

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2314

硫酸二甲酯

分子式： $C_2H_6SO_4$ 分子量：126.13	Dimethyl sulfate 參考資料：NIOSH 2524 編輯日期：5/25/92
容許濃度標準(TLV) OSHA：0.1ppm (皮膚) NIOSH：0.1ppm (皮膚) ACGIH：0.1ppm (皮膚) 勞委會：1ppm (皮膚) 1ppm=5.16mg/m ³ @NTP	基本物性：液體 熔點：-31.8°C 沸點：-188°C 密度：1.332g/mL 蒸氣壓：0.07Pka(0.5mmHg；700ppm)@20°C
化合物別名：Methyl sulfate；CAS#77-78-1	
採 樣	分 析
採樣介質：Porapak P (100mg/50mg) 流速：10-200 L/min 採樣量：— 最小：-0.25L — 最大：12L 樣品運送：例行性 樣品穩定性：25°C下可儲存一星期 現場空白樣品：樣品數之 10%	方法：GC/FPD 分析物：Dimethyl sulfate 脫附：1 mL 乙醚，靜置 30 分鐘 注射量：2μL 溫度_ 注射器：180°C _ 偵測器：180°C _ 管 柱：
準 確 度	2°C/分 100°C—→110°C (0 分) (2 分)
範圍：1.8~24.5 mg/m ³ 偏差：不顯著 全精密度偏差(CV _T)：0.073	載流氣體：氬氣，16 Psi

	管柱：fused silica WCOT DB-624， 30m×0.53mm ID 標準樣品：分析物溶於乙醚 檢量線範圍：1.333~26.64 ug/樣品 預估偵測極限：1.333ug/mL 分析精密度偏差(CV ₁)：2.5%
適用範圍：6L 空氣樣品，其有效分析濃度範圍是 0.04~4.0ppm(0.2~20.0mg/m ³)	
干 擾：未測定	
其他方法：本方法是參考 NIOSH 2524 分析方法。	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：乙醚：內含乾燥之 CaCl₂。
- 1.2 分析物：試藥級。
- 1.3 儲備溶液。
- 1.4 純化的氫氣或氮氣。
- 1.5 預先純化的氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

* 硫酸二甲酯為可疑致癌物，對皮膚眼睛有嚴重刺激性，準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

* 乙醚，易燃，準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：Porapak P (100 mg/50mg)，見採樣介質通則。
- 2.2 個人採樣泵：流速約 10~200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰光度偵測器 (FPD)、積分器，以及管柱。
- 2.4 2 mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL 吸管和吸球。
- 2.6 5, 10, 25, 100 μL 之注射針筒。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見採樣通則。
- 3.3 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介於 10~200mL/min 應採集的

空氣量為 0.25~12.0L。

4. 樣品脫附

4.1 打開 Porapak P 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 Porapak P 活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之 PU 泡綿，後段之 Porapak P 倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。此二樣品應分開分析。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 30 分鐘，偶爾搖動。

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 1mL 脫附劑的密封小玻璃瓶中，再稀釋至其刻度。濃度範圍約為 1.333~26.64ug/mL。配製不同濃度之標準溶液 5 瓶測試分析，以建立檢量線。

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，繪製檢量圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性管兩端切開，倒出後段的 Porapak P，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的 Porapak P 上。添加量為 3.33~13.32 μg 。

5.2.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)相對於分析物回收毫克數繪置圖形。

5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

條件

儀器 GC/FPD

管柱 fusedsilica WCOT DB-624

流速 30m \times 0.53mm ID, 5.0 μm

空氣 300Kpa

氬氣 120Kpa

Wf：前段 Porapak P 管所含分析物濃度(mg/mL)

Wb：後段 Porapak P 管所含分析物濃度(mg/mL)

Bf：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

Bb：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 $Wb > Wf / 10$ 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 2524 分析方法

8.1 本分析方法是參照下列諸方法而成，

8.2 儀器分析條件

方法：GC/ELCD

分析物：Dimethyl sulfate

脫附：1mL 乙醚

注射量：4 μ L

溫度 _ 注射器：180 °C 30°C/min

_ 管柱：50°C 2min \longrightarrow 120°C

載流氣體：He, 20mL/min

管柱：不銹鋼管,packed with 5% DEGS on 80/100mesh chromosorb WHP,

1.8m \times 3.2mm OD

標準樣品：分析物溶於 乙醚

範圍和精密度偏差(CV₁)：6% @ 1.1 ~ 39 ug/樣品

預估偵測極限：0.25 ug/樣品

8.3 分析方法 NIOSH2524

NIOSH 2524 使用 Tracor Model.301 的 ELCD (electrolytic conductivity detector) 作偵測器。石墨管中之溫度為 950°C，氧氣流量 20 mL/min，以去離子水每分鐘流速 1 mL/min 作電導溶液。將 30 ug 的硫酸二甲酯注入 100 ug 吸附介質中，以滯留體積的對值與絕對溫度的倒數作圖，求取其 Porapak P 的容量。在上述方法下，所求得之容量由 25°C，39L 降至 35°C，16L 在溫度和儲存試驗中，將 0.6ug 的硫酸二甲酯注入 6 隻吸附管中，並通過 12L 的 80%相對濕度的空氣，儲存七天後其樣品無顯著的差異性。

8.4 其他驗證分析測試

	測試 1
儀器	GC/FID
溫度	

注射器	180 °C
偵測器	180 °C
管柱	2°C/分 °C—— 110 °C (0 分) (2 分)
速度(mL/min)	
空氣	300Kpa
氫氣	120Kpa
氮氣	16Psi
管柱	fused silica WCOT DB-624, 30m×0.53mm ID
平均脫附效率	100.65%
平均 CV ₁ 值	1.66%

9. 文獻

[1]Lunsford, R. A.,and P. M. Fey. Backup Data Report for P&CAM 301(NIOSH, unpublished, December 29, 1978).

[2]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2and ed. Vol. 5, P&CAM 301,U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH)79-141(1979).

[3]The Merck Index, 10th Ed., Merck & o., In.,Rhway, NJ(1983).

[4]NIOSH/OSHA Occupational Heath Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Heath and Human Services, Publ. (NIOSH)81-123(1981),available as GPO stock #017-033-00337-8 form Superintendentof Document, Washington, DC 20402.

[5]勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞委會民國七十七年六月
METHOD REVISED BY: R. Alan Lunsford, Ph.d., NIOSH/DPSE

測試撰寫人：林維炤、謝素桂

驗證人：林輝宏

硫酸二甲酯
採樣及分析流程圖

