

勞動部標準分析參考方法

5002

順-丁烯二酐

<p>分子式：C₄H₂O₃(CHCO)₂O</p> <p>分子量：98.06</p>	<p>Maleic anhydride</p> <p>參考資料：OSHA 25 (FEB/85)</p> <p>編輯日期：3/15/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：1 mg/m³</p> <p>NIOSH：無</p> <p>ACGIH：無</p> <p>勞委會：0.25ppm；1mg/m³</p>	<p>基本物性：</p> <p>固體</p> <p>熔點：53°C</p> <p>沸點：202°C</p> <p>蒸氣壓：1 mm 於 44°C下</p>
<p>別名：2,5-Furandione；Toxic Anhydride；cis Butenedioic anhydride</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：p-anisidine coated XAD-2</p> <p> tube (100mg/50mg)</p> <p>流速：100 mL/min @0.005mg/m³</p> <p>採樣量：20 L</p> <p>樣品運送：保持在乾冷的環境下，避免光照</p> <p>樣品穩定性：避免光照，低溫保存，至少 30 天</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：HPLC / UV</p> <p>分析物：Maleic Anhydride-p-anisidine</p> <p> 生成之衍生物</p> <p>脫附：1 mL 甲醇，超音波振盪 60 分鐘</p> <p>注射量：25µL</p> <p>管 柱：250mm×4mm ID.Merck LiChrosphere</p> <p> RP-18,5 µm partical size</p>
<p>準 確 度</p>	
<p>偏差：未知</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：0.0095</p>	<p>偵測器：UV</p> <p> primary - 313 nm</p> <p> secondary- 254 nm</p> <p>移動相：50% methanol / 50% water</p>

	<p>及 0.1% phosphoric acid (1.5 mL/分)</p> <p>檢量線範圍：9.53-41.5 µg/ml</p> <p>預估偵測極限：0.097 µg/樣品</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：0.95%</p>
適用範圍：20L 的空氣樣品，適合之分析範圍約 0.48-2.08 mg/m ³ 。	
干 擾：大氣中 Generic Anhydride 與 p-anisidine 會反應形成衍生物，減少 Maleic Anhydride 反應量，Phthalic 及 Trimellitic anhydride 亦會對採樣造成干擾。任何在波長 313 nm 吸收之物質，均會干擾分析結果。	
其它方法：無。	

1. 試藥

- 1.1 p-anisidine*，試藥級。
 - 1.2 Maleic Anhydride，試藥級。
 - 1.3 甲醇(Methyl Alcohol)，層析級。
 - 1.4 去離子水。
 - 1.5 磷酸。
 - 1.6 氯仿，層析級。
 - 1.7 neat standard，見附註 1。
- * p-anisidine 為可疑致癌物，應小心處置。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：XAD-2 管(100mg/50mg)，coated p-anisidine，見採樣介質通則。
- 2.2 個人採樣泵：約 0.1 L/min。
- 2.3 高效率液相層析儀；備有 UV 偵測器；積分儀及管柱。
- 2.4 2 mL 之玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯之蓋子。
- 2.5 50 uL 注射針筒。
- 2.6 1 mL 之定量吸管及吸球。
- 2.7 10 mL 之定量瓶。
- 2.8 電子天秤。
- 2.9 振盪器。

3. 採樣

- 3.1 以個人採樣泵連結 XAD-2 管，進行流量校正，見採樣通則。
- 3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流速約 100mL/min，總採集空氣量約為 20L。

3.3 採樣時，將 XAD-2 以 Masking type 覆蓋或避免光照。

4. 樣品脫附

4.1 打開 XAD-2 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，前端之 XAD-2 倒入 2mL 之玻璃小瓶中。取出分隔之玻璃綿，後段之 XAD-2 倒入另一個 2mL 的玻璃小瓶中，此二樣品應分開分析。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 的甲醇，立即蓋上瓶蓋。

4.3 以超音波振盪 60 分鐘。

4.4 蓋上瓶蓋進行分析。

5. 檢量與品管

5.1 檢量線製定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 標準品製備：見附註 1。

5.1.3 取適當量的標準品於定量瓶中，加入甲醇，製成標準儲備溶液，並使濃度不高於 1 mg/mL。以超音波或加熱方式，將固體溶解。

5.1.4 加已知量之標準儲備溶液於盛有脫附劑之 10 mL 之量瓶中，再稀釋至其刻度。濃度範圍約為 ug/mL，配製不同濃度之標準溶液至少 5 瓶。

5.1.5 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.6 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 XAD-2 管兩端切開，倒出後段之 XAD-2，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量之分析物，直接注入前段之 XAD-2 上，添加量為 。

5.2.4 以塑膠蓋、錫箔紙、石臘膜封管，冷藏靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.5 以脫附效率(DE)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 HPLC /UV (shimadzu LC-9A system)

管柱 250mm×4mm ID Merck LiChrosphere

RP-18, 5 μ m

移動相 50% 甲醇 及 50% H₂O , 0.1% Phosphoric acid

流速 (mL/min) 1.5 mL/min

溫度 (°C) 45°C

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化合物 分鐘

Maleic Anhydride

6.3 脫附效率*

化合物	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (μ g/mL)	脫附效率 (%)	CV ₁ (%)
Maleic Anhydride	10.5~21	10.5~21	91	2.5

*SKC XAD-2 lot. 226-30-7。

6.4 注射樣品 10 μ L 進入 HPLC，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)- 10 μ L 之注射器先以溶劑(CS₂)沖刷數次濕洗針管與活塞,取 3 μ L 溶劑後,吸入 0.2 μ L 空氣,以分開溶劑與樣品,針頭再浸入樣品中析入 2 μ L 樣品後,在空氣中後退 1.2 μ L,以減少針頭樣品蒸發之機會,檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1mL。

6.5 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：

採集氣體量 V (單位:L)

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

W_f：前段 XAD-2 管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b：後段 XAD-2 管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

8. OSHA 25 分析方法：

8.1 儀器分析條件

方法：HPLC/UV Waters M-6000A LC Pump

分析物：Maleic Anhydride-p-anisidine Derivative

脫附：1 ml 甲醇，超音波振盪 60 分鐘

注射量：25 uL

移動相：50% 甲醇，50% 水，0.1% 磷酸(1.5mL/min)

管柱：Nucleosil C18 (25cm×4.6mm)

標準樣品：分析物溶於甲醇

範圍及精密度偏差：7.6%

預估偵測極限：5ug/m³

9. 文獻

[1] March, J.: "Advanced Organic Chemistry: Reactions, Mechanisms and Structure", p. 336. McGraw-Hill, New York (1968).

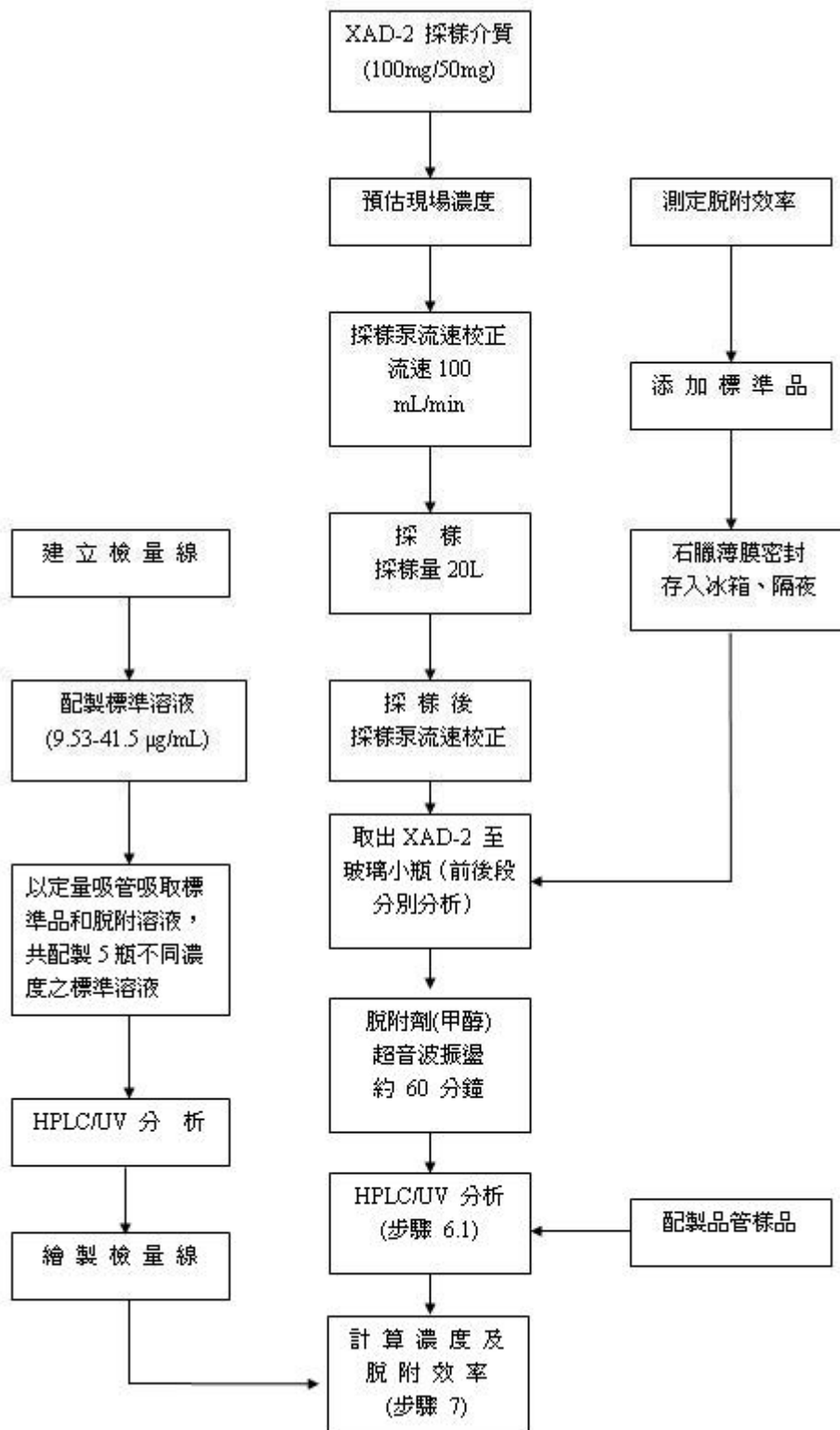
[2] Proctor, N., Hughes, J.: "Chemical Hazards of the Workplace", p. 318, J.B. Lippincott Company, Philadelphia(1978).

[3] SRI International: "1980 Directory of Chemical Procedure United States of America", pp. 680-681, SRI International, Menlo Park, CA (1980).

- [4] U.S. Department of HEW, 12977. "NIOSH Manual of Analytical Methods",
2nd Edition, Vol. 5 Method No. S163, Anisidine (o,p isomers).
- [5] Sax, N.I.: "Dangerous Properous of Industrial Materials", p. 883
Van Nostrand Reinhold Company, New York (1975).
- [6] "The Merck Index", Ninth Edition, p.5540, Merck & Company, Inc. Rahway,
N.J.
- [7] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 77
年 6 月。

測試撰寫人：郭錦堂 鄭進峰 陳以新

順-丁烯二酞
採樣及分析流程圖



附註 1：Neat Standard 之製備：

1. 分別將 p-anisidine 與 maleic anhydride 溶於 chloroform 中，

取適量之二種溶液，將之混合，生成黃色沉澱。

2. 以 chloroform 將此固體物清洗數次，以去除過多的 p-anisidine 和 maleic anhydride 。
3. 以真空抽氣法或氮氣法將 chloroform 吹乾，所得之黃色固體，即為 Neat Standard 。
4. 45.1ug/mL 的標準品溶液，相當於 maleic anhydride 空氣採樣濃度 1.0 mg/mL，總採樣量 20L 的樣本，溶於 1mL 甲醇量。