

2333(等級) 硝基甲苯

nitrotoluene

編輯日期：12/02/2003

容許濃度

勞委會：2 ppm(皮)[9]

OSHA：5 ppm(皮)

NIOSH：2 mg/m³(皮)

ACGIH：2 mg/m³(皮)

(1 ppm = 5.61 mg/m³ @ NTP)

基本物性

物態：見表 1

沸點：見表 1

熔點：見表 1

蒸氣壓：見表 1

參考資料：NIOSH 2005 (5/15/1984)[1]

分子式：CH₃C₆H₄NO₂

分子量：137.14

別名：o-,m-及 p-methyl nitrobenzene

CAS No.：見表 1

RTEC No.：見表 1

採	樣 [1]	分	析
採樣介質：矽膠(150 mg/75 mg)		儀器：GC/FID	
流 率：0.01~0.2 L/min		分析物：硝基甲苯異構物(鄰位，間位，對位)	
採樣體積：最小 1 L@50 mg/m ³		脫 附：1 mL 甲醇，超音波水浴振盪 1 小時	
最大 30 L			
樣本運送：例行性		注射量：1 μL	
樣本穩定性：15天@4 °C 以下		溫 度—注入口：250 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需		—偵檢器：270 °C	
二個以上。		—管 柱：5 °C/min	
		70 °C —————▶ 50 °C	
		(2 min)	
		載流氣體：氮氣，6.67 mL/min	
準 確 度 [2]		管柱：30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT，	
		DB-WAX，膜厚 1.0 μm	
範 圍：鄰-硝基甲苯1.97~9.86 mg/m ³ (30 L)		標準樣本：分析物溶於甲醇中	
偏 差：-12.0%		檢量線範圍：0.0058~1.62 mg/mL	
總變異係數(CV _T)：14.2%		可量化最低量：0.0058 mg/樣本	
準 確 度：±21.1%		分析變異係數(CV _a)：3.3 %	
適用範圍：採集 25 L 空氣樣本，其有效分析濃度範圍為 0.25~52 mg/m ³ (0.4~9 ppm)。			
干 擾：高濕度狀況的採樣，會大幅降低破出體積。			
安全衛生注意事項：對硝基甲苯危害性分類為6.1(毒性物質)。在健康危害效應上會影響血液的攜氧功能，造成皮膚發紺，症候可能延遲發生。而暴露症狀主要是皮膚變藍、不安、頭暈、噁心、虛弱、呼吸困難、困倦、失去意識、脈搏加速等症狀。操作時小心，不要進入眼睛，及與皮膚或衣物接觸。			
註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。			

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：甲醇 (層析分析級)。
- 1.2 分析物：硝基甲苯(鄰位，間位，對位) (試藥級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：矽膠管(150 mg/75 mg)，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣介質[10]。
- 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 1mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10、100 μ L 之微量注射針筒。
- 2.7 10 mL量瓶。
- 2.8 超音波振盪器

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之採樣[10]。
- 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。應採集的空氣體積約 1~30 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)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「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之脫附效率 [10]。

4.1.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段的矽膠，丟棄之。

4.1.3 以微量注射器取適量的分析物2~10 μ L，直接注入前段的矽膠上。每樣品添加量對硝基甲苯約為0.014~0.056 mg。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封，冷藏靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.1.6 以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2 樣本脫附

4.2.1 打開矽膠管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之矽膠倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯泡綿，後段之矽膠倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑1 mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 以超音波振盪60分鐘後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管[10]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有1 mL甲醇脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為0.0058~1.62 mg/mL。

(註：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「勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇」之檢量線製作與品管[10]。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/FID
管柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT , DB-WAX 膜厚 1.0 μm
流率 (mL/min)	
空氣	20 psi*
氫氣	20 psi*
氮氣	6.67
溫度 (°C)	
注入口	250
偵檢器	270
管 柱	5 °C/min 70 □ —————> 150 □ (2min)

*測試實驗室僅提供氣體壓力資料。

6.2 大約滯留時間

化合物	滯留時間 (min)
甲醇	0.9
硝基甲苯	11.5

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度** (ppm)	相當採樣 體積 (L)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附 效率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
硝基甲苯	5	0.5~2.0	0.014~0.056	99.2	3.3

*採樣介質為使用SKC型號563矽膠管。

**勞委會民國84年6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) — 10 μL之注射針筒先以溶劑(甲醇)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約3 μL溶劑後，吸入約0.2 μL空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入2 μL樣本後，在空氣中後退約1.2 μL，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔2.0 μL。

(注意：若波峰面積超過配製標準溶液的線性範圍，以甲醇稀釋之，再分析，計算時將稀釋倍數算入)。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積(或高度)，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

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

式中：

C：空氣中有害物濃度 (mg/m³)

V：採集氣體體積 (L)

W_f：矽膠管採集介質前段所含分析物之質量 (mg)

W_b：矽膠管採集介質後段所含分析物之質量 (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。

8. 方法驗證

	鄰-硝基甲苯
儀 器	GC/FID
分析條件	
溫度 (°C)	
注入口	225 °C
偵檢器	250 °C
管 柱	85 °C 持續10分鐘
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	13.5
管 柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-WAX, 膜厚1.0 μm
平均脫附效率 (%)	102.0
CV _a (%)	2.8

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以驅動式注射針筒 (syringe drive method) 產生標準氣體，並於 30 °C, 80 % RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；o-nitrotoluene 測試濃度為 51 mg/m³，採集流率為 190 mL/min，經 240 分鐘後均未有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 30.4 L。在高濕環境採集 36 個樣本，進行 15 天樣本貯存穩定性測試，於冷藏下貯存樣本之回收率為 100 %。

10. 參考文獻

[1] NIOSH Manual of Analytical Methods, Cincinnati, Ohio, NIOSH Method 2005, 1984.

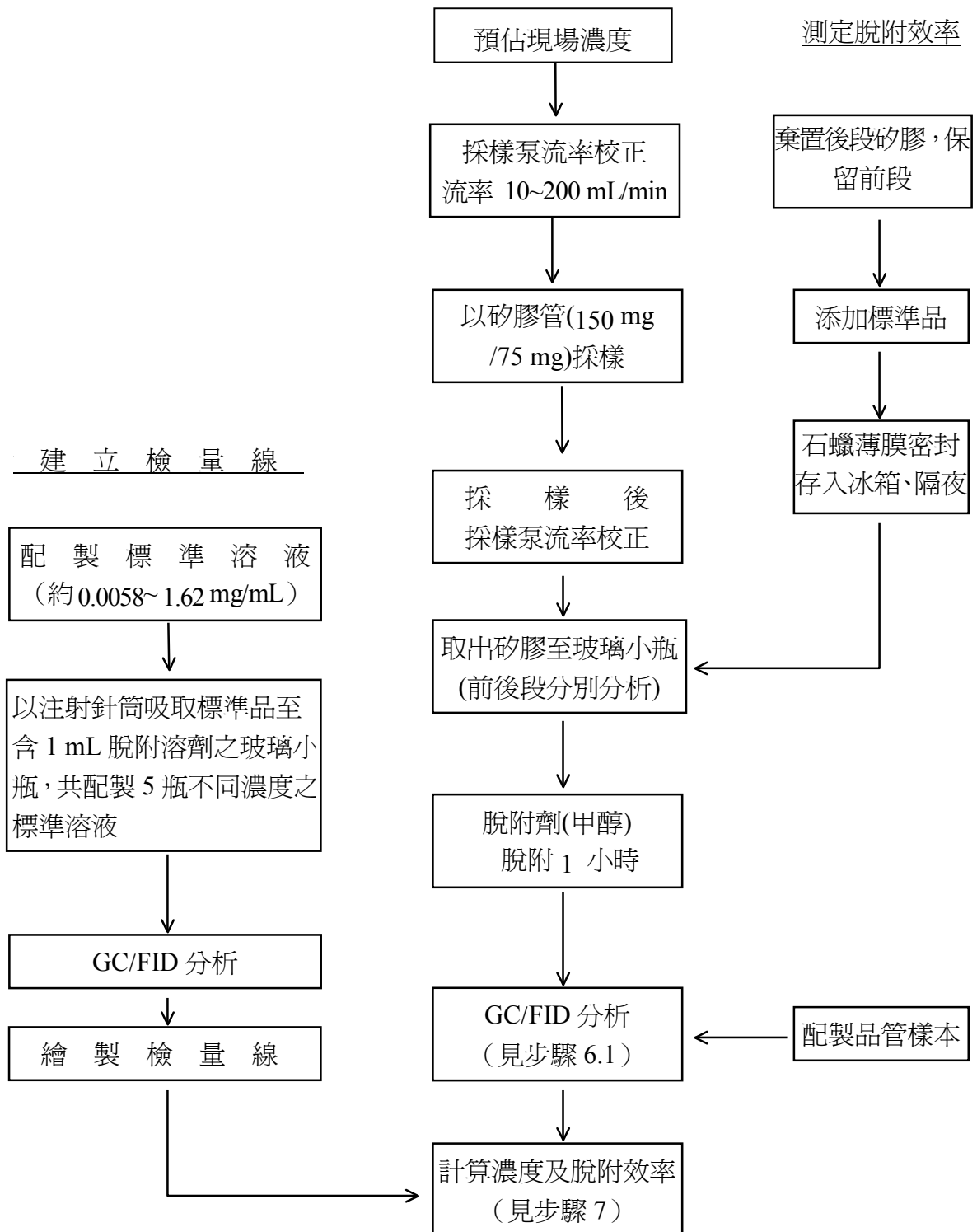
[2] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S217, S218 and S223, U.S.

Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-185, 1977, available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 3, S217, S218 and S223, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-157-C, 1977.
- [4] Occupational Diseases, A Guide to Their Recognition, revised ed., 235-238, 280-281, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-181, 1978.
- [5] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, Nitrobenzene, p-Nitrochlorobenzene and Nitrotolulene, U.S. Department of Health and Human Services, Publ., NIOSH 81-123, 1981, available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington, DS 20402.
- [6] Aldrich Catalog Handbook of Fine Chemicals, 1982-83, Milwaukee, WI 53233.
- [7] Riddick, J.A. and Bunger, W.B., Organic solvents, 3rd ed., John Wiley and Sons, New York, 1970.
- [8] UBTL, Inc., NIOSH Sequence #3386-K, NIOSH, unpublished, March 30, 1982.
- [9] 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 84 年 6 月。
- [10] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 84 年 12 月。

附註一 採樣分析流程圖

硝基甲苯 採樣及分析



8. 所參考分析方法之主要數據

8.1 本分析方法是綜合 S217, S218 及 S223[2,3] 諸方法而成。

8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

分析物：硝基甲苯

脫附：1 mL 甲醇，超音波水浴震盪 1 小時。

注射量：5 μ L，以 3 μ L 溶劑沖刷注射

溫度：— 注入口：150 $^{\circ}$ C

— 偵檢器：250 $^{\circ}$ C

— 管 柱：90 $^{\circ}$ C

載流氣體：氮氣，30 mL/min

管柱：3 m \times 2 mm ID 不銹鋼管，管內填充 5 % SE-30。

標準樣品：分析物溶於甲醇中

範圍：0.006~1.5 mg/樣本

預估偵測極限：0.0008 mg/樣本

分析精密度偏差(CV₁)：2.5 %

8.3 方法評估

NIOSH 標準方法 S223(鄰硝基甲苯)於 1975 年 12 月 19 日公佈。(脫附時沒有用超音波震盪，鄰-硝基甲苯的脫附效率為 103 %，在測試條件下之破出量(即矽膠管出口端之氣體濃度為測試氣體濃度之 5 %)，鄰硝基甲苯大於 2.5 mg，破出體積大於 47 L。

表 1 分析物基本物性[1,4,5,6]

化 合 物	CAS No.	RTEC No.	沸點,°C	熔點,°C	密度,g/mL @20°C	蒸氣壓@20°C Pa (mmHg)	g/m ³ =1ppm @NTP
鄰-硝基甲苯	88-72-2	XT3150000	222	-4	1.161	20 (0.15)	5.61
間-硝基甲苯	99-08-1	XT2975000	232	16	1.158	20 (0.15)	5.61
對-硝基甲苯	99-99-0	XT3325000	238	52	1.163	17 (0.12)	5.61

註 1：於 1 大氣壓，20 °C 下，鄰-硝基甲苯及間-硝基甲苯為黃色液體，對-硝基甲苯為黃色固體。