

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA5023

甲基丙烯酸甲酯 Methyl methacrylate

容許濃度	參考資料：NIOSH 2537 (8/15/94)[1]
勞委會：100 ppm	分子式：C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> ；CH <sub>2</sub> C(CH <sub>3</sub> )COOCH <sub>3</sub>
OSHA：100 ppm	分子量：100.12
NIOSH：100 ppm	別名：methacrylic acid methyl ester
ACGIH：100 ppm	CAS No：80-62-6
(1 ppm=4.10mg/m <sup>3</sup> )	RTECS No.:OZ5075000
基本物性：	
液態：密度0.94g/mL@20°C	
沸點：100°C	
熔點：-48.2°C	
蒸氣壓：4.7kpa(35mmHg)@20°C	
爆炸範圍：1.7~8.2%(v/v in air)	

採	樣	分	析
採樣介質：XAD-2管(400mg/200mg)		方法：GC/FID	
流率：30~50mL/min		分析物：甲基丙烯酸甲酯	
採樣體積：最小 1 L		脫附：2mLCS <sub>2</sub> ，放置30分鐘	
最大 6.4 L		注射量：5 μL	
樣品運送：例行性		溫度—注入口：200°C	
樣品穩定性：15天，室溫		—偵檢器：220°C	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		—管柱：35°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 50°C	
	準確度 [1]	(2分) (2分)	
範圍：193~725mg/m <sup>3</sup>		載流氣體：氮氣，30mL/min	
偏差：2.55%		管柱：玻璃管柱，10% Carbowax 20M on chromorb P-AW-DMCS	
總變異係數值(CVT)：6.3%		60/80,2m× 2mm ID。	
總準確度：12.6%		標準樣品：分析物溶於CS <sub>2</sub> 中	
		檢量線範圍：0.05~0.7mg/mL	
		可量化最低濃度：0.05mg/mL	
		分析變異係數(CVa)：3.9%	

適用範圍：在20°C~24°C，壓力為762mmHg下，3L的空氣樣品，本分析方法的有效濃度範圍是193-725 mg/m<sup>3</sup>。

干擾：在儀器操作條件下，若含有相同滯留時間之化合物，必需以另一支層析管柱加以鑑別。

安全衛生注意事項：1.甲基丙烯酸甲酯危害性分類為第三類易燃液體。

2.CS<sub>2</sub>有毒易燃(閃火點=-30°C)，準備樣品及標準品時需在通風良好的氣櫃中進行。

### 1.試藥

1.1 脫附劑：CS<sub>2</sub>(層析級)，可內含合適的內標物。

1.2 分析物：甲基丙烯酸甲酯，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：XAD-2管(400mg/200mg)，見通則之採樣介質。

2.2 個人採樣泵：流率約30~50 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 5mL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 5、10、25及100  $\mu$ L之注射針筒。

2.7 10 mL量瓶。

### 3.採樣

3.1 個人採樣泵連結XAD-2管，進行流率校正，見通則之採樣。

3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為30~50 mL/min。應採集的空氣體積約1~10L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

### 4.脫附效率測定及樣品脫附

#### 4.1 脫附效率測定

4.1.1 見通則之脫附效率。

4.1.2 將XAD-2管兩端切開，倒出後段的XAD-2，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的XAD-2樹脂上。添加量為 0.14~0.56 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。

5.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

#### 4.2 樣品脫附

4.2.1 打開XAD-2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，前段之樹脂倒入5mL的玻璃小瓶中。取出分隔聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之樹脂倒入另一5mL的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 2mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 放置30分鐘，偶爾搖動。

### 5.檢量線製作與品管

#### 5.1 檢量線製作

5.1.1 見通則之檢量線製作與品管。

5.1.2 加已知量的標準品於含有10mL脫附劑的量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為0.05~0.7mg/mL。

(註：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 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

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 見通則之檢量線製作與品管。

### 6.儀器分析

#### 6.1 儀器分析條件

	條件
儀器	GC/FID
管柱	2m $\times$ 2mm ID玻璃管柱，10% carbowax 20M on chromosorb P-AW-DMCS(60/80)
流率(mL/min)	
空氣	300
氫氣	30
氮氣	30
溫度( $^{\circ}$ C)	
注入口	200
偵檢器	220
管柱	35 $^{\circ}$ C (2分) $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 50 $^{\circ}$ C (2分)

註：以Varian 3700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 大約滯留時間(retention time)

化合物	滯留時間(分鐘)
-----	----------

CS2	0.3
甲基丙烯酸甲酯	1.7

### 6.3 脫附效率\*

化合物	容許濃度** (ppm)	相當採樣體積 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
甲基丙烯酸甲酯	100	0.34~1.34	0.14~0.56	94.5	3.9

\*採樣濾紙為SKC 批號120活性碳管。

6.4 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 μL之注射針先以溶劑(CS2)沖刷數次濕潤針管與活塞，取1 μL溶劑後，吸入0.2 μL空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入5 μL樣品後，在空氣中後退1.2 μL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔1.9~2.1 μL。

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

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

C：空氣中有害物濃度(mg/m3)

V：採集氣體體積(L)

Wf：前段XAD-2管所含分析物之質量(mg)

Wb：後段XAD-2管所含分析物之質量(mg)

Bf：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

Bb：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(Wb) > (Wf/10)即表破出，樣品可能有損失。

### 8.方法驗證

	測試1	測試2
儀器	GC/FID(HP5890)	GC/FID(Hitachi 263-30)
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	225°C	225°C
偵檢器	250°C	250°C
管柱	55°C 持續4分鐘	65°C 持續4分鐘
流率		
空氣	400 mL/min	400 mL/min
氫氣	33 mL/min	40 mL/min
氮氣	12 mL/min	10 mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-WAX 30Mx 0.53mmID	fused silica WCOT DB-624 30Mx 0.53mmID
平均脫附效率	95.1%	94.8%
CVa	1.9%	1.1%

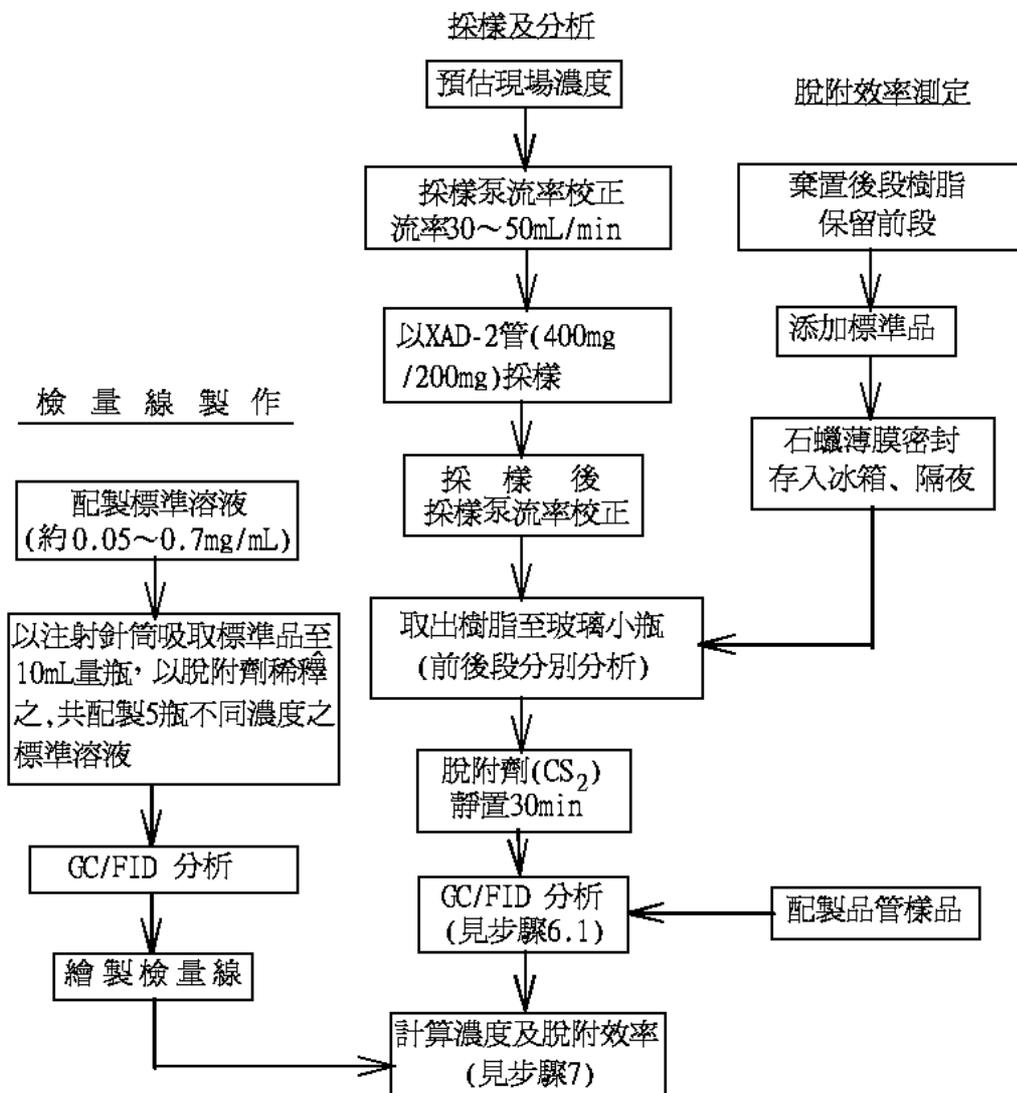
### 9.高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以注射針驅動式法產生標準氣體，並於30°C，80%RH高濕環境下進行6個樣品之破出測試；甲基丙烯酸甲酯測試濃度為193 ppm，採集流率為50mL/min，經193.5分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為6.4L。在高濕環境採集36個樣品，進行15天樣品貯存穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為96%，於冷藏下貯存樣品之回收率為100%。

### 10.文獻

[1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2537.1994.

- [2] "勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準", 行政院勞工委員會, 民國84年6月。
- [3] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.
- [4] Tanguay, James F., Method Modification Efforts for Methyl Methacrylate, NIOSH, DPSE, MRSB,(unpublished, 1988).
- [5] Backup Data Report for Methacrylate,S43, prepared under NIOSH Contract 210-76-0123, 1979.
- [6] Tanguay, James F., Method Development Efforts for Ethyl Methacrylate, NIOSH, DPSE, MRSB,(unpublished, 1989).
- [7] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 6, S43, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 80-125, 1980.
- [8] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Occupational Hazards, 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, DC 20402.
- [9] NIOSH Research Report Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services Publ.(NIOSH) 80-133, 1980.
- 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 S43分析方法而成。
- 2.儀器分析條件：

方法：GC/FID

脫附：2mLCS<sub>2</sub>，放置30分鐘

注射量：2  $\mu$ L

溫度—注入口：220°C

—偵檢器：230°C

—管柱：100°C

管柱：3m $\times$  0.25mm ID DB-1；1  $\mu$ m film fused silica capillary

標準樣品：分析物溶於CS<sub>2</sub>

測試範圍：0.03~1 mg/樣品

分析變異係數(CVa)：0.7%

預估偵測極限：0.01 mg/樣品

—