

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA2102

4-胺基聯苯

4-Aminobiphenyl

容許濃度
勞委會：(瘤)甲類特定化學物質[4]
OSHA：—
NIOSH：—
ACGIH：致癌物（皮膚）[3]
基本物性：
固態，密度1.160g/mL @ 20°C
沸點 302°C
熔點 53°C

參考資料：P&CAM 269 (8/01/78) [1]
分子式：4-C₆H₅C₆H₄NH₂
分子量：169.23
別名：p-biphenylamine; xenylamine
CAS No. 92-67-1

採	樣	分	析
採樣介質：高效率玻璃纖維濾紙，後接矽膠管（100mg/50mg） 流 率：200mL/min 採樣時間最長 4 小時 樣品運送：密封，保存於乾冰中 樣品穩定性：收集於濾紙上的樣品，冷藏於-15°C，可保存8天，收集於矽膠管內的樣品，保存於室溫或-15°C，皆可保存14天。 現場空白樣品：每批樣品數之10%或 1至少個以上。		方 法：GC/FID 分析物：4-胺基聯苯 脫 附：0.5mL 99.5%乙醇，於間歇式振盪器1小時後，離心機離心10分鐘 注射量：1 μL 溫 度—注入口：250°C —偵檢器：250°C —10°C/分 30°C/分 管 柱一：140°C→200°C→280°C (10分) (5分) (5分) 載流氣體：氮氣，8.1mL/min 管柱：fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53mm ID 標準樣品：分析物溶於乙醇中 檢量線範圍：0.3~65 μg/0.5mL	
準 確 度		可量化最低濃度：0.3 μg/mL 分析變異係數(CVa)：2.6%（矽膠）；2.1%（濾紙） (CVT)	
範圍：66~720 μg/M³ 偏差：10% 總變異係數 (CV_T)：未測定 準確度：未測定		適用範圍：當以0.5mL脫附劑做樣品脫附，並注入1 μL樣品量於GC中時，其實用分析濃度範圍為0.2~50 μg/樣品，(或對50L之空氣樣品為4~1000 μg/M³)。	
干 擾：對樣品溶液中含1~2ng/μL之4-胺基聯苯(4-Aminobiphenyl)，若其中亦含各1~3ng/μL以下之1-萘酚(1-naphthol)，2-萘酚(2-naphthol)，1-萘基胺(1-naphthylamine)，2-萘基胺(2-naphthylamine)，2-硝基萘(2-nitronaphthalene)，2-硝基聯苯(2-nitrobiphenyl)，4-硝基聯苯(4-nitrobiphenyl)及3-胺基聯苯(3-aminobiphenyl)則不會形成干擾。由於3-硝基聯苯(3-nitrobiphenyl)與4-胺基聯苯(4-aminobiphenyl)的滯留時間相同會形成干擾；此種因與分析物具相同滯留時間的干擾，可藉改變分析條件，如以不同升溫速率或使用不同之固定相的管柱來解決。		安全衛生注意事項：4-胺基聯苯為致癌物，分析使用時應小心避免人體的接觸及工作區域的感染。	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：乙醇，試藥級，99.5%。經再蒸餾後使用。（蒸餾時，使用玻璃器皿）。
- 1.2 丙酮，經再蒸餾後使用。（蒸餾時，使用玻璃器皿）
- 1.3 甲醇
- 1.4 分析物，4-胺基聯苯。
- 1.5 氮氣或氬氣。
- 1.6 氫氣。

1.7 經過濾之空氣。

2. 設備

2.1 採集設備：高效率玻璃纖維濾紙，後接矽膠管（100mg/50mg），串聯在三段式個人採樣器上，參考圖 1，見通則之採樣介質。

2.2 個人採樣泵：流率為0.2 L/min。

2.3 氣相層析儀，備有火焰離子化偵測器（FID）、積分器，以及管柱。

2.4 1 mL 試管，附有PE（polyethylene）的蓋子。*

2.5 1 mL 玻璃小瓶（vials），備有聚四氟乙烯（PEFE）內襯的蓋子。*

2.6 1 mL 吸管和吸球。*

2.7 5,10 μ L之注射針筒。

2.8 醫藥用小型離心機。

2.9 試管振盪器，渦動式。

* 所有分析用的玻璃器皿，必需用清潔劑清洗，先以自來水再用蒸餾水沖洗最後以甲醇淋洗。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連接三段式採樣器上，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200mL/min，採樣時間不超過4小時。

3.3 將採集之樣品以塑膠蓋蓋緊密封，存於單獨的空器中，以乾冰冷藏，運送至實驗室，並保存於冷凍庫中，至分析前取出。

3.4 空白樣品的採集步驟與樣品採集相同，但不抽入空氣。

3.5 記錄採樣現場之溫度、壓力及濕度。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見通則之脫附效率。

4.1.2 將矽膠管兩端切開，將前段矽膠倒入 1mL之小玻璃瓶中；另將玻璃纖維濾紙置入另一個 1mL之小玻璃瓶中。

4.1.3 以微量注射器取10 μ L內含適量的分析物，分別注入盛有矽膠及玻璃纖維濾紙的小玻璃瓶中。添加量每樣品大約為0.4~1.6 μ g。

4.1.4 蓋緊瓶蓋，置於冰箱冷凍庫中過夜。

4.1.5 同時製備空白樣品（不添加分析物），與樣品相同之處理步驟。

4.1.6 以 0.5mL脫附劑脫附後進行分析。

4.2 樣品脫附

4.2.1 將三段式個人採樣裝置之塑膠蓋打開，將玻璃纖維濾紙及前段 100 mg部分之矽膠倒入同一個 1mL小瓶中。後段之 50mg部分的矽膠倒入另一個1mL小瓶中。此二樣品應分開分析。

4.2.2 每一小瓶中加入0.5mL乙醇脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 將小瓶置入間歇式振盪器中1小時，然後以離心機離心10分鐘。

注意：將樣品存冷凍庫中，直至分析前取出。

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 以注射針筒直接注入含有 1 mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.6~130 μ g/mL。

（註：至少應配製5種不同濃度，以建立檢量線。）

5.1.3 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.4 以波峰面積（或高度）對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見通則之檢量線製作與品管。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	fused silica WCOT, DB-1 30m× 0.53mm ID	
流率		
空氣	22 psi	
氫氣	20 psi	
氮氣	8.1mL/min	
溫度 (°C)		
注入口	250°C	
偵檢器	250°C	
管 柱	140°C $\xrightarrow{10^{\circ}\text{C}/\text{分}}$ 200°C $\xrightarrow{30^{\circ}\text{C}/\text{分}}$ 280°C (10分) (5分) (5分)	

註：以PE8700為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

6.2 大約滯留時間

化 合 物	滯留時間(分鐘)
4-胺基聯苯	19.9

6.3 脫附效率

化 合 物	脫附濃度 ($\mu\text{g/mL}$)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 (CVa) (%)
4-胺基聯苯 (4-aminobiphenyl)	0.8~3.2	94.9	^a 2.6
4-胺基聯苯 (4-aminobiphenyl)	0.8~3.2	105.3	^b 2.1

a. SKC 目錄號碼#226-47矽膠管，批號698或同等品。

b. SKC 目錄號碼#225-16高效率玻璃纖維濾紙，批號682211或同等品。

6.4 注射樣品進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術 (solvent flush injection technique) —10 μL 之注射器先以丙酮沖刷數次濕潤針管與活塞，取3 μL 乙醇溶劑後，吸入0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入1 μL 樣品後，在空氣中後退1.2 μL ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔1.9~2.1 μL 。

6.5 計算：以電子積分器及其他適當之方法計算面積（波峰高度），分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

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

C：空氣中有害物濃度（ $\mu\text{g}/\text{M}^3$ ）

V：採集氣體體積（L）

W_f：前段矽膠管及玻璃纖維濾紙上所含分析物質量（ μg ）

W_b：後段矽膠管及玻璃纖維濾紙上所含分析物質量（ μg ）

B_f：現場空白矽膠管前段之算術平均質量（ μg ）

B_b：現場空白矽膠管後段之算術平均質量（ μg ）

BFLT：現場空白玻璃纖維濾紙之算術平均質量（ μg ）

註：如W_b > (W_f/10)即表破出，樣品可能有損失

8. 高溼環境下破出測試與樣品貯存穩定性測試

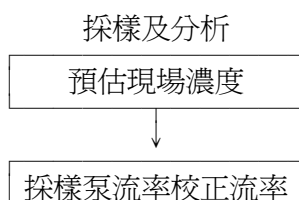
採集在前段矽膠管中的4-胺基聯苯蒸氣，隨採樣時空氣中的相對濕度增加而減少。曾於30℃、80%相對濕度環境中，含600 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ 之4-胺基聯苯狀況下，採集45L的空氣樣品，分析結果顯示，於後段矽膠管中的分析物含量低於4%。而於30℃、50%相對濕度環境中，含800 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ 的分析物狀況下，採集90L的空氣樣品，分析結果顯示，後段矽膠管中無法測出分析物。

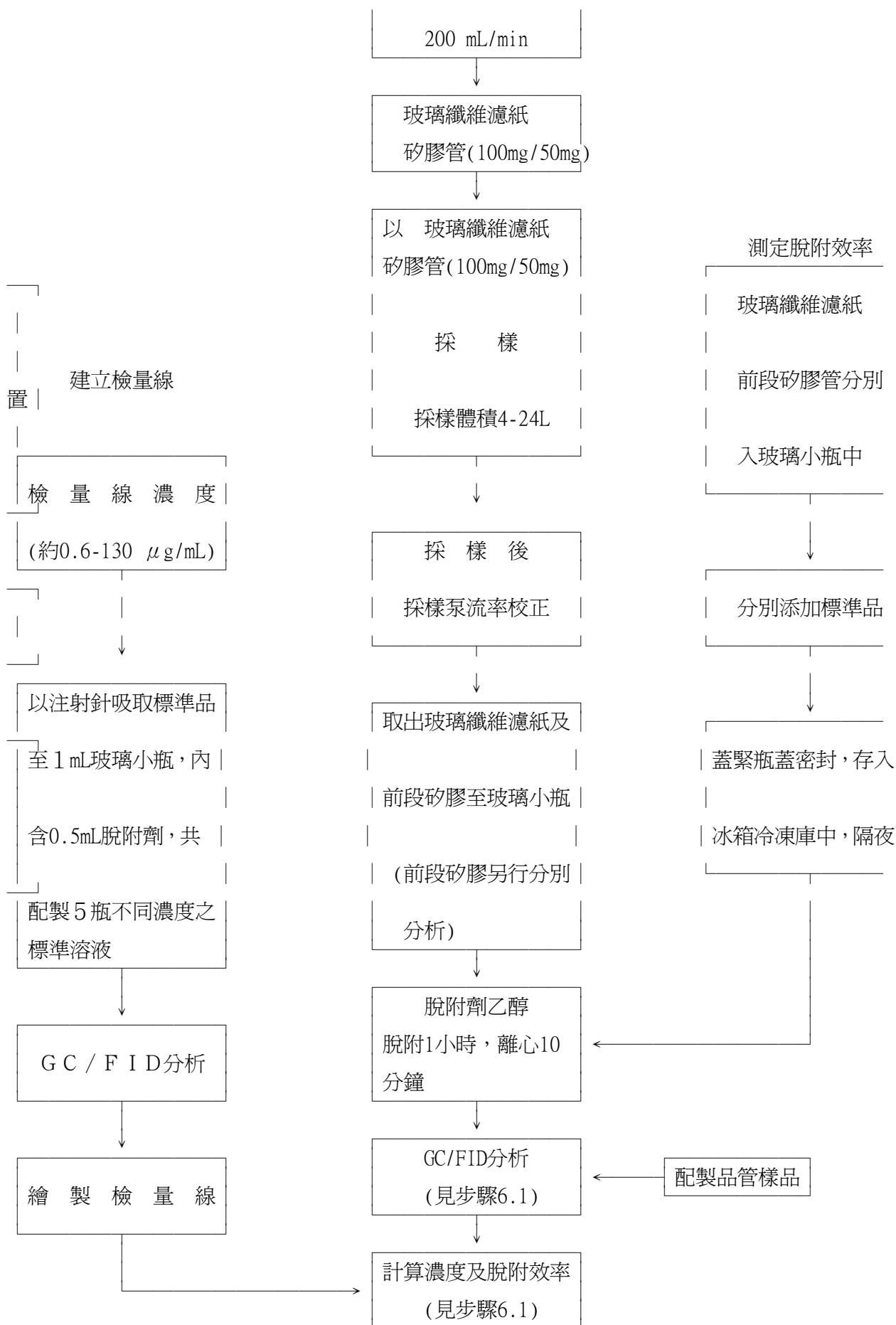
於玻璃纖維濾紙中分別添加0.3及2 μg 的分析物，試驗儲存於24℃的溫度，儲存期間為三天時，其回收率分別為55%（0.3 μg ）及93%（2 μg ）；當儲存期間為14天時，其回收率分別為7%（0.3 μg ）及62%（2 μg ）。另一試驗則儲存於-15℃的溫度，儲存期間為三天時，其回收率分別為91%（0.3 μg ）及99%（2 μg ）；當儲存期間為14天時，其回收率分別為71%（0.3 μg ）及94%（2 μg ）。當分析物添加於濾紙上，保存在-15℃溫度，保存8天以內，則添加量分別為0.3 μg 及2 μg 都可得到 $\geq 75\%$ 之回收率。對矽膠管，分別添加0.3 μg 及2 μg ，不論保存於24℃或-15℃，經14天的保存，都可得到 $\geq 83\%$ 的回收率。

9 文獻

- [1] NIOSH P&CAM 269, 4-Aminobiphenyl, 8/1/1978。
- [2] Morales, R, J. F. Stampfer, Jr., R. E. Hermes, E. E. Campbell, and H. J. Ettinger, "Development of sampling and Analytical Methods for Carcinogens, October 1, 1976-December 31, 1977," Progress Report LA-7375-PR, National Technical Information Service, Springfield, Virginia, 1978。
- [3] ACGIH, 1990-1991 Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices。
- [4] 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. 本分法主要是參考NIOSH P&CAM 269分析法
2. 本分析方法是將空氣樣品經由三段式個人採樣器（如圖 1）採集，包含第一段高效率玻璃纖維濾紙及100mg/50mg二段矽膠管，採集環境空氣中含4-胺基聯苯的霧滴及蒸氣。

3. 儀器分析條件

方 法：GC/FID，低濃度時偵測Attenuation 1× 2

分析物：4-胺基聯苯

脫 附：0.5mL異丙醇

注射量：1.0 μ L

溫度

— 注入口：210°C

— 偵檢器：200°C

— 管 柱：190°C

火焰氣體：空氣 378mL/min

氫氣 85mL/min

管 柱：1.8m× 2mm ID× 6.4mm OD謎 獮W，填充3% OV-225 on
80/120 mesh Supelcoport

標準樣品：分析物溶於0.5mL異丙醇中

範 圍：0.2~50 μ g/樣品

預估偵測極限：0.05 μ g/樣品

分析變異係數(CVa)：0.1%