

<p>分子式：<b>C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>(OH)(NO<sub>2</sub>)<sub>3</sub></b></p> <p>分子量：<b>229.11</b></p>	<p><b>Picric acid</b></p> <p>參考資料：<b>S228(11/25/77)</b></p> <p>編輯日期：<b>9/16/91</b></p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：0.1 容許濃度標準(TLV)</p> <p>NIOSH：0.1 mg/m<sup>3</sup></p> <p>ACGIH：0.1 mg/m<sup>3</sup></p> <p>勞委會：0.1 mg/m<sup>3</sup></p> <p>(1ppm=9.52 mg/m<sup>3</sup>)</p>	<p>基本物性：</p> <p>無色或淡黃色結晶</p> <p>熔點 122.5℃</p> <p>加熱衝擊會爆炸</p> <p>易溶於水和有機溶劑</p>
<p>化合物別名：2,4,6-Trinitrophenol; Lyddite; Pertite; shimose; Melinite; CAS# 88-89-1</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：濾紙 (0.8µm 纖維素脂濾紙)</p> <p>流速：1.5 L/min</p> <p>採樣量：180 L</p> <p>樣品運送：避光，保持乾燥</p> <p>樣品穩定性：可穩定的保存七天</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：HPLC / UV</p> <p>分析物：Picric acid</p> <p>脫附：5 mL 的 70% 甲醇，超音波振盪</p> <p>注射量：20µL</p> <p>管柱：Merck LiChrosphere</p> <p>RP-18,5 µm partical size</p>
<p>準 確 度</p>	<p>250mm×4mm ID</p>
<p>範圍：0.036-0.189mg/m<sup>3</sup></p> <p>偏差：0.008 mg/m<sup>3</sup></p> <p>全精密度偏差(CV<sub>T</sub>)：0.082</p>	<p>偵測器：Uv @360nm</p> <p>移動相：去離子水</p> <p>標準溶液：Picric acid 溶於甲醇</p>

	檢量線範圍：0.599-9.36ug/樣品 預估偵測極限：0.599ug/mL 分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：1.81%
適用範圍：180 L 的空氣樣品的有效分析濃度範圍為 0.036-0.189 mg/m <sup>3</sup> 。	
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 Picric acid 相同時會造成干擾。	
其它方法：本方法是沿革 Ns228 分析方法。	

## 1. 試藥

- 1.1 分析物：苦味酸
- 1.2 移動相：去離子水
- 1.3 純水。
- 1.4 標準溶液：以 70%甲醇將 Picric acid 稀釋成 25mL。
- 1.5 甲醇：HPLC 級

## 2. 設備

- 2.1 捕集設備：PTFE 濾紙，0.8μm，37mm 及運送濾紙之濾紙匣，見採樣通則。
- 2.2 個人採樣泵：流速約 1.5 L/min。
- 2.3 HPLC; UV detector；含積分儀及管柱。
- 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 1.5 L/min，總採集空氣量約為 180L。

## 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 70%甲醇，並搖動試管。
- 4.3 以超音波振盪萃取法將試管振盪 5 分鐘後。
- 4.4 將試管離心(3000 回轉速度,5 分鐘)。

4.5 取 1.0mL 的上清液入 2mL 的小瓶中。

4.6 蓋上瓶蓋進行分析。

\* 建議：添加的脫附劑(70%甲醇)減量至 2-3mL，相對以增加其濃度。

## 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 70%甲醇(脫附劑)的 25 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度，所建立檢量線之濃度範圍約為 0.599-9.36 $\mu$ g/mL。注意：至少應配置五種不同濃度的標準溶液測試分析，以建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰高度對分析物的濃度，繪製檢量圖。

### 5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 以微量注射器取適量的分析物，直接滴於濾紙上。

5.2.3 濾紙盒加蓋後，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 Merch Lichrosphere

RP-18, 5 $\mu$ m partical size

移動相 Distilled water

流速 (mL/min) 0.7 mL/min

溫度 (°C) 常溫

---

### 6.2 大約滯留時間 (retention time)

---

化 合 物 分鐘

---

Picric acid 3.33

---

### 6.3 脫附效率\*

化 合 物	相當採樣量 (L)	脫附濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	脫附效率 (%)	CV <sub>1</sub> (%)
Picric acid	180	1.8-7.2	0.908	1.81

\*PTFE，0.8 $\mu\text{m}$ ，37mm 的纖維素脂濾紙。

6.4 注射樣品 20 $\mu\text{L}$  進入 HPLC，使用自動注射器或採用手動注射器(loop cut)。

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( $\mu\text{g}$ ) - 空白樣品( $\mu\text{g}$ )

脫附效率= \_\_\_\_\_

添加重量( $\mu\text{g}$ )

### 7.2 空氣採樣中實際量計算：

測量的量( $\mu\text{g}$ )

空氣中實際量 ( $\mu\text{g}/\text{每個樣品}$ ) = \_\_\_\_\_

脫附效率

### 7.3 濃度計算：

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

W：脫附效率校正後之分析濃度( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )

B：現場空白樣品

V：採集氣體量(L)

## 8. NIOSH S228 分析方法

8.1 本分析方法是參照 S228 的分析方法

### 8.2 儀器分析條件

方法：HPLC

脫附：5mL 70% 甲醇

注射量：20 $\mu$ L

管柱： $\mu$ Bondapak C18 不銹鋼管，30cm $\times$ 3.9mm ID

移動相：70% 甲醇

流速：1mL/min

偵測器：uv, 360nm

檢量線範圍：0.036-0.189 mg/m<sup>3</sup>

分析精密度偏差(CV<sub>1</sub>)：3.0%

全精密偏差(CVT)：0.082

### 8.3 NIOSH S228 分析方法評估

22°C，772mm Hg，180L 空氣樣品，本方法有效濃度範圍是 0.036-0.189 mg/m<sup>3</sup>，方法偵測極限可達 10mg/mL。

### 8.4 其他驗證分析方法。

	測試 1
儀器	HPLC/UV
脫附	5 mL 70% MeOH 水溶液
注射量	20 $\mu$ L
管柱	Merck Lichrosphere RP-18, 5 $\mu$ m partical size, 250mm $\times$ 4mm ID
移動相	甲醇：水 = 70%：30%
偵測器	UV, 280nm
平均脫附效率	88.4%
平均 CV <sub>1</sub> 值	2.91%
滯留時間	1.85 分鐘

## 9. 文獻

[1] Documentation of NIOSH Validation Tests , National Institute for Occupational Safety and Health,Cincinnati ,Ohio (DHEW-NIOSH-Publication No.77-185),1977.Available from Superintendent of Documents,Washington,D.C., Order No.017-033-00231-2.

[2] S228 Backup Data Report for Picric acid ,prepared under NIOSH Contract No. 210-76-0123,November 25,1977.

[3] 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、陳以新、廖芳足、姜曉芳

驗 證 人：張恆諄、郭珍蘭、張火炎、楊淑瑤

苦 味 酸  
採樣及分析流程圖

