

行政院勞工委員會採樣分析參考方法

2320奧黃

Auramine

容許濃度 勞委會：不得檢出 OSHA：無 NIOSH：無 ACGIH：無 基本物性： 液態，密度與水相似 沸點：267°C 熔點：黃色粉末	參考資料：美國氰胺公司 IDN693(07/02/85) 分子式： $(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CNHC}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2 \cdot \text{HCl}$ ； $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{N}_3 \cdot \text{Cl-H}$ 分子量：303.84 別名：Aniline, 4,4-(imidocarbonyl)bis(N,N-dimethylaniline) monohydrochloride CAS No.：2465-27-2 RTECS No.：BY3675000
---	--

採 樣	分 析
採樣介質：37mm鐵弗龍濾紙(1 μm) 流 率：1-2 L/min 採樣體積：480-960 L(採足8小時) 樣品運送：例行性 樣品穩定性：21天，避光保存 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上。	方 法：UV/Vis 分 析 物：奧黃 脫 附：10 mL 3A Alcohol，放置30分鐘 波 長：430nm 光 徑：1cm 標準樣品：分析物溶於去離子水再以3A Alcohol稀釋 檢量線範圍：0.34~34.0 μg/mL 可量化最低濃度：0.34 μg/mL 分析變異係數(CVa)：4.2%
準 確 度[1]	
範 圍：1.9~33mg/m ³ 偏 差：不顯著 總變異係數(CV _T)：5.4%	

適用範圍[1]：480L空氣樣品，其有效分析範圍為1.9~33mg/m³。

- 干 擾：
1. 樣品在運送過程中若含有其它化合物時則會干擾樣品的分析結果。
 2. 用UV分析時若其它化合物在相同波長有吸收則會對分析結果造成干擾，可利用標添加法，消滅干擾的問題。
 3. 本化合物於我國法規規定為不得檢出之致癌性物質，得用更精密之分析儀器如LC-MS檢測力。

安全衛生注意事項：奧黃屬丙類第二類特定化學物質，於危險物有害物通識規則屬第六類毒性物質，為致癌物。CS₂具第三類易燃液體及第六類毒性物質之特性準備樣品時應置於陰涼且通風良好處，並遠離火源；使用時應配戴護目鏡、口罩及手套。並在通風良好的排煙櫃中進行。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：3A Alcohol(即Ethanol內含 5% Methanol)。
- 1.2 分析物：奧黃（試藥級）。
- 1.3 儲備溶液：以本方法為例，秤取約680mg的奧黃，並將其溶於100mL的脫附劑中。

2. 設備

- 2.1 採集設備：37mm鐵氟龍濾紙(1 μ m)，見通則之採集介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約1~2 L/min。
- 2.3 分光光度計：備有10mm 石英容槽。
- 2.4 24 mL棕色玻璃瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 2 mL吸管和吸球。
- 2.6 5，10，25，100 μ L之注射針筒。
- 2.7 10 mL的棕色量瓶。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見通則之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為1~2 L/min，採集體積約480L~960L(採足8小時)。
- 3.3 採集後之樣品須以鋁箔紙包裝，避免陽光照射。

4. 回收率測定及樣品脫附

4.1 回收率測定

4.1.1 見通則之脫附效率。

4.1.2 打開濾紙匣。

4.1.3 以微量注射器取適量的分析物直接注在濾紙上，然後使其自然風乾。
。奧黃的添加量為 $6.8\sim 27.2\ \mu\text{g}$ 。

4.1.4 將濾紙匣蓋上，並以石臘薄膜(parafilm)加封，靜置過液。

注意：靜置過液時須避光。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將濾紙捲成圓筒狀後放至乾淨的 24mL 玻璃瓶中。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑10 mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 靜置30分鐘，並偶爾搖動。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見通則之檢量線製作與品管。

5.1.2 以注射針筒吸取已知量的儲備溶液至10 mL 的棕色量瓶，再稀釋至其刻度立即蓋上瓶蓋。所建立之檢量線濃度範圍約為 $0.34\sim 34.0\ \mu\text{g/mL}$ 。

(註：至少應配製5種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.3 以脫附劑為參考溶液將分光光度計設定於430nm，並歸零。

5.1.4 將樣品，檢量線標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.5 以波峰高度對分析物的濃度繪製檢量線。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	UV/Vis	
波長	430nm	
光徑	1cm	

註：以Hitachi UV-3200為例。

6.2 參考用UV分析圖譜

6.3 回收率

化 合 物	添加量 (μg)	平均回收率 (%)	分析變異係數 (CVa) (%)
奧黃	6.8~27.2	96.4	4.2

*採樣濾紙為SKC批號225-17-01，37mm Telfon濾紙

6.4 以電子積分器或其它適當方法計算高度，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

$$C = \frac{(W - B)}{V}$$

C：空氣中有害物濃度(mg/m³)

V：採集氣體體積(L)

W：樣品中分析物之質量(μg)

B：空白樣品中分析物之平均質量(μg)

8. 方法驗證

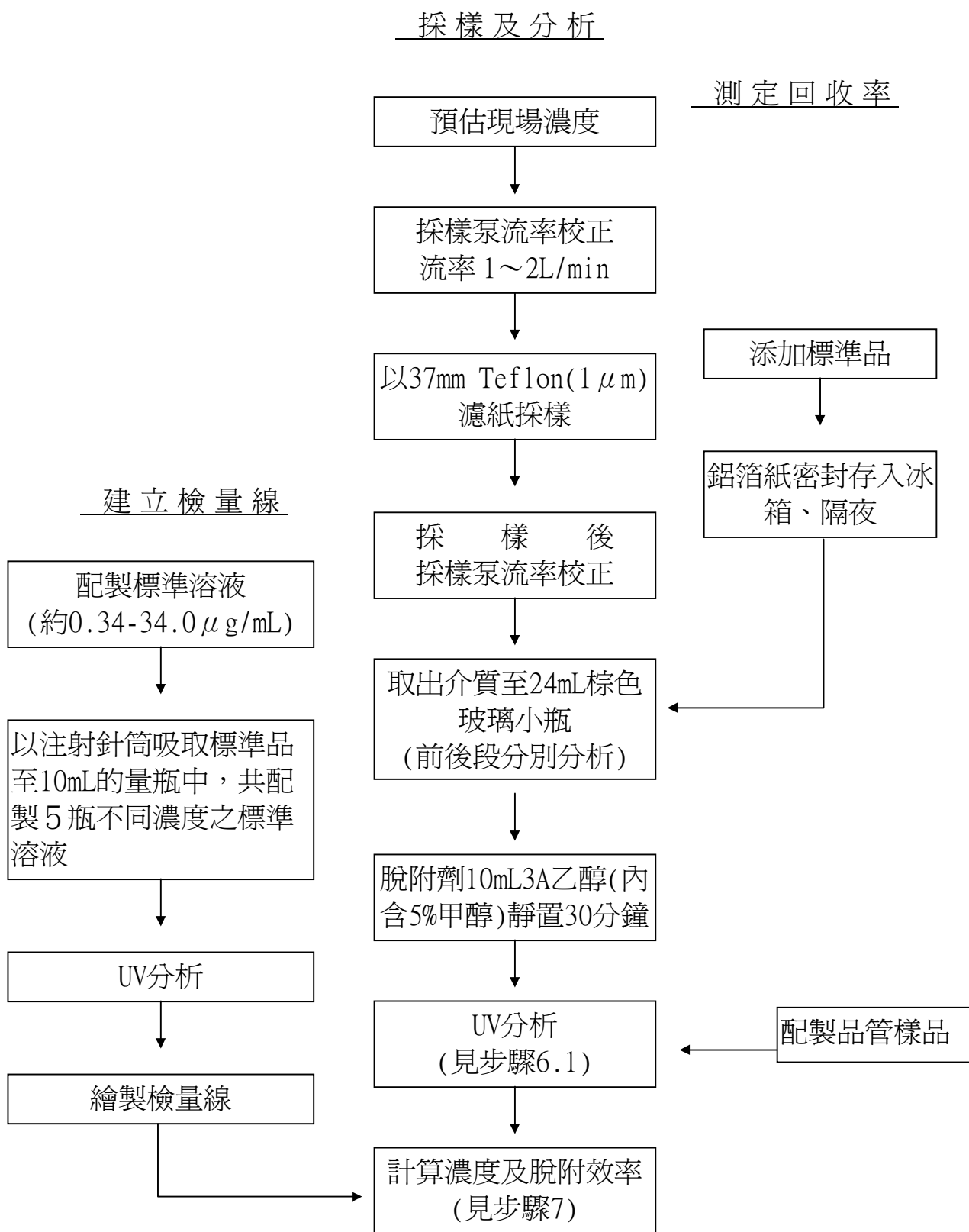
	測 試 1	測 試 2
儀 器	UV/Vis(Perkin Elmer× 6A)	UV/Vis(Hitachi UV-3200)
波長	430nm	430nm
平均回收率	101.8%	91.9%
CVa	1.6%	2.0%

10. 參考文獻

[1]American Cynamid Company Stanford Lab. method IDN 693, 1985.

[2]勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國84年6月。

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要數據

1. 本分析方法是參照美國氰胺公司 IDN 693分析方法。

2. 儀器分析條件

方 法：UV

分析物：Auramine

波 長：430nm

脫 附：10mL 3A Alcohol(內含5%methanol)

標準樣品：Auramine 溶於 3A Alcohol(內5%methanol)

分析變異係數值(CVa)：5.4%

預估值測極限：1.4 $\mu\text{g}/\text{m}^3$

*採集介質為Millipore FALP 03700，37mm之Fluoropore濾紙，孔徑1.0 μm 。

3. 方法評估

美國氰胺公司所發展之Auramine 分析方法是以Fluoropore濾紙為採樣介質，進行回收率測試。以Millipore-Q之水Auramine溶液直接添加於濾紙，經風乾後，以10mL的乙醇(內含5%甲醇)振盪30分鐘，脫附之。回收率與標準樣品比較，標準樣品係注射適量之奧黃在10mL乙醇(內含5%甲醇)而得。其結果四種不同濃度的平均回收效率為99.1%。

在空氣中形成微粒的奧黃之回收率，可以直接注射在濾紙來模擬，注射6個與480升空氣樣品中含奧黃27.5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 濃度相同的濾紙樣品，經測試其平均回收率為99.5%，奧黃的回收率可與原添加量來比較計算之。

進一步研究濕度對吸附在濾紙的奧黃微粒之穩定性，則潮濕的空氣於相對濕度為70%的空氣以1 L/min的流率抽氣7.2小時，結果在相對濕度70%下，奧黃在濾紙上是安定的，其平均回收率為100.7%。

奧黃在Fluoropore濾紙穩定性的研究，係裝備18個Fluoropore濾紙，並立即於當天分析其中3個樣品，其它濾紙則密封避光保存15天後分析，若不予避光則分析效率很差，只有59.6%的回收率，因此Auramine樣品須避光儲存。