

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號 1509 等級 A

審查日期: 99 年 11 月 17 日

N,N-二甲基乙醯胺

Dimethylacetamide

容許濃度

參考資料: NIOSH 2004 8/15/1994 [1]

勞動部: 10 ppm(皮膚)

OSHA: 10 ppm(皮膚)

分子式: $\text{CH}_3\text{CON}(\text{CH}_3)_2$, $\text{C}_4\text{H}_9\text{ON}$

NIOSH: 10 ppm(皮膚)

ACGIH: 10 ppm(皮膚)

分子量: 87.12

(1ppm=3.56 mg/m³ @ NTP)

基本物性:

別名: N, N-dimethylacetamide;

液態, 密度 0.937 g/mL @ 25 °C

acetyldimethylamine; DMAC

沸點: 164.5~166 °C

熔點: -20 °C

CAS No.: 127-19-5

蒸氣壓: 1.5 mmHg @ 20 °C

閃火點: 70 °C

RTECS No.: AB7700000

爆炸範圍: 1.8~11.5 %

採	樣	分	析
採樣介質: 矽膠管 (150 mg / 75 mg)		儀器: GC/FID	
流 率: 10 ~ 200 mL / min		分析物: Dimethylacetamide	
採樣體積: 最小 15 L @ 30 mg/m ³		脫附: 1 mL 甲醇, 放置 30 分, 偶爾輕微搖動	
最大 32 L		注射量: 1 µL	
樣本運送: 例行性		溫度 - 注入口: 230 °C	
樣本穩定性: 28 天, 室溫		- 偵檢器: 250 °C	
現場空白樣本: 每批樣本數的 10 % , 至少		- 管 柱: 105 °C (恒溫)	
需二個以上		載流氣體: 氮氣, 15 mL / min	
準 確 度 [1]		管柱: Stabilwax	
範 圍: 18 ~ 105 mg / m ³ (45 L)		60 m × 0.53 mm ID, 1 µm 毛細管柱	
偏 差: -0.8 %		標準樣本: 分析物溶於甲醇中	
總變異係數(CV _T): 6.7 %		檢量線範圍: 0.047~5.62 mg / mL	
準確度(overall accuracy): ±11.7 %		可量化最低量: 0.047 mg/樣本	
		分析變異係數(CV _a): 3.18 %	

適用範圍[1]: NIOSH 方法是以 50 L 的空氣為樣本時, 有效分析範圍 10 ~ 80 mg / m³。在超過此分析範圍時, 可降低其偵測極限。矽膠管對水具有高親和力, 當相對濕度較高時會影響分析物的吸附效率。

干 擾[1]: 未確認。改變分離條件(管柱、溫度等)可能會避免干擾問題, 可使用相同材質管柱分析, 例如, DB WAX 30 m × 0.32 mm ID, 0.5 µm 之毛細管柱。

安全衛生注意事項[1]: 甲醇具有可燃性、易燃及爆炸的危險, 經由食入及吸入會產生毒性。N,N-二甲基乙醯胺對皮膚及組織有強烈刺激性, 且具有火災危害。

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(分析級)。
- 1.2 分析物：N,N-二甲基乙醯胺(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：矽膠管(150 mg / 75 mg)，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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)。
- 2.4 1.8 mL 及 4 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL、2.5 mL 及 5 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L 到 500 μ L 之微量注射針。
- 2.7 10 mL 量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，進行流率校正，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。
- 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，應採集的氣體積約 15 ~ 32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

- 4.1 脫附效率測定

4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

4.1.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段的矽膠，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量為

0.703 ~ 2.81 mg。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

4.2.1 打開矽膠管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃

綿丟棄，前段之矽膠倒入 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔

綿，後段之矽膠倒入另一個 1.8 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 放置 30 分，偶爾輕微搖動。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

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約為 0.047 ~ 5.62 mg / mL。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一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積(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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3」。

6 儀器分析

6.1 儀器分析條件

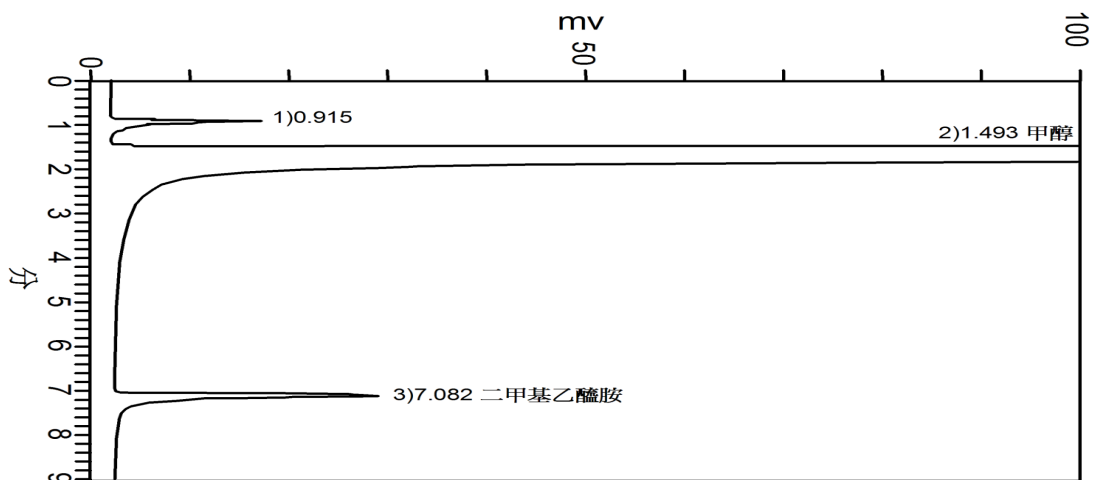
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	Stabilwax 60 m × 0.53 mm ID , 1 μm
流率 (mL / min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	15
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	105(恒溫)

註：以 SHIMADZU GC-14A 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)
甲醇	1.76
N,N-二甲基乙醯胺	7.08

6.3 分析圖譜



6.4 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體積(L)	脫附量 (mg/樣本)	平均脫附 效率(%)	分析變異係數 CVa (%)
N,N-二甲基乙醯胺	10	19.7~78.8	0.702~2.81	84.2	2.89

* 採樣介質為 SKC 226-10(150 mg/75 mg)矽膠管(Lot 6112)。

6.5 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)注射 1 μL 樣品溶液。

6.6 以波峰面積(或高度)，自檢量線求出濃度×脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

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 : 採樣氣體體積(L)

W_f : 前段矽膠管所含分析物之質量(mg)

W_b : 後段矽膠管所含分析物之質量(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，應於報告中註明。

8.方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	GC/FID(SHIMADZU 14A)	GC/FID(Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵測器	250	250
管 柱	105(恒溫)	105(恒溫)
流率(mL / min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	15	15
管柱	Stabilwax , 60 m×0.53 mm ID , 1 μm	DB-WAX , 30m× 0.25 mm ID , 0.25μm
檢量線範圍 (mg / mL)	0.047~5.62	0.047~5.62
線性相關係數	0.999**	0.999
平均脫附效率 (%)	84.2*	90.1
CVa (%)	3.18*	1.28
滯留時間(分)	7.08	4.93

* 詳見表 1

** 本檢量線為多段迴歸，共有 2 條檢量線，r 值分別為 0.999 及 0.999

9.高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於 $30 \pm 3^\circ\text{C}$ ， $80 \pm 5\%$ RH 高濕環境

下進 6 個樣本之破出測試；N,N-二甲基乙醯胺測試濃度為 19.6 ppm，採樣流率為 200 mL /

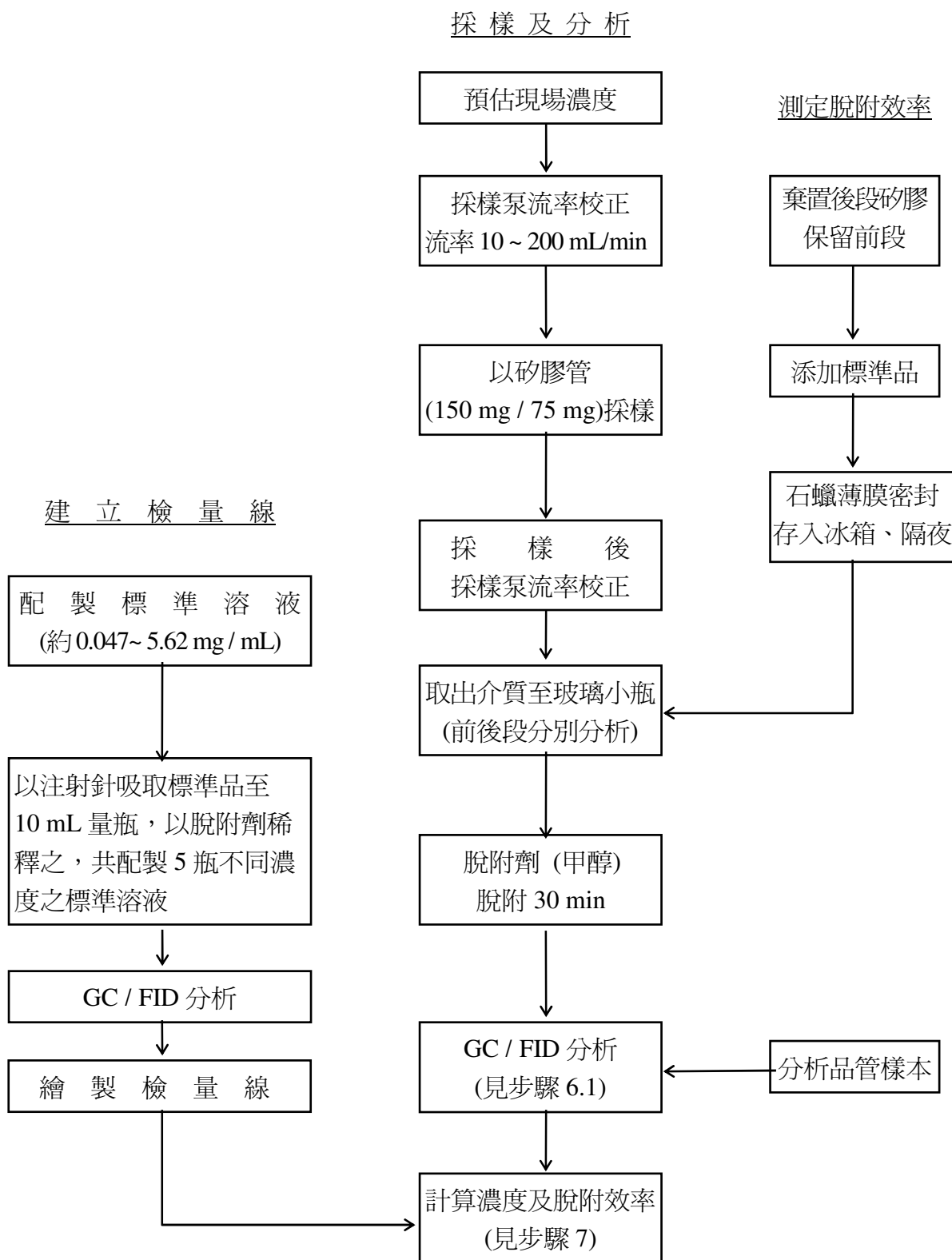
min，經 240 分後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

在高濕環境採集 30 個樣本，進行 28 天樣本貯存穩定性測試，室溫貯存樣本 7 天之相對回收率為 96.5 %，14 天相對回收率為 99.8 %，21 天相對回收率為 100.0 %，28 天相對回收率為 102.0 %；於冷藏樣本下貯存 7 天之相對回收率為 96.5 %，14 天相對回收率為 99.1 %，21 天相對回收率為 101.1 %，28 天相對回收率為 101.1 %，表示樣本可穩定貯存於室溫下 28 天，詳見表 2。

10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2004, 1994.
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，107年3月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國108年7月。

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 NIOSH2004 第四版分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC / FID

脫 附：1 mL 甲醇，超音波振盪 60 分

注射量：5 μ L

溫 度-注入口：240 $^{\circ}$ C

-偵檢器：320 $^{\circ}$ C

-管 柱：140 $^{\circ}$ C(恒溫)

管 柱：玻璃管柱，1.5 m \times 6-mm OD，10 % UCON 50-HB-5100，

2 % KOH 填充 100 / 120 mesh Chromosorb WHP

載流氣體：氮氣，50 mL / min

標準樣本：N,N-二甲基乙醯胺溶於甲醇。

測試範圍：0.5 ~ 4 mg / 樣本

估計偵測極限：0.05 mg / 樣本

分析變異係數(CV_a)：3.2 %

表 1 回收率(或脫附效率)

	介質空白	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
	分析量 (mg)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)
1	0	0.703	0.597	85.0	1.41	1.21	86.1	2.81	2.22	78.9
2	0	0.703	0.616	87.7	1.41	1.21	85.9	2.81	2.24	79.5
3	0	0.703	0.596	84.8	1.41	1.19	84.8	2.81	2.25	80.0
4		0.703	0.587	83.5	1.41	1.25	89.1	2.81	2.32	82.5
5		0.703	0.549	78.1	1.41	1.22	86.5	2.81	2.34	83.2
6		0.703	0.632	89.9	1.41	1.24	88.3	2.81	2.28	81.0
平均值			0.596	84.8		1.22	86.8		2.27	80.9
標準偏差			0.0283			0.0222			0.0477	
變異係數			4.75			1.82			2.10	

相當採樣體積 40 L

三種添加量之平均回收率(或平均脫附效率)=84.2 %

分析變異係數(CV_a)=3.18 %

表 2 樣本儲存穩定性測試

樣本 測試日	冷 藏 (4°C)						室 溫 (27°C)						備註
	X_1 (mg)	X_2 (mg)	X_3 (mg)	\bar{X} (mg)	相對 回收率 (%)	S D (mg)	X_1 (mg)	X_2 (mg)	X_3 (mg)	\bar{X} (mg)	相對 回收率 (%)	S D (mg)	
第 1 天	1.40	1.40	1.40	1.40	100.0	0.0038	1.40	1.39	1.39	1.40	100.0	0.0046	
第 7 天	1.34	1.36	1.36	1.35	96.5	0.0093	1.37	1.34	1.34	1.35	96.5	0.016	
第 14 天	1.37	1.39	1.40	1.39	99.1	0.019	1.39	1.38	1.41	1.39	99.8	0.017	
第 21 天	1.44	1.42	1.39	1.42	101.1	0.023	1.43	1.45	1.40	1.43	102.0	0.027	
第 28 天	1.42	1.40	1.43	1.42	101.1	0.012	1.39	1.40	1.40	1.40	100.0	0.0038	

1. 樣本添加量(X_0)=1.41 mg, 第 1 天冷藏測試回收率(\bar{X}/X_0) 99.6 % , 第 1 天室溫測試回收率(\bar{X}/X_0) 99.4 % 須 ≥ 75 % 。

2. 第 7 天以後測試結果的平均值應在第 1 天測試平均值的 90 ~110 % , 否則停止測試, 並以上回測試日為樣品穩定儲存天數, 若長於 28 天, 則以 28 天為最長之可穩定儲存天數。測試數據應一併註明 4 °C 或室溫。