

行政院勞工委員會
勞工安全衛生研究所採樣分析參考方法

RM010A	N,N-二甲基苯胺	N,N-DIMETHYLANILINE	12/04/1996
容許濃度		參考資料：NIOSH 2002	8/15/1994[1]
勞委會：5 ppm[2]			
OSHA：5 ppm,皮膚		分子式：C ₆ H ₅ N(CH ₃) ₂ ，C ₈ H ₁₁ N	
NIOSH：5 ppm(皮膚)；STEL 10ppm			
ACGIH：5 ppm(皮膚)；STEL 10ppm (1ppm= 4.95 mg/m ³ ，@NTP)		分子量：121.18	
基本物性：		別名：N,N-Dimethylbenzeneamine	
液態，密度 0.956 g/mL@20°C			
沸點：192°C		CAS No.：121-69-7	
熔點：2°C			
蒸氣壓：<0.1kPa(<0.5 mm Hg)@20°C		RTECS No.：BX4275000	
爆炸範圍：_~_% (v/v in air)			

採	樣	分	析
採樣介質：活性炭管(100 mg/ 50 mg)		方 法：GC/FID	
流 率：20~1000 mL/min		分析物：Dimethylaniline	
採樣體積：最小 3 L[1]		脫附：1mL CS ₂ 脫附劑，放置 60 分鐘	
最大 30 L@10ppm		注射量：2μL	
樣品運送：例行性		儀器分析條件：	
樣品穩定性：15 天 4°C 冷藏		溫度 — 注入口：200°C	
現場空白樣品：每批樣品數的 10%，至少需 二個以上		— 偵檢器：250°C	
		— 管 柱：42°C $\xrightarrow[3\text{min}]{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 165°C (2min)	
準 確 度 [1]		載流氣體：氮氣，143mL/min	
範 圍：1.3~79 mg/m ³ (38L 樣品)		管柱：Fused silica, WCOT, DB-1, 30m x 0.53mm ID, 1μm	
偏 差：-7.9%		標準樣品：分析物溶於 CS ₂ 中	
總變異係數(CV _T)：9.0%		檢量線範圍：0.02~0.23 mg/mL	
準確度：±16.0%		可量化最低濃度：0.02 mg/mL	
		分析變異係數(CV _a)：0.92%	

適用範圍[1]：38L 的空氣樣品，本方法之有效分析範圍是 1.3~79mg/m³。方法可用於 10 分鐘之最高濃度測量。本方法作適度修正亦可用於 vulcanized rubber 製造廠 aniline 及 o-toluidine 之分析。若以 GC/NPD 取代 FID，則分析敏感度將可提昇。

干 擾[1]：未研究。

安全衛生注意事項：N,N-Dimethylaniline 及 CS₂ 均屬於第三類易燃液體，會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統；CS₂ 為第六類毒性物質；在操作使用該物質時，應於通風良好之氣櫃中進行，並配戴護目鏡、防毒口罩及防護手套。

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：CS₂*(層析級)，內含 0.1%(v/v) n-Hexane 內標定品。

1.2 分析物：N,N-二甲基苯胺**(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：活性碳管（100 mg/50 mg），見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。

2.2 個人採樣泵：流率約 20~1000 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 1 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10、25、50、100 μL 之注射針筒。

2.7 量瓶。

2.8 超音波振盪器。

3.採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[3]。

3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 20~1000 mL/min，應採集的空氣體積約 3~30L。

3.3 將樣品加蓋密封後運送。

4. 脫附效率測定與樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之脫附效率”[3]。

4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.038～
0.152 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。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，
前段之活性碳倒入 2mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後
段之活性碳倒入另一個 2mL 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 以超音波振盪器振盪 60 分後測定。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

5.1.2 以注射針筒直接注入含有 1mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約
為 0.02～0.23 mg/mL。

（註：至少應配製 5 種不同濃度，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 以波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

6 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	Fused silica, WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1µm	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	14.4	
溫度 (°C)		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管柱	42°C (3min) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 165°C (2min)	

註：以 HP5890 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

化合物	滯留時間 (分鐘)
CS ₂	1.4
n-Hexane	2.4
N,N-Dimethylaniline	8.5

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/sample)	平均回收 效率(%)	分析變異係 數 CVa(%)
N,N-dimethylaniline	5	1.53-6.14	0.038-0.152	84.0	0.92

* 採樣介質為：SKC 226-01，Lot 120 活性碳管，採樣介質可使用其他廠牌的同級品。

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)——利用 10 μ L 之注射針筒先以溶劑(CS₂)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約 3 μ L 溶劑後，吸入約 0.2 μ L 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 μ L 樣品後，在空氣中後退約 1.2 μ L，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 μ L。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積，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)

W_f：前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b：後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > (W_f/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	GC/FID
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	150°C	200°C
偵檢器	250°C	250°C
管 柱	110°C持續 5 分鐘	110°C $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{min}}$ 160°C (2min) \rightarrow (2min)
流率(mL/min)		
空氣	400	412
氫氣	36	46
氮氣	8.5	11.0
管柱	Fused silica, WCOT, DB-1, 30m \times 0.53mm ID, 1 μ m	Fused silica, WCOT, DB-1, 30m \times 0.53mm ID, 1 μ m
平均脫附效率	85.9%	86.5%
CVa	2.2%	1.9%
滯留時間	3.5 分鐘	4.9 分鐘

*未使用內標

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法(syringe pump drive method)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；二甲基苯胺測試濃度為 10ppm，採集流率為 200mL/min，經 4 小時後，活性碳管未有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 30L。在高濕環境下採集 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 85%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 92%。

10.文獻

[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., (NIOSH) 77-185(1977), available as GPO Stock #107-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

[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] 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。

一般參考文獻

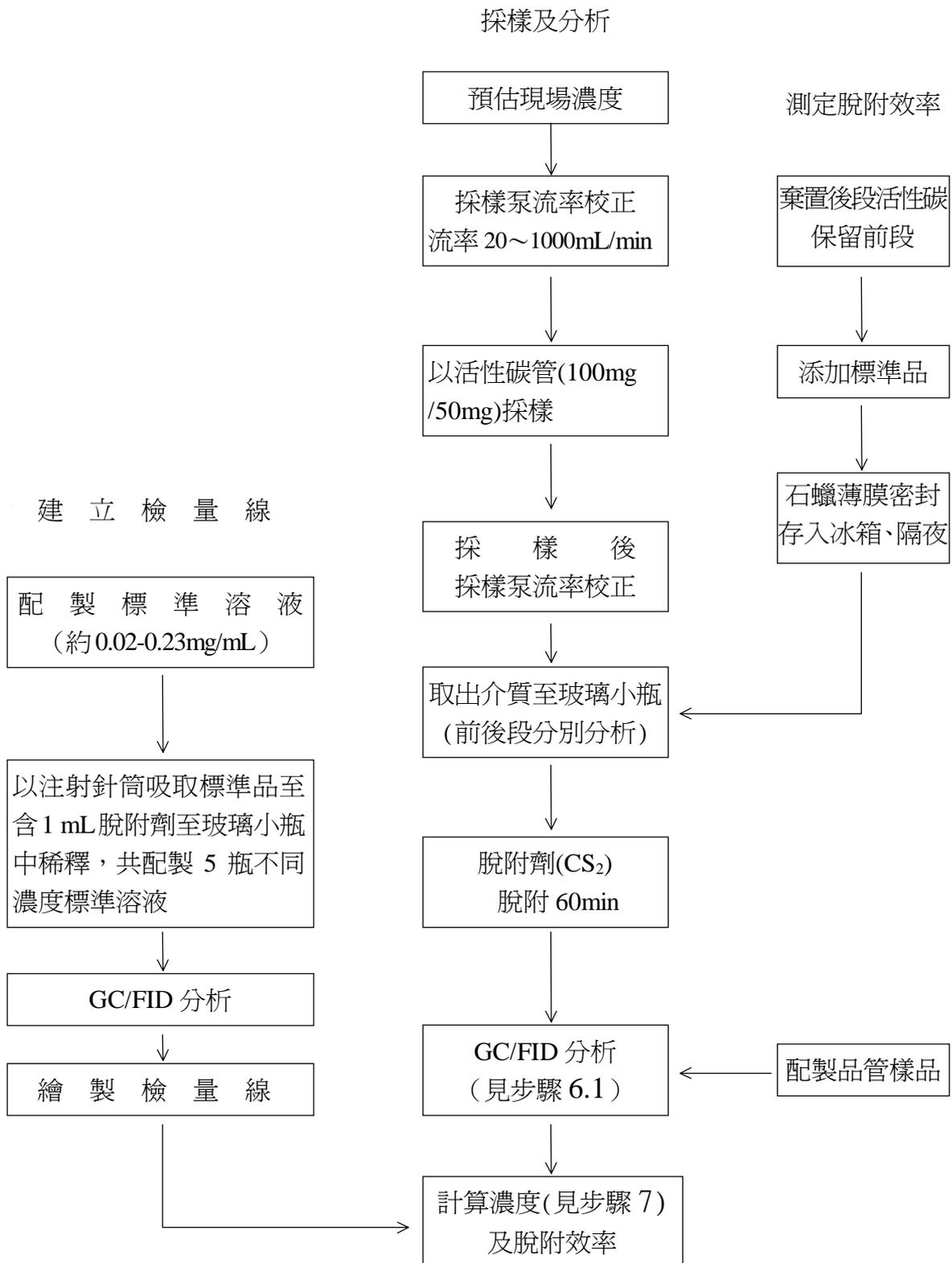
[4] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd ed., V.2, U.S. 3, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C(1977).

[5] Ibid., Vol.4, P&CAM 280, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175(1978).

[6] Campbell, E.E., G.O. Wood and R.G. Anderson. Los Alamos Scientific Laboratory Progress Reports LA-5104-PR, LA-5164-PR, LA-5308-PR, LA-5389-PR, LA-5484-PR and LA-5634-PR, Los Alamos, NM(November, 1972; January, 1973; June, 1973;August, 1973; December, 1973; and June, 1974).

[7] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, 1985.

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(VI) 2002 及 NIOSH(II) S164 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

NIOSH 2002 所建議採集 Dimethylaniline 之採集介質為 150mg/75mg 之矽膠管，而 NIOSH(II) S164 分析方法所建議之採集介質為活性碳管。

方 法：GC/FID

脫 附：1mL CS₂，置於超音波震盪器震盪 30 分鐘

注射量：5μL

溫 度—注入口：150°C

—偵檢器：250°C

—管 柱：100°C 持續 4 分鐘

管 柱：不鏽鋼管，0.6m× 3mm OD，填充 80/100 mesh Chromosorb 103

標準樣品：分析物溶於 CS₂ 中

測試範圍：0.24~0.99mg/樣品

分析變異係數 (CVa)：未測定

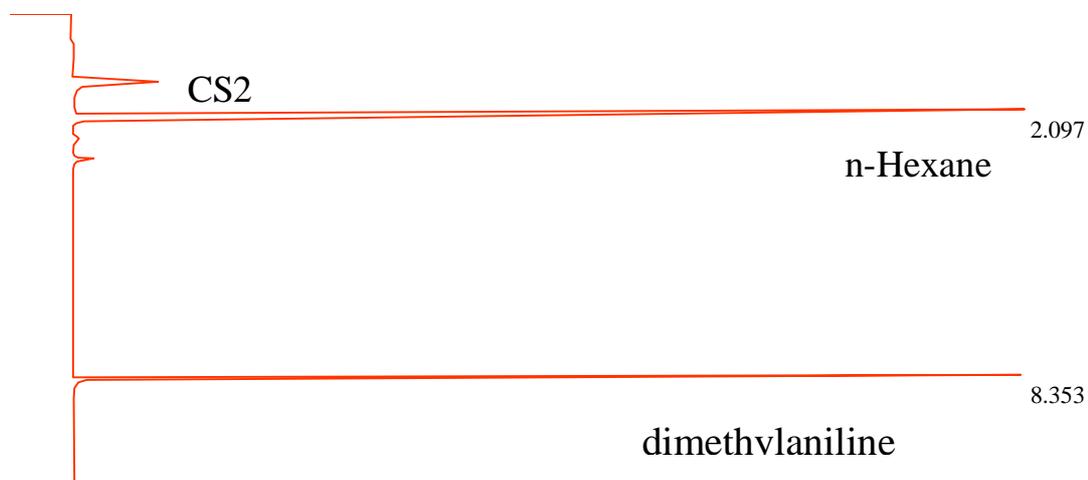
預估偵測極限：0.01mg/mL

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID		GC/FID		GC/FID	
分析條件		Fused silica WCOT DB-1, 30× 0.53mm ID, 1µm		Fused silica WCOT DB-1, 30m× 0.53mm ID, 1µm		Fused silica WCOT DB-1, 30× 0.53mm ID, 1µm	
溫度		200℃		150℃		200℃	
注入口		250℃		250℃		250℃	
偵檢器		42℃ $\xrightarrow[3min]{20^\circ C/分}$ 165℃ (2min)		110℃持續5分鐘		110℃ $\xrightarrow[2min]{30^\circ C/分}$ 160℃ (2min)	
管柱							
流率 (mL/min)		400		399.8		412	
空氣		33		35.8		46	
氫氣		14.4		8.5		11.0	
氮氣							
檢量線範圍		0.02-0.23mg/mL		0.02-0.16mg/mL		0.02-0.16mg/mL	
線性相關係數		0.9998		0.9998		0.9999	
平均脫附效率		83.9%		85.9%		86.5%	
分析變異係數		0.9%		2.2%		1.9%	
盲樣測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)
樣品一	0.0574	0.0583	1.57	0.0567	-1.22	0.0596	3.83
樣品二	0.0574	0.0598	4.18	0.0582	1.39	0.0552	-3.83
樣品三	0.0956	0.0947	-0.94	0.0923	-3.45	0.0757	0.10
樣品四							
平均							

二、分析圖譜及分析條件

1.圖譜



2.分析條件

	條	件
儀器	GC/FID (HP 5890)	
管柱	Fused silica, WCOT DB-1, 30m× 0.53 mm ID, 1μm	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	33	
氮氣	14.35	
溫度 (°C)		
注入口	200°C	
偵檢器	250°C	
管 柱	42°C (2min) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 165°C (3min)	

註：以 HP 5890 為例，亦可使用其他廠牌同級之儀器但分析條件需另訂之。

表二 脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)
1	0	0.038	0.032	83.0	0.076	0.064	83.6	0.153	0.128	84.4
2	0	0.038	0.032	84.8	0.076	0.064	84.1	0.153	0.129	85.1
3	0	0.038	0.031	82.8	0.076	0.064	84.5	0.153	0.128	84.5
4	0	0.038	0.032	84.3	0.076	0.064	84.1	0.153	0.128	84.2
5	0	0.038	0.032	83.6	0.076	0.063	82.9	0.153	0.125	82.5
6	0	0.038	0.032	83.7	0.076	0.064	84.3	0.153	0.129	85.0
平均值				83.7			83.9			84.3
變異係數				0.91			0.91			1.12

三個濃度之平均回收率=84.0%

分析變異係數 (CV_a)=0.92%

表三 儲存穩定性

儲存天數	N,N-二甲基苯胺相對回收率* (%) (添加量 = 0.076 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
3	100.3	99.2	100.1	98.4	97.8	98.4
6	99.5	98.5	98.6	95.6	94.1	95.4
9	96.4	97.5	94.7	93.2	92.4	90.6
12	95.3	91.6	95.4	86.9	85.9	85.7
15	90.7	89.8	94.5	84.3	82.4	86.9
平均	91.7			84.5		

* 指相對於第一天分析結果之回收率