

勞動部標準分析參考方法

5030 二硝基甲苯

<p>分子式：$C_6H_3CH_3(NO_2)_2$</p> <p>分子量：182.14 g/mole</p>	<p>Dinitrotoluene</p> <p>參考資料：NIOSH S215(II)(5/13/77)</p> <p>編輯日期：3/2/93</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：1.5 mg/m³ (皮膚)</p> <p>NIOSH：1.5 mg/m³ (皮膚)</p> <p>勞委會：1.5 mg/m³ (皮膚)</p>	<p>基本物性：</p> <p>黃色晶體</p> <p>熔點：70.5°C</p> <p>密度：1.3208 g/mL</p>
<p>化合物別名：methyldinitrobenzene; nitrotoluene CAS #121-14-2</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8μm)+衝擊式採集瓶 (含 10mL 吸附劑)</p> <p>流速：1.5 L/min</p> <p>採樣量：90L</p> <p>樣品運送：例行性</p> <p>樣品穩定性：未測定</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：HPLC/UV</p> <p>分析物：2,4-Dinitrotoluene</p> <p>脫附劑：10mL Ethylene glycol+5mL Methanol</p> <p>注射量：10μL</p> <p>移動相：75% methanol/25% water</p> <p>流速：0.8 mL/min；常溫下</p>
<p>準 確 度</p>	<p>管柱：Econosil C18, 10μm 粒徑</p>
<p>範圍：0.90~5.02 μg/m³</p> <p>偏差：未測定</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：0.063</p>	<p>25cm×4.6mm ID</p> <p>檢測器：UV</p> <p>波長：254 nm</p> <p>標準樣品：分析物溶於吸附劑中</p> <p>檢量線範圍：0.03375~0.405 mg/每樣品(15mL)</p>

	預估偵測極限：0.001 mg/mL
	分析精密度偏差(CV ₁)：1.85%
適用範圍：90L 的空氣樣本，本方法之適用分析範圍為 0.90~5.02 mg/m ³ 。	
干擾：使用本方法時與二硝基甲苯具相同滯流時間者可產生干擾。當干擾物質對分析物造成干擾時，原則是改變分離管柱或分離條件以克服干擾物質對分析物所造成的干擾。	

1. 試藥

1.1 Ethylene glycol。

1.2 Methanol, HPLC 級。

1.3 2,4-Dinitrotoluene。

1.4 2-Propanol。

1.5 去離子水。

1.6 檢量儲備溶液 (Calibration Stock Solution)

精稱 33.75mg 2,4-Dinitrotoluene 以 2-Propanol 稀釋至 10mL；儲備溶液濃度為 3.375 mg/mL。

2. 設備

2.1 捕集設備：濾紙 (0.8μm, 37mm)+標準小型衝擊瓶內 (內含 10mLEthylene glycol 吸附劑)。

2.2 個人採樣泵流量：約 1.5 L/min。

2.3 高效率液相層析儀：備有 UV 偵測器、積分器，以及管柱。

2.4 5mL 及 1mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚氟乙烯 (PTFE) 蓋子。

2.5 25μL 注射針筒。

2.6 0.1mL, 0.5mL, 1mL, 5mL, 10mL 微量吸管。

2.7 10mL, 15mL 量瓶。

2.8 50mL 燒杯。

3. 採樣

3.1 校正個人採樣泵的流速：校正時，採樣泵連結捕集設備一同校正。

3.2 採樣泵流速約 1.5 L/min，採樣量為 90L。

3.3 每組需有 1~10 個現場的空白樣品 (採樣方法為將含 10mL 吸附劑之採集瓶帶至現場，接上採樣泵，不抽氣，則為現場的空白樣品)。

4. 樣品脫附

4.1 打開濾紙匣，取出濾紙及空白樣品濾紙，將其置入同組之內含 10mLEthylene glycol 之採集瓶中，此時若發現經採樣後之衝擊式採集瓶中之 ethylene glycol 不足 10mL，則加入 ethylene glycol 至 10mL 刻度，並均勻搖動，此時若 ethylene glycol 之體積大於 10mL，則應量取採集瓶內體積，以作適當之體積校正。

4.2 加入 5mL 甲醇至每個樣品溶液之中，加蓋並充分搖盪使混合均勻。

4.3 將樣品靜置至少 2 小時，然後進行分析。

5 · 檢量與品管

5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有約 10mL 吸附劑 Ethylene glycol 量瓶中，後加入 5mL 甲醇，並以 Ethylene glycol 稀釋至其刻度。濃度範圍約為 0.03375~0.405mg/mL。配製不同濃度之標準溶液至少 5 瓶。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 以微量吸管取檢量儲備溶液 20 μ L, 40 μ L, 80 μ L 直接注入前段的濾紙上，添加量為 0.0675~0.27 mg.

5.2.3 將濾紙放入盛有 10 mL 吸附劑及 5 mL 甲醇之 15 mL 量瓶中，充分搖盪混合均勻，取上層液進行分析。

5.2.4 以脫附效率 (DE) 相對於分析物回收毫克數繪製圖形。

6 · 儀器分析

6.1 儀器分析條件

條 件

儀器	HPLC/UV
管柱	Econosil C18, 10 μ m 粒徑 25mm \times 4.6mm ID
波長	254nm
移動相	Methanol : H ₂ O = 75 : 25
流速(mL/min)	0.8
溫度(°C)	常溫

6.2 分析圖譜

6.3 大約滯留時間 (retention time)

化 合 物	分 鐘
2-propanol *	3.64
ethylene glycol *	3.91

2,4-Dinitrotoluene 7.70

* Retention Time 重疊

6.4 脫附效率*

化合物	相當採樣量(L)	脫附濃度(mg/mL)	脫附效率(%)	CV ₁ (%)
2,4-Dinitrotoluene	90	0.0675-0.27	* 99.09	1.85
			** 98.43	2.50

* 為直接添加於 15 mL 吸附劑之回收率。

** 添加於濾紙再將濾紙置入 15 mL 吸附劑之脫附效率。

Gelman GN-4 濾紙，37 mm，0.8μm。

6.5 注射樣本進入液體層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術 (solvent flush injection)–20μL 之注射器先以溶劑沖刷數次濕潤針管與活塞，針頭浸入樣品中吸入 10μL 樣品。

6.6 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7 · 計算

7.1 濃度計算：

$$C = \frac{(W_f - B_f + W_b - B_b) \times 1000}{V} \quad (\mu\text{g}/\text{m}^3)$$

W_f：前段濾紙所含之分析物濃度 (μg/mL)

W_b：後段採集瓶所含之分析濃度 (μg/mL)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均濃度 (μg/mL)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均濃度 (μg/mL)

註：如 W_b > W_f/10 即表破出，樣品可能有損失。

8 · NIOSH S215 分析方法

8.1 儀器分析條件

方法：HPLC/UV

分析物：2,4-Dinitrotoluene

吸附劑：10mL Ethylene glycol + 5mL methanol

注射量：10μL

移動相：50% methanol/50% water (V/V)

流 速：1.0 mL/min；常溫

檢測器：UV, 254 nm

管 柱：250mm×3mm ID, packed with Spherisorb ODS

8.2 NIOSH S215 分析方法評估

在 20°C, 764 mmHg 下，90L 空氣樣品，本分析方法之有效分析範圍為 0.900~5.02mg/m³，其全精密度偏差為 0.063，在 0.5, 1, 2PEL 範圍下，經測試有 17 個樣品所測得濃度均較預估值低 4%，以標準氣體產生 1.8 mg/m³ 之氣體，進行樣品存放穩定性測試，則樣品至少可穩定 7 天以上。

附註：本方法在驗證之時，曾依 NIOSH S215 之建議，採移動相為甲醇：水=50：50 之條件進行分析，其檢量線線性回歸係數(R²)為 0.999844，而以甲醇：水=75：25 之條件進行分析，其檢量線線性回歸係數(R²)為 0.999404，但可使滯流時間縮短，故在本方法中是以甲醇：水=75：25 之條件進行方法驗證。採樣後的樣本以 HPLC 來分析是較佳的方法。唯此方法使用採集瓶當採樣介質，較會造成使用者的不便，亦會造成吸附劑的漏失。長時間採樣以採樣泵採集時空氣通過濾紙與採集管，因吸附劑的漏失可能造成壓力損失變小，而影響採樣流速及採樣體積，將使精密度受影響。在樣品運送當中，容易發生樣品破損及漏失的現象。

8.3 其他驗證分析方法

	測試 1
儀器	HPLC
移動相	Methanol : H ₂ O = 75 : 25
流速(mL/min)	1 mL/min
管柱	Merck Lichrosphere RP-18 250mm×4mm ID 粒徑 5 μm
平均脫附效率	濾紙 92.37%
	採集瓶 98.46%
平均 CV ₁ 值	濾紙 3.64%
	採集瓶 1.14%
滯留時間	4.91 分鐘

9 · 文獻

[1] Documentation of NIOSH Validation Tests, Contracts No. CDC-99-74-45.

[2] Backup Data Report for Dinitrotoluene, prepared under NIOSH Contract No. 210-76-0123.

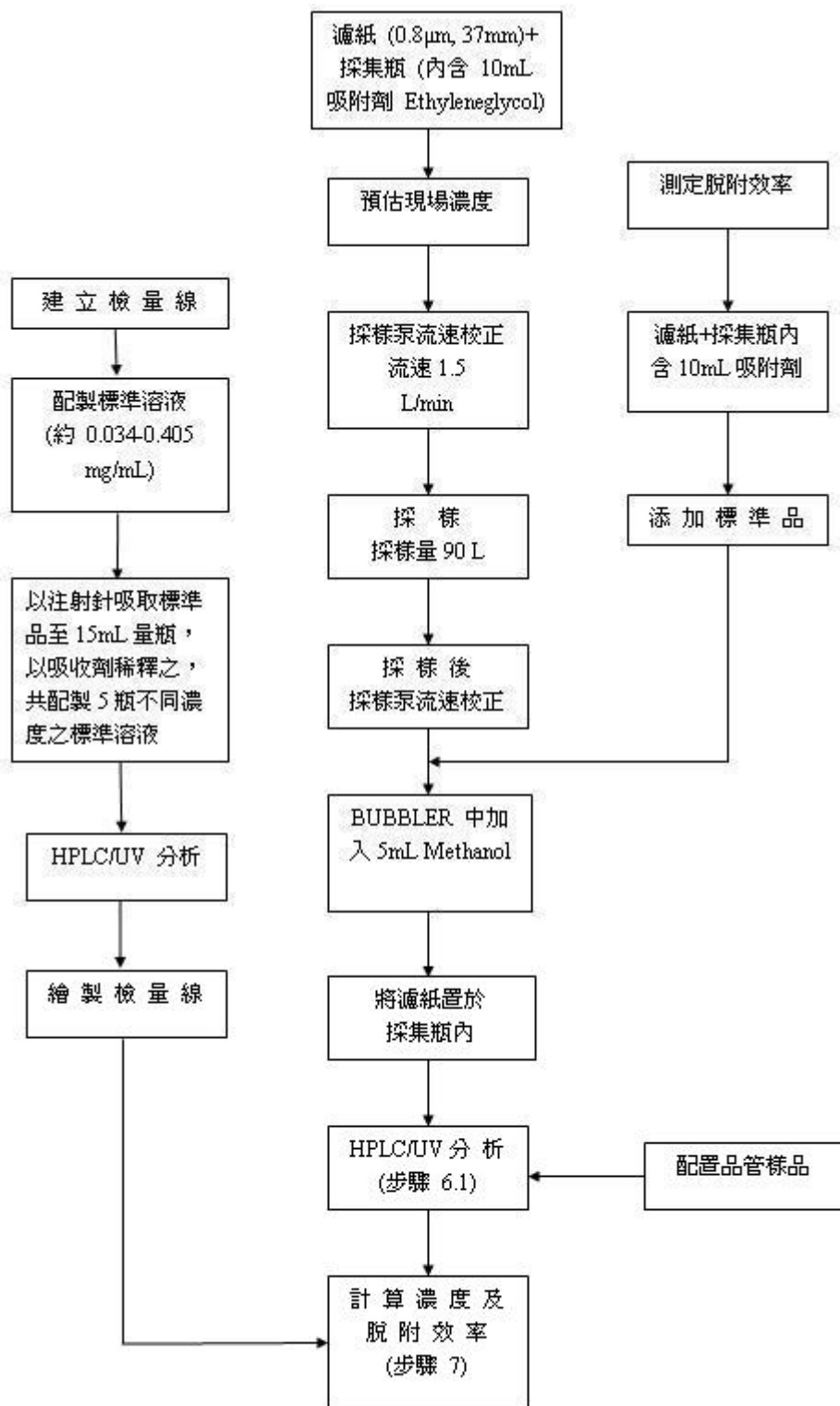
[3] 特定化學物質預防標準，行政院勞委會，民國 80 年 7 月。

測試撰寫人：歐芬芳、李俊璋

驗證人：施慧中

二硝基甲苯

採樣及分析流程圖



IPA+Ethylene glycol

Dinitrotoluene

