

空氣中二甲基甲醯胺檢測方法

— 活性碳吸附 / 氮磷偵測氣相層析法

中華民國 94 年 10 月 26 日環署檢字第 0940085821 號公告

自中華民國 95 年 2 月 15 日起實施

NIEA A731.70C

一、方法概要

空氣中二甲基甲醯胺 (Dimethylformamide, DMF) 以定流量空氣採樣泵收集於椰殼活性碳 (Coconut shell charcoal) 之吸附管中，再以適量有機溶劑萃取，將所得有機溶劑萃取液，注入氣相層析-氮磷偵測器 (GC-NPD) 系統中分析，測定樣品中二甲基甲醯胺之含量。

二、適用範圍

本方法適用於分析空氣中的二甲基甲醯胺，空氣採樣體積為 10 L、採樣流量為 0.2 L/min，定量極限約為 0.02 ppm (0.045 mg/m³)。在約 20 ppm 之 DMF 測試氣體中進行破出研究，測試氣體之相對溼度為 68% 且在環境溫度低於 45°C 下，使用的採樣速率是 1 L/min，出現 5% 破出前之採樣空氣體積為 349 L，此時在前段 (100 mg) 活性碳部分之 DMF 負載是 16.46 mg。

三、幹擾

- (一) 分析過程中主要幹擾來自試藥及萃取溶劑中所含之雜質，宜使用純度 99 % 以上之分析級試藥及 99.95 % 以上殘量級之溶劑，否則應使用蒸餾法純化之，分析時必須執行試劑空白試驗。
- (二) 幹擾亦可能來自成分複雜的空氣樣品，以致造成層析圖中訊號重疊，必要時須以氣相層析質譜儀 (GC/MS) 進行確認工作。

四、設備

(一) 採樣與前處理設備

1. 微量注射針：經校正合格，10.0 μL。
2. 具有附鐵氟龍密閉旋蓋之玻璃密封瓶：1.5 mL。
3. 椰殼活性碳吸附管：20/40 mesh，內含 150 mg 活性碳，前段 100 mg，後段 50 mg，例如可使用 SKC 活性碳管 (Lot 120)。

- 4.定流量空氣採樣泵：流量可介於 0 至 1000 mL/min 之間，並應內含去除粒狀物過濾設備。
- 5.天平：可精秤至 0.1 mg 。
- 6.移液管： 1.0 mL 及 2.0 mL 。
- 7.定量瓶： 10 mL 。
- 8.排煙櫃。

(二)儀器設備

- 1.氣相層析儀：附有氮磷偵測器及樣品注入器(或自動樣品注入器)，使用層析用積分儀或紀錄器。
- 2.層析分離管：可使用填充 80/100 mesh Chromosorb 101 之 6-ft x 2-mm i.d.玻璃管柱或其他合適的毛細管柱，參考層析圖如圖一所示。層析儀設定參考條件：注射體積是 0.40 μ L，樣品注入口溫度 200 $^{\circ}$ C，氮磷偵測器 250 $^{\circ}$ C，管柱恆溫 170 $^{\circ}$ C。層析載流氣體為氮氣，流量為 26 mL/min。氫氣流量設定為 3 mL/min，空氣流量設定為 65 mL/min。至於真正層析儀所使用之條件，可視實際樣品略加修改。

五、試劑

(一) 試劑^(註1)

- 1.二甲基甲醯胺：分析試藥級，純度 99.9 %以上。
- 2.丙酮：分析試藥級，純度 99.9 %以上。
- 3.丙腈：分析試藥級，純度 99.9 %以上。
- 4.脫附溶液：含丙腈濃度為 1 μ L/mL 之丙酮溶液。

六、採樣及保存

- (一) 採樣：攜帶活性碳吸附管至採樣點，採樣前切開活性碳管末端，開口必須至少是採樣管直徑(內徑)之一半，設定採樣泵流量 200

mL/min，以軟管將活性碳管連接至採樣泵後做測漏，測漏結束後切開活性碳管前端進行採樣，採樣點個數與採樣頻率視實際需要而定，每批次採樣至少要有一個野外空白樣本(只將吸附管打開，但不抽入氣體)。採樣時間約為 50 min，並記錄採樣時之溫度、氣壓及採樣泵前後之流量。採樣完後，立刻以吸附管蓋密封兩端封口，送回實驗室進行前處理。

- (二) 樣品保存：活性碳吸附管在採樣完成後，應避免高溫 45℃ 以上與日照並運送至實驗室，實驗室應在 14 日內完成待測物萃取與分析工作。

七、步驟

(一) 檢量線製備

將 DMF 試劑添加於脫附溶液中，配製濃度範圍 0.015 - 0.30 μL DMF/mL (0.014 mg DMF/mL - 0.283 mg DMF/mL) 之檢量線用標準液。取一定體積(1.0 ~ 3.0 μL)之檢量線用標準液，注入氣相層析儀進行分析測定，層析圖如圖一。本方法宜使用丙腈作內標以校正注射體積及 NPD 應答之小量變化，並由層析偵測信號面積對濃度關係繪製檢量線。檢量線製備完成應即以第二來源標準液配製接近檢量線中點濃度之標準液進行檢量線確認。

(二) 脫附效率之測定

1. 以丙酮為溶劑配製 DMF 標準液濃度 0.006、0.015、0.03、0.15、0.3 及 0.6 mL DMF/mL，此 DMF 標準液應配製與儲存於密封瓶內。
2. 吸取 DMF 標準液 1.0 μL 注入吸附管前段活性碳隨後立刻以密封蓋密封吸附管，使吸附管保持直立，再置於冰箱內過夜。
3. 如步驟七、(三)樣品萃取分析步驟，萃取分析每支吸附管之萃取液濃度(吸附管前後段萃取液濃度需相加)後，計算每支吸附管脫附效率並求取脫附效率平均值 D (%)。

(三) 樣品萃取分析^(註2)

1. 每一活性碳吸附管均應經同樣的前處理。丟棄玻璃綿及聚甲醯胺甲酯泡綿，將吸附管前段與後段所含活性碳分別取出，倒入體積 1.5 mL 的密封瓶中，以吸量管分別加入 1.0 mL 的脫附溶劑，加

蓋密封。

2. 靜置脫附 1 小時，期間可偶而手動搖晃密封瓶。
3. 取同檢量線製備時之注射量，將萃取液打入氣相層析儀進行分析，對照檢量線求得萃取液之濃度（如萃取液濃度高於檢量線最大範圍，應以脫附溶液稀釋）。
4. 對於同一樣品前、後段吸附劑之萃取液濃度做加總，扣除實驗室空白吸附管樣品之萃取液濃度得樣品萃取液實際濃度 A (mg DMF/mL)。

八、結果處理

空氣中 DMF 濃度 C_v (ppm) 之計算式如下：

$$C_v = \frac{22.4 \times 10^3 AB}{M_w V_s D}$$

B ：樣品萃取液體積 (1 mL)。

M_w ：DMF 分子量 (g/mole)

V_s ：採樣體積 (NL) 以下式計算

$$V_s = \left(\frac{P}{760} \right) \left(\frac{273}{273 + T} \right) Q t$$

P ：採樣時大氣壓力 (mmHg)。

T ：採樣時大氣溫度 (°C)。

Q ：採樣泵流量 (mL/min)。

t ：採樣時間 (min)。

九、品質管制

- (一) 檢量線可接受的線性相關係數 R 值應 ≥ 0.995 。
- (二) 每批次或每十二小時為週期之樣品分析工作前應執行檢量線查核標準品試驗，完成樣品分析後應再執行一次檢量線查核標準品試驗。
- (三) 每支活性碳吸附管之前後段均應加以分析，如發現任何一支吸附管穿透至後段時，則該管不可以定量。可調整採樣泵流速或採樣時間，再重新測定。

(四)如遇到空氣樣品基質十分複雜而造成層析訊號重疊時，須在同樣層條件下以質譜儀定性。

十、精密度與準確度

(一) 精密度

(略)。

(二) 準確度

以液體標準品添加於活性碳管，檢測樣品平均回收率為 92%。

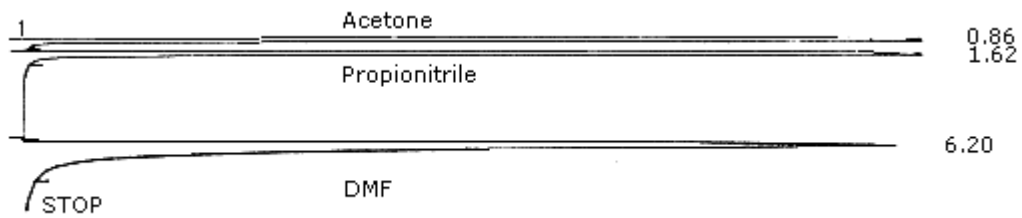
十一、參考文獻

- (一) 行政院環保署環境檢驗所，環境檢驗品質管制指引 NIEA PA101-PA107，中華民國 93 年 10 月。
- (二) U.S. Department of Labor, Occupational Safety & Health Administration, Meth.66, 1987.
- (三) Rimatori, V.; and Carelli, G.; Scan. J. Work. Environ. Health, 1982, 8, pp. 20-23.
- (四) Eberling, E. L. In "Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology", 3rd ed.; Grayson, M., Ed.; John Wiley and Sons: New York, 1980, Vol. 11, pp 263-267.
- (五) "Documentation of the Threshold Limit Values", 4th ed.; ACGIH, Cincinnati, OH, (1980), pp 147-148.

註 1：本方法所使用之化學藥品部分具有高毒性，可能對人體健康有害，進行分析實驗者儘可能避免吸入有機溶劑或直接曝露。

註 2：在樣品前處理與配置標準品時，操作人員應穿實驗衣、戴防毒口罩及手套，並在抽氣櫃中進行必要操作。

註 3：本檢測方法產生之廢液，依一般有機廢液處理原則處理。



圖一 二甲基甲醯胺層析圖(283 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，GC 條件見四.(二).2