

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：CLA1004(等級A)

對-第三丁基甲苯

p-tert-butyltoluene

編輯日期：2005.11.29

容許濃度

參考資料：NIOSH 1501 3/15/2003 [1]

勞委會：10 ppm [2]

OSHA：10 ppm

分子式：(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>CH<sub>3</sub>

NIOSH：10 ppm

ACGIH：10 ppm

分子量：148.25

(1 ppm = 6.1 mg/m<sup>3</sup>, @ NTP)

基本物性：

別名：1-tert-butyl-4-methylbenzene

液態，密度 0.861 g/mL @ 20°C

沸點：192.8 °C

CAS No.：98-51-1

蒸氣壓：0.7 mmHg @ 25°C

RTECS No.：XS8400000

採 樣	分 析
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)</p> <p>流 率：10 ~ 200 mL/min</p> <p>採樣體積：最小：1 L @ 20 ppm[1]</p> <p>最大：25 L</p> <p>樣本運送：例行性</p> <p>樣本穩定性：28天，室溫25°C</p> <p>現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二個以上</p>	<p>方 法：GC/FID</p> <p>分析物：對第三丁基甲苯</p> <p>脫 附：1 mL 二硫化碳，振盪30分鐘以上</p> <p>注射量：1 μL</p> <p>儀器分析條件：</p> <p>溫度—注入口：230°C</p> <p>—偵檢器：250°C</p> <p>—管柱：120°C</p>
<p>準 確 度 [1]</p> <p>範圍：32.46~129.86 mg/m<sup>3</sup>(20 L 空氣樣本)</p> <p>偏差：1.73%</p> <p>總變異係數 (CV<sub>T</sub>)：0.014</p> <p>準確度：±4.57%</p>	<p>載流氣體：氮氣，14.5 mL/min</p> <p>管柱：MTX-1</p> <p>30 m × 0.53 mm ID, 1 μm 毛細管柱</p> <p>標準樣本：分析物溶於二硫化碳中</p> <p>檢量線範圍：0.0056~2.8235mg/mL</p> <p>可量化最低量：0.0056 mg/sample</p> <p>分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：1.29%</p>

適用範圍：本方法可同時分析芳香族碳氫化合物，各種物質之相互影響會降低破出體積及影響脫附效率。

干擾：高濕度可能會降低破出體積，其他揮發性有機溶劑，例如醇類、酮類、酯類及鹵素族碳氫化合物存在可能會產生干擾。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳為有毒的易燃液體(閃火點=-30°C)，使用時需在通風良好的排煙櫃中進行，並穿戴適當的防護衣及手套。

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：二硫化碳(分析級)。
- 1.2 分析物：對-第三丁基甲苯(分析級)。
- 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「行政院勞工委員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 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 1.8 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10  $\mu$ L到50  $\mu$ L之微量注射針筒，刻度至0.1  $\mu$ L；1 mL的注射針筒，刻度至0.01 mL。
- 2.6 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「行政院勞工委員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 10~200 mL/min，應採集的空氣體積約1~25 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

## 4. 脫附效率測定及樣本脫附

### 4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「行政院勞工委員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，使開口與管徑同大，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 0.646~2.583 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 樣本脫附

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 1.8 mL 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 1.8 mL 的玻璃小瓶中。

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 以振盪器振盪 30 分後，進行分析。

## 5. 檢量線製作與品管

### 5.1 檢量線製作

5.1.1 見「行政院勞工委員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 以微量注射針筒將標準品直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.0056~2.8235 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「行政院勞工委員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

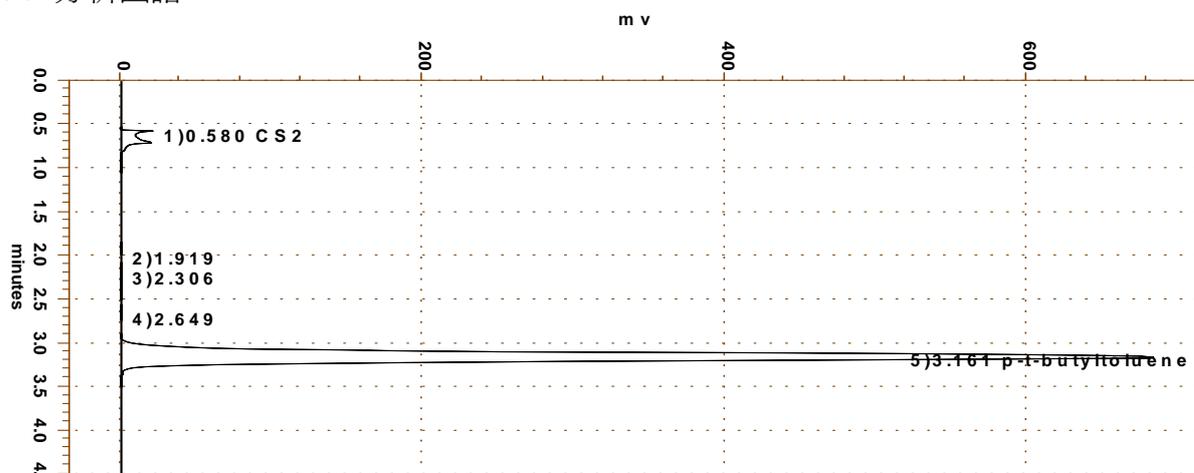
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	14.5
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	120

註：以SHIMADZU GC-14B爲例，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)
二硫化碳	0.58
對第三丁基甲苯	3.16

### 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/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
對第三丁基 甲苯	10	10.59-42.34	0.646~2.583	100.3	1.29

\* 採樣介質為SKC226-01 活性碳管(100 mg/50 mg)

\*\*民國92年12月勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準

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)——利用10  $\mu\text{L}$  之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取約3  $\mu\text{L}$ 溶劑後，吸入約0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1  $\mu\text{L}$  樣本後，在空氣中後退約1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔0.9 ~1.1  $\mu\text{L}$ 。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 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

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積（以 mL 為單位），得到每個樣本分析物的質量( W )。

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

C：空氣中有害物濃度 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

V：採集氣體體積 (L)

$W_f$ ：前段活性碳管所含分析物質量 (mg)

$W_b$ ：後段活性碳管所含分析物質量 (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

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID(HP6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	120	120
流率(mL/min)		
空氣	410	410
氫氣	38	38
氮氣	14.5	2.5
分流比	不分流	不分流
管柱	MTX-1 30 m × 0.53 mm ID, 1 μm	DB-1 30 m × 0.32 mm ID, 0.25 μm
檢量線範圍	0.0431~3.4400 mg/mL	0.0056~2.8235 mg/mL
線性相關係數	0.9989	0.9989
平均脫附效率	100.3 %	107.7 %
CV <sub>a</sub>	1.29 %	1.07 %
滯留時間	3.16 min	2.72 min

## 9. 高濕環境下破出測試與樣本貯放穩定性測試

本方法評估是以注射泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30°C，80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；對第三丁基甲苯測試濃度為20.91 ppm，採樣流率為200 mL/min，經190分鐘後，有破出現象產生，故建議最大採樣體積為25L。

## 10. 樣本貯放穩定性測試

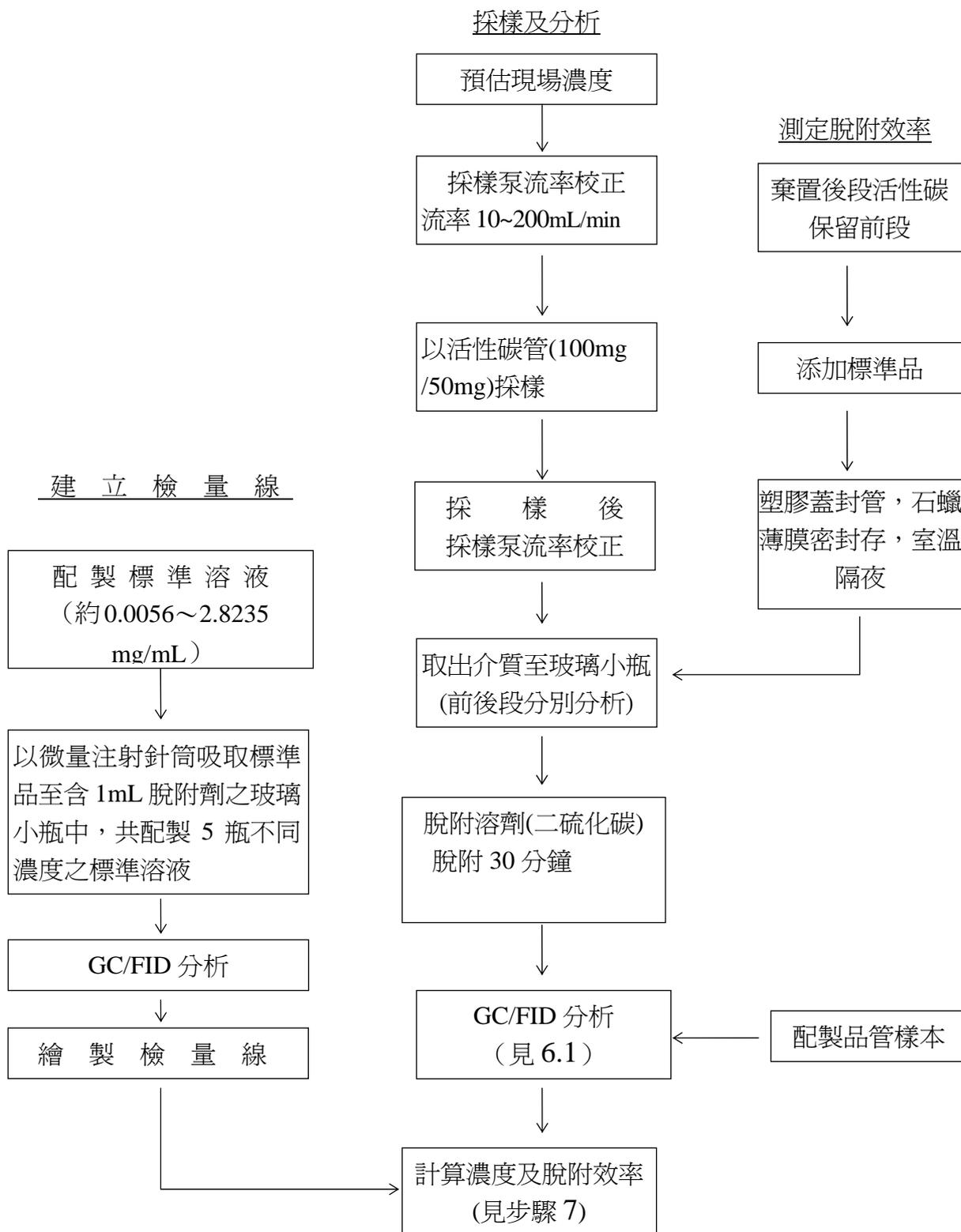
添加1.292mg對第三丁基甲苯於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存7天樣本之回收率為108.2%，14天回收率為98.8%，21天回收率為

98.0%，28天回收率為98.1%；於冷藏下貯存7天樣本之回收率為103.2%，14天回收率為99.4%，21天回收率為97.8%，28天回收率為95.5%，見二。

## 11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 3th ed. Method 1501, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH), 2003.
- [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92年12月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物標準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。
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.3, S165, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S165, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.

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第三版分析方法1501而成。

2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 二硫化碳，放置30分鐘。

注射量：1  $\mu$ L

溫度 — 注入口：250°C

— 偵檢器：300°C

— 管 柱：35°C (8 min)  $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$  225°C

載流氣體：氮氣，2.6 mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m  $\times$  0.53 mm ID, 3  $\mu$  m，35% diphenyl 65% dimethyl polysiloxane或同性質管柱。

標準樣本：對-第三丁基甲苯溶於二硫化碳。

測試範圍：29 ~ 119 mg/sample

平均精密度( $\bar{S}_r$ )：0.017

預估偵測極限：0.0011 mg/sample

表一 對-第三丁基甲苯脫附效率

	介質空白 (mg/sample)	添加量：0.646mg		添加量：1.292mg		添加量：2.583mg	
		分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/sample)	脫附效率 (%)
1	0	0.652	101.0	1.264	97.9	2.512	97.3
2	0	0.664	102.9	1.294	100.2	2.646	102.5
3	0	0.660	102.2	1.303	100.9	2.574	99.7
4	0	0.662	102.6	1.282	99.3	2.574	99.7
5	0	0.665	103.1	1.282	99.2	2.512	97.3
6	0	0.663	102.7	1.282	99.3	2.512	97.2
平均脫附效率(%)			102.4		99.5		98.9
變異係數(%)			0.73		1.01		2.12

三個濃度的平均脫附效率：100.3%

分析變異係數：1.29%

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	平均分析量(mg)	相對百分比(%)
0	3	1.292	100	1.292	100
7	3	1.332	103.2	1.398	108.2
14	3	1.284	99.4	1.276	98.8
21	3	1.263	97.8	1.266	98.0
28	3	1.234	95.5	1.267	98.1

\* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

\* 對-第三丁基甲苯添加量 1.292mg