

<p>分子式：C₈H₄O₃</p> <p>分子量：148</p>	<p>Phthalic Anhydride</p> <p>參考資料：S179(8/29/75)</p> <p>編輯日期：05//17/91</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：6 mg/m³</p> <p>NIOSH：6 mg/m³</p> <p>ACGIH：—</p> <p>勞委會：2 ppm</p> <p>(1ppm=6mg/m³)</p>	<p>基本物性：</p> <p>溶於 Alcohol, Benzene</p> <p>易昇華的晶體</p> <p>熔點 131-132°C</p> <p>沸點 295°C</p>
<p>化合物別名：1,2-benzenedicarboxylic anhydride, PAN；CAS# 85-44-9</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：濾紙</p> <p>(0.8µm 的 cellulose ester membrane)</p> <p>流速：1.5 L/min</p> <p>採樣量：100 L</p> <p>樣品運送：應裝於適當之容器中密封運送</p> <p>樣品穩定性：採樣後儘速分析</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：HPLC / UV</p> <p>分析物：Phthalic Anhydride</p> <p>脫附：5 mL 的 0.2 N ammonium hydroxide solution</p> <p>注射量：20µL</p> <p>管柱：Merck LiChrosphere</p> <p>250mm×4mm ID. RP-18,5</p> <p>µm partical size</p>
<p>準 確 度</p>	
<p>範圍：1-36 mg/m³</p> <p>偏差：0.008 mg/m³</p> <p>全精密度偏差(CVT)：未測定</p>	<p>偵測器：Uv @254nm</p> <p>移動相：Methanol：H₂O=70：30，內含 1%硝酸</p> <p>檢量線：Phthalic Anhydride in</p>

	ethylacetate
	檢量線範圍：1.6-28 µg/樣品
	預估偵測極限：1.6 ug/mL
	分析精密度偏差(CV ₁)：1.97%
適用範圍：100 L 空氣樣品，其有效分析濃度範圍為 1-36 mg/m ³ 。	
干 擾：(1)在空氣採樣中，若有已知或懷疑的化合物，將可與樣品被其分析出，造成干擾。 (2)樣品中若有化合物的滯留間與 Phthalic Anhydride 相同時會造成干擾。	
其它方法：本方法是參考 N2OSH S179 分析方法。	

1. 試藥

1.1 分析物：Phthalic Anhydride

1.2 移動相：1% acetic acid in Methanol : Dis water = 7:3

1.3 純水。

1.4 標準溶液：取 0.100g phthalic anhydride 加入 ethylacetate 到 25mL

1.5 甲醇：HPLC 級

1.6 Glacial Acetic acid

1.7 Acetic acid in methanol 10%(取 10 mL Acetic acid 加 methanol 到 100mL

1.8 Ammonium hydroxide ,0.2N. 取 14mL 的濃 ammonia(15N)用去離子水稀釋到 1L .

2 設備

2.1 捕集設備：纖維素脂濾紙，0.8µm，37mm 及運送濾紙之濾紙匣。

2.2 個人採樣泵：流速約 1.5 L/min。

2.3 高效率液相層析儀，含 254mm uv 檢測器及積分儀，管柱。

2.4 2,4 mL 的定量吸管。

2.5 鑷子。

2.6 有栓的試管 (10mmφ×120mm)。

2.7 20 µL 之注射針筒或備有自動注射器。

2.8 10;100 mL 及 1 L 的量瓶。

2.9 超音波振盪水槽。

3 採樣

3.1 個人採樣泵連結濾紙。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。採樣泵流量是介 1.5 L/min，總採集空氣量約為 100L。

4 樣品準備

- 4.1 用乾淨的鑷子將濾紙從濾紙盒中取出，並將濾紙面朝內摺疊後置入 10 mL 的試管中。
- 4.2 加入 5 mL 的 0.2N ammonium hydroxide, 放置至少一小時, 使其完全水解和脫附。
- 4.3 取 4.2 1mL 到 10cc 的定量瓶, 再加 2mL 10% acetic acid/methanol 再用 ethylacetate 加到 10mL。(配製後只可放一天)
- 4.4 以吸管將樣品, 放入小瓶內進行分析。

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 取 0.1g 的標準品以 ethylacetate 稀釋至 25mL, 取各取 4, 15, 30, 50, 60, 70 μ L 至 10mL 的定量瓶中, 並加入 1mL 0.2N 之 NH₄OH 溶液, 放置 15 分鐘後, 再加入 2mL 10% 醋酸/甲醇溶液, 再以 ethyl acetate 稀釋至 25 mL 刻度, 所建立檢量線濃度範圍約為 1.6-28 μ g/mL。注意應配製 5 種不同濃度之標準溶液, 測試分析以上建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰高度對分析物的濃度, 繪製檢量圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 取 0.2g phthalic anhydride 加到 10mL 的定量瓶, 再取 2.5mL acetone 搖動使其溶解, 然後再加 isopropyl alcohol 至其刻度。(可能再加 isopropyl alcohol 時會出現結晶, 此時可用超音波振盪。

5.2.2 微量注射器取 60, 30, 15 μ L 量的分析物, 直接滴於濾紙上。(因會隨時間而量減少, 一定要在一小時內做完)

5.2.3 濾紙匣加蓋後, 靜置過夜。

5.2.4 以脫附劑脫附後, 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 9A system)

管柱 Merck Lichrosphere

RP-18, 5 μ m, 250m \times 4mm ID

移動相 甲醇水=70:30, 內含 1% 醋酸

流速 (mL/min) 0.8 mL/min

溫度 (°C) 常溫

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化 合 物 分 鐘

Phthalic anhydride 3.032

6.3 脫附效率*

化 合 物	相當採樣量(L)	脫附濃度(µg/mL)	脫附效率(%)	CV ₁ (%)
Phthalic anhydride	100	6~24	0.8684	3.45

* 0.8µm ,37mm 的纖維素脂濾紙。

6.4 注射樣品 20uL 進入 HPLC，使用自動注射器或採用手動注射器。

6.5 高度計算：以電子積分器或其他適當之高度計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

7.1 脫附效率計算：

脫附平均重量(ug) - 空白樣品(ug)

脫附效率= _____

添加重量(ug)

7.2 空氣採樣中實際量計算：

測量的量(ug)

空氣中實際量 (ug/每個樣品) = _____

脫附效率

7.3 濃度計算：

採集氣體量 V (單位：L)

$$C = \frac{(W - B)}{V} \text{ mg/m}^3$$

W：分析物濃度($\mu\text{g/mL}$)

B：現場空白樣品

8. NIOSH S179 分析方法

8.1 本方法是參照 NIOSH S179 分析方法而成

8.2 儀器分析條件：

儀器：HPLC/uv

管柱：不銹鋼管，填充 Partisil 10,

25cm×4.6mm ID

移動相：甲醇：H₂O=70:30 內含 1% 醋酸

流速：0.8 mL/min

8.3 方法評估

在 22°C, 765mmHg 下，100L 空氣樣品，其有效分析濃度範圍為 5.5-28mg/m³，可攜式儀器之有限偵測範圍為 1~36 mg/m³。於 1.5 l/min 採樣流速下採集 70 分鐘，其平均採集效率為 96% 全精密度偏差為 0.089，其平均回收率為 98.9%。

9.文獻

[1] Documentation of NIOSH Validation Tests , National Institute forOccupational Safety and Health,Contract No.CDC-99-74-45.

測試撰寫人：郭錦堂、廖芳足、姜曉芳

苯二甲酸
採樣及分析流程圖

