

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

<p>分子式：C<sub>7</sub>H<sub>8</sub></p> <p>分子量：92.14</p>	<p>Toluene</p> <p>參考資料：NIOSH 1500, 1501 (2/15/84)</p> <p>編輯日期：06/05/92</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：表 1</p> <p>NIOSH：表 1</p> <p>ACGIH：表 1</p> <p>勞委會：表 1</p>	<p>基本物性：</p> <p>密度：0.867 g/mL @20°C</p> <p>沸點：110.6°C</p> <p>蒸氣壓：3.8 KPa(28.4 mmHg)</p>
<p>化合物：toluene(甲苯); methyl benzene; CAS #108-88-3</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)</p> <p>流速／採樣量：表 2</p> <p>樣品運送：密封</p> <p>樣品穩定性：未測定</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p> <p>原料樣品：1~10 mL，</p> <p>和樣品分開貯存於不同的運輸箱中</p>	<p>方法：GC/FID</p> <p>分析物：碳氫化合物，如上述</p> <p>脫附：1 mL CS<sub>2</sub>，放置 30 分鐘以上</p> <p>注射量：2μL</p> <p>溫度－注射器：步驟 6.4</p> <p>偵測器：步驟 6.4</p> <p>管柱：步驟 6.4</p>
<p>準 確 度</p>	

<p>範圍：表 2</p> <p>偏差：表 2</p> <p>全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：表 2</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 CS<sub>2</sub> 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(CV<sub>1</sub>)：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：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 預先純化的氮氣或氬氣。
  - 1.4 預先純化的氫氣。
  - 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
toluene	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  $\mu$ L 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 mL 溶劑後，吸入 0.2  $\mu$ L 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2  $\mu$ L 樣品後，在空氣中後退 1.2  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ 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 m×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>1</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 <sup>17</sup>	6.5	6.5	2.6	6.5

□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

	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 <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"; 第四屆環境分析





	流速	最低量	最高量	體積 b	濃度	濃度範圍	偏差	精密度
	(L/min)							
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	精密度偏差	氣體	流速	溫度	長度	直徑	填充物 c
	(mg)	(CV <sub>i</sub> )		(mL/min)	(°C)	(m)	(mm)	
toluene	1.13-4.51	0.011	N2	50	155	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

甲苯(Hydrocarbons, BP 80-145°C)

採樣及分析流程圖

