

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1235 甲苯

分子式： $C_7H_8$	Toluene
分子量：92.14	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 1 NIOSH : 表 1 ACGIH : 表 1 勞委會 : 表 1	基本物性： 密度 : 0.867 g/mL @20°C 沸點 : 110.6°C 蒸氣壓 : 3.8 KPa(28.4 mmHg)
化合物 : tuluene(甲苯); methyl benzene; CAS #108-88-3	
採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)	方法 : GC/FID
流速／採樣量：表 2	分析物 : 碳氫化合物，如上述
樣品運送：密封	脫附 : 1 mL $CS_2$ ，放置 30 分鐘以上
樣品穩定性：未測定	注射量 : 2 $\mu$ L
現場空白樣品：樣品數的 10%	溫度 - 注射器 : 步驟 6.4
原料樣品 : 1~10 mL , 和樣品分開貯存於不同的運輸箱中	偵測器 : 步驟 6.4 管柱 : 步驟 6.4
準 確 度	

	載流氣體：氮氣，步驟 6.4
範圍：表 2	管柱：fused silica WCOT, DB-1, 30 m × 0.53 mm ID
偏差：表 2	標準樣品：分析物溶於 CS <sub>2</sub> 中
全精密度偏差(CV <sub>T</sub> )：表 2 (NIOSH 1500 方法)	檢量線範圍：見 6.7 預估偵測極限：見 6.7 分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：見步驟 6.6
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。	
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) 和鹵代碳氫化合物(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。	

## 1. 試藥

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

1.2 分析物：試藥級\*。

1.3 預先純化的氮氣或氦氣。

1.4 預先純化的氬氣。

1.5 經過濾之空氣。

\* CS<sub>2</sub>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 2。

#### 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 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 3 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 <sub>2</sub>	2.62	1.73
tulene	7.18	3.83

---

(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 <sub>1</sub> (%)
toluene	100	1.14~4.59	0.43~1.73	95	1.8

### 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)

---

toluene 173.40-0.000087d 0.011 2

---

□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  $\mu\text{L}$  之注射器先以溶劑 ( $\text{CS}_2$ ) 沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 mL 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  $\mu\text{L}$ 。

6.9 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<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 本分析方法是沿革下列諸方法而成，P&CAM 127:toluene。當分析複雜的碳氫化合物(< C<sub>10</sub>)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：甲苯

脫附：1 mL CS<sub>2</sub>, 放置 30 分鐘

注射量：2  $\mu\text{L}$

溫度 注射器：225°C

偵測器：250°C

管 柱：步驟 9.1.3

載流氣體：N<sub>2</sub>或 He , 25 mL/min

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

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub>

範圍和精密度偏差(CV<sub>i</sub>)：表 3

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 (CS <sub>2</sub> )	3.0	1.6	2.4
toluene	17	6.5	2.6

□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 2 和表 3 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 3 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

儀器	測試 1*		測試 2
	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 <sub>1</sub> 值	平均脫附效率	平均 CV <sub>1</sub> 值
Toluene	96.32%	0.63%	100.51%	2.08%

\* 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。

toluene 於 200ppm 濃度下，以 200 mL/min 流速進行六個樣品之採樣破出測試，benzene 經採樣四小時均未有破現象產生 toluene 於 267 分鐘有 5% 破出，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"；第四界環境分析

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 (C<sub>5</sub>-C<sub>8</sub>), 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，行政院勞工委員會，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 容許濃度 (ppm) [8-12, 14-15]

化合物	OSHA			NIOSH		ACGIH		勞委會 mg/m <sup>3</sup> =per ppm	
	TWA	C	Peak	TWA	C	TLV	STEL	TWA	@ NTP
toluene	100	150	500	100	150	100	150(skin)	100	3.77

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 2 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
	體積(L)			

	流速 (L/min)	最低量	最高量	體積 b (L)	濃度 (mg/m <sup>3</sup> )	濃度範圍 (mg/m <sup>3</sup> )	偏差 (%)	精密度 (CV <sub>T</sub> )
boluene	≤0.20	2	8	11.9	2294	548-165	3.8	0.052

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 3 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 <sub>T</sub> )	氣體	流速 (mL/min)	溫度 (°C)	長度 (m)	直徑 (mm)	填充物 c
toluene	1.13-4.51	0.011	N2	50	155	0.9	3.2	D

a：注射量：5.0  $\mu$ L; 脫附劑量：1.0  $\mu$ L

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

甲苯(Hydrocarbons, BP 80-145°C)

採樣及分析流程圖

