：層析級，可內含合適的內標定品。
 - 1.2 分析物：試藥級*。
 - 1.3 預先純化的氮氣或氬氣。
 - 1.4 預先純化的氫氣。
 - 1.5 經過濾之空氣。
- * CS₂有毒，易燃，(閃火點 = -30°C)。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：活性碳管 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 μL 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 3。

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。
- 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見表 4。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對分析物的濃度，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 4 或步驟 6.6。

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	fused silica WCOT, DB-1

30m x 0.53 mmID

流速 (mL/min)

空氣 400

氫氣 33

氮氣 3.8

溫度 (°C)

注射器 225

偵測器 250

管柱 55°C持續 20 分。

6.5 大約滯留時間 (retention time)

滯留時間

化合物 _____

(A) (B)#

CS ₂	2.62	1.73
p-xylene	14.70	
m-xylene	14.70	
o-xylene	17.04	

(A)氮氣流速 3.8mL/min (B)氮氣流速 20mL/min。

* 完全重疊在一起。

以 toluene 為內標定品。

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 ₁ (%)
p-xylene	100	5.99~24.00	0.91~3.63	95	0.7

* SKC 批號 120 活性碳管。

6.7 GC/FID 之有效線性範圍

實際偵測極限

線性範圍 濃度 採樣量

化合物 (mg/mL)	(ppm)	(L)
p-xylene 43.05-0.026d	0.50	12

方法 2(步驟 6.4), 採用部份線性迴歸計算方法[5], 在此範圍內檢量線對真實樣品的預測偏差小於 10%。

線性範圍最低濃度換算成在最低採樣量時, 空氣中化合物可被本方法準確偵測到的最低濃度。

表有效線性範圍的下限, 其它則表線性範圍可能更廣。

d:根據 NIOSH1500 所用數據。

6.8 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 μ L 之注射器先以溶劑 (CS₂) 沖刷數次濕潤針管與活塞, 取 3 mL 溶劑後, 吸入 0.2 μ L 空氣, 以分開溶劑與樣品, 針頭再浸入樣品中吸入 2 μ L 樣品後, 在空氣中後退 1.2 μ 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 μ L。

6.9 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:

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_f: 前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b: 後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f: 現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b: 現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註: 如 W_b > W_f / 10 即表破出, 樣品可能有損失。

8. NIOSH 1500 分析方法

8.1 本分析方法是沿革下列諸方法而成, P&CAM 127:S318:xylene[4]S292。當分析複雜的碳氫化合物(<C₁₀)中的 benzene, toluene 和 xylene 時, NIOSH 1501(分析苯環碳氫化合物)會更具有選擇性。

8.2 儀器分析條件

方法: GC/FID

分析物：對-二甲苯

脫附：1 mL CS₂, 放置 30 分鐘

注射量：2 μL

溫度 注射器：225°C

偵測器：250°C

管柱：步驟 9.1.3

載流氣體：N₂或 He, 25 mL/min

管柱：玻璃管, 3.0 m×2 mm, 10% OV-275 on 100/120mesh Chromosorb W-

AW

標準樣品：分析物溶於 CS₂

範圍和精密度偏差(CV₁)：表 4

預估偵測極限：0.001~0.01 mg/樣品，以毛細管柱分析[1]

8.3 在特定溫度下之大約滯留時間□ (單位:分)

化合物 40°C 70°C 100°C 150°C 升溫

solvent (CS₂) 3.0 1.6 2.4

□升溫條件：50°C 持續 2 分，升溫 15°C/min 到 150°C，再持續 2 分。

8.4 NIOSH 1500 分析方法評估

表 3 和表 4 所列的偏差(bias)和精密度，是 NIOSH 1500 分析方法分析 1/2, 1 和 2 倍 OSHA TWA 濃度之標準氣體而得。其中每一個樣品的濃度是不相依的。破出量 (breakthrough capacities)是分析乾燥氣體而得，同時樣品的貯存穩定度並未測定。表 4 的分析精密度是測定添加已知量的化合物(其濃度是在正常採樣量下對 1/2, 1 和 2 倍 OSHA TWA 濃度所採集的總量)於活性碳管上；脫附係數是對單一氣體測定需高於 75%，且相對標準偏差需小於 7%。

8.5 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	225 °C	200 °C
偵測器	250 °C	200 °C

管 柱	55°C持續 20 分鐘	80°C持續 10 分鐘
速度 (mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	33	33
氮氣	3.8	10
管柱	fused silica WCOT DB-1 30m×0.53 mm ID	fused silica WCOT DB-1 30m×0.53mm ID

化 合 物	測試 1		測試 2	
	平均脫附效率	平均 CV ₁ 值	平均脫附效率	平均 CV ₁ 值
xylene	95.42%	0.74%	96.71%	0.72%

* ethylbenzene 為 internal standard

9. 高濕環境下破出物樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以採樣袋法(sampling bag)配製標準乾燥氣體，再以高溫、高濕載流氣體與之混合，產生 30°C，80% 相對濕度之所需標準氣體，然後進破出測試與樣品貯放穩定性測試。

styrene 於 200 ppm 濃度下，以 200 mL/min 流速進行六個樣品之採樣破出測試，styrene 經採樣四小時均未有破現象產生，由實驗顯示，在 1TLV 容許濃度下採集高濕(80%RH)氣體，將樣品冷藏貯放 15 天後，樣品之回收率均可達 97%，在室溫下貯放 15 天後，樣品之回收率可達 95%。

10. 文獻

- [1] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4213-L (unpublished, January 31, 1984).
- [2] 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).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S28, S89,S90, S94, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S311, S343,S378, S379, U.S.

- Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] 吳麗珠、余榮彬，"空氣中汽油揮發物 (36-145 °C) 之分析"；第四屆環境分析研討會，新竹，中華民國 (1989)。
- [6] R. D. Driesbach, "Physical Properties of Chemical Compounds"; Advances in Chemistry Series, No. 15; American Chemical Society, Washington (1955).
- [7] R. D. Driesbach, "Physical Properties of Chemical Compounds-II"; Advances in Chemistry Series, No. 22; American Chemical Society, Washington (1959).
- [8] Code of Federal Regulations; Title 29 (Labor), Parts 1900 to 1910; U.S. Government Printing Office, Washington, (1980); 29CFR 1910. 1000.
- [9] Update Criteria and Recommendations for a Revised Benzene Standard, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (August 1976).
- [10] Criteria for a Recommended Standard .. Occupational Exposure to Alkanes (C₅-C₈), U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-151 (1977).
- [11] Criteria for a Recommended Standard .. Occupational Exposure to Toluene, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 73-11023 (1973).
- [12] TLVs--Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents in the Work Environment with Intended Changes for 1983-84, ACGIH, Cincinnati, OH (1983).
- [13] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S28, S82, S90, S94, S311, S343, S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [14] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，勞動部，民國 77 年 6 月。
- [15] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, 1985.

測試撰寫人：余榮彬、郭今玄、張恆諄、段瑞娟

驗証人：張火炎、歐芬芳、潘喜久、林玉雀、郭慶輝、林維炤、謝素桂

表 1 別名、分子式、分子量、物性

別名	分子式 a	分子量	沸點(°C)	蒸氣壓		密度
				(mm Hg)	(kpa)	@ 20°C
xyleneb CAS #1330-20-7 dimethylbenzene	C ₈ H ₁₀	106.17				
		(ortho)	144.4	6.7	0.89	0.880
		(meta)	139.1	8.4	1.12	0.864
		(para)	138.4	8.8	1.18	0.861

(a)物性參考文獻 [6]

(b)為混合之異構物

表 2 容許濃度 (ppm) [8-12, 14-15]

化合物	OSHA			NIOSH		ACGIH		勞委會 mg/m ³ =per ppm	
	TWA	C	Peak	TWA	C	TLV	STEL	TWA	@ NTP
xylene	100	150		100	150	100	150	100	4.34

a 最長暴露時間在 8 小時內不得長於 10 分鐘

b 採樣 10 分鐘

* ACGIH 列為可疑致癌物

表 3 採樣流速 a、採樣量、破出量、濃度範圍、全分析之偏差和精密度[2-4, 13]

化合物	採樣			破出量		分析	全部	
	流速 (L/min)	體積(L)		體積 b (L)	濃度 (mg/m ³)	濃度範圍 (mg/m ³)	偏差 (%)	精密度 (CV _T)
		最低量	最高量					
boluene	≤0.20	12	23	35	870	218-870	-2.1	0.060

a：最低建議流速：0.01 L/min。

b：約為破出量 (breakthrough volume) 的 2/3，(naphthalene 除外)。

c：採樣 10 分鐘。

d：naphthalene 在低濃度時之脫附效率不佳，其最小建議採樣體積為 100L。

表 4 分析範圍、精密度和 GC 條件 a [2-4, 13]

化合物	分析		載流氣體		管柱參數 b			
	範圍 (mg)	精密度偏差 (CV ₁)	氣體	流速 (mL/min)	溫度 (°C)	長度 (m)	直徑 (mm)	填充物 c
xylene	2.60-10.4	0.010	N ₂	50	180	0.9	3.2	D

a：注射量：5.0 μL；脫附劑量：1.0 μL

b：所有管柱都是不銹鋼管，3.2 mm 外徑

c：A:50/80 篩目 Porapak P; B:50/80 篩目 Porapak Q;

D：C:10% OV-101 on 100/120 mesh supelcoport; 50/80 mesh porapak QP

對一二甲苯(Hydrocarbons, BP 80-145°C)

採樣及分析流程圖



