

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2332

硝基苯

分子式：C ₆ H ₅ NO ₂ 分子量：123.11	Nitrobenzene 參考資料：NIOSH 2005 (5/15/84) 編輯日期：07/05/90
容許濃度標準(TLV) OSHA：1 ppm(皮膚) NIOSH：無 ACGIH：1 ppm(皮膚) 勞委會：1 ppm(皮膚) (1 ppm=5.03 mg/m ³ @NTP)	基本物性： 密度：1.204 g/mL @20 沸點：211°C，熔點：5°C 蒸氣壓：37 Pa(0.28 mmHg) @25°C
別名：CAS #98-95-3	
採 樣	分 析
採樣介質：矽膠(150 mg/75 mg) 流速：0.01~1 L/min 採樣量：—最小：10L —最大：150L 樣品運送：密封 樣品穩定性：未測定 現場空白樣品：樣品數的 10%(≥2)	方法：GC/FID 分析物：硝基苯 脫附：1 mL 甲醇，超音波水浴震盪 1 小時 注射量：1μL 分析溫度：見表 1 載流氣體：氮氣，6.67 mL/min 管 柱：fused silica WCOT, DB-WAX
準 確 度	
範圍：3~12 mg/m (55 L) [1] 偏差：不顯著 全精密度偏差(CV _T)：參考方法評估	30 m×0.53 mm ID 標準樣品：分析物溶於甲醇中 檢量線範圍：表 3

	預估偵測極限：表 3
	分析精密度偏差(CV ₁)：表 4
適用範圍：此方法利用採樣吸附和藉著 GC 分析條件的設定可同時測 2 種或 2 種以上的分析物。	
干擾：25 L 空氣樣品，本方法之有效分析範圍為 2~56 mg/m ³ (0.4~11 ppm)之硝基苯(nitrobenzene)，高濕度狀況的採樣，會大幅降低破出體積。於 0.2 L/min 之速度，短時間(15 分鐘)採樣，可用於測定是否合於 STEL 規定。	
方法來源：本方法是沿革 NIOSH S217 分析方法。	

1. 試藥

- 1.1 甲醇：層析分析級。
- 1.2 分析物：硝基苯*。
- 1.3 苯*。
- 1.4 正己烷*。
- 1.5 檢量儲備溶液(calibration stock solution), 10 mg/mL，每一種分析物皆以甲醇配製。
- 1.6 脫附效率儲備溶液。硝基苯，60 mg/mL 於正己烷中。
- 1.7 純化的氫氣。
- 1.8 預先純化的氫氣。
- 1.9 經過濾的空氣。

* 分析物有劇毒及刺激性。操作時小心，不要進入眼睛，及與皮膚或衣物接觸。硝基苯及間硝基甲苯能被皮膚吸收而引起敗血病[3,4]，苯為可疑致癌物，正己烷極易燃起火。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：矽膠管 150 mg/75 mg，見採樣介質通則。
- 2.2 個人採樣泵：流速約 10~1000 L/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火燄離子化偵測器(FID)，積分器，以及管柱。
- 2.4 2 mL 玻璃小瓶(vials)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 ml 吸管和吸球。
- 2.6 10, 100 μ L 之注射針筒。
- 2.7 量瓶。
- 2.8 超音波震盪器。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，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 10~200 L/min，以採集硝甲苯異構物。定流量 1000 mL/min(或較少)以採集硝基苯及對硝基氯苯，最高及最低採樣體積。請參考 N2005-1 頁。

3.3 以塑膠蓋封口。

4. 樣品準備

4.1 打開矽膠管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之矽膠倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之 PU 泡綿，後段之矽膠倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 的甲醇，立即蓋上瓶蓋。

4.3 置入超音波震水浴中 60 分鐘。

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有甲醇的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。硝基苯濃度範圍約為 0.00632~1.68 mg/mL。每日配製不同濃度之標準溶液至少 5 瓶以查核。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積對分析物的含量(mg)，繪製檢量圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將矽膠管兩端切開，倒出後段之活性碳，丟棄。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物 2~10 μ L，直接注入前段的矽膠上。每樣品添加量硝基苯約為 0.025~0.10 mg。

5.2.4 以塑膠蓋及石蠟膜(parafilm) 封管，靜置過夜。

5.2.5 脫附劑脫附後進行分析

5.2.6 以脫附效率(D.E.)相對於分析物回收毫克數作圖。

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 GC/FID, PERKIN ELMER 8410,
管柱 fused silica WCOT, DB-WAX
30 m×0.53 mm ID
流速(mL/min)
空氣 20 psi
氫氣 20 psi
氮氣 6.67
溫度 (°C)
注射器 250°C
偵測器 270°C
5°C/分
管柱 70°C—————150°C
(2分)

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化合物分鐘

甲醇 0.94

苯 與甲醇重疊

正己烷 與甲醇重疊

硝基苯 9.79

6.3 脫附效率*

化合物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (µg/mL)	脫附效率 (%)	CV ₁ (%)
-----	--------------	--------------	-----------------	-------------	------------------------

nitrobenzene	1	5-20	0.025-0.1	101.88	3.12
--------------	---	------	-----------	--------	------

* SKC 批號 563 矽膠管

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)－10uL 之注射器先以溶劑(CS₂)沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μL 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 2 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。

(注意：若波峰面積超過配製標準溶液的線性範圍，以甲醇稀釋之，再分析，計算時將稀釋倍數算入)。

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

7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位：L)

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V} \text{ mg/m}^3$$

W_f：前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b：後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f：現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b：現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 W_b > W_f / 10 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH5013 分析方法評估

8.1 本分析方法是綜合下列諸方法而成，S217, S218 及 S223[2]。

8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

分析物：硝基苯

脫附：1 mL 甲醇，超音波水浴震盪 1 小時。

注射量：5 μ L, 以 3 μ L 溶劑沖刷注射

溫度：如下表

載流氣體：氮氣，30 mL/min

管柱：不銹鋼管，3m \times 2mm ID，填充 10% FFAP on 100/120 mesh Chromosorb WHP，分析硝基苯。

標準樣品：分析物溶於甲醇中

範圍：見表 1

預估偵測極限：見表 1

分析精密度偏差(CV₁)：見方法評估

8.3 NIOSH 2005 分析方法評估

NIOSH 標準方法 S217(硝基苯)1975 年 11 月 21 日公佈，測定範圍及精密度偏差見表 2。硝基苯的測定平均脫附效率為 100%(脫附時沒有用超音波震盪)，在測試條件下之破出量(即矽膠管出口端之氣體濃度為測試氣體濃度之 5%)，硝基苯大於 2.8 mg。

8.4 其它驗證分析方法

8.4.1 分析條件

	測試 1
儀器	GC/FID
溫度	
注射器	225 °C
偵測器	250 °C
管柱	85°C持續 10 分鐘
速度(mL/min)	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	13.5
管柱	fused silica WCOT, DB- WAX 30m \times 0.53 mm ID
平均脫附效率	102.65%

平均 CV ₁ 值	2.0%
----------------------	------

9. 高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

以往射針驅動法(syringe drive method)產生標準氣體，並於 30°C，80%RH 高濕環境下進行採樣測試，則 10.8 mg/m³Nitrobenzene，分別於 930 mL/min，採樣流速下進行破出測試，則於採集時間於 240 分鐘後均未來破出現象產生，其建議破出體積分別為 148.8 L。由實驗顯示，在高濕環境下採集樣品，並進行樣品貯放穩定測試，則經冷藏貯存 15 天後，其回收率仍可達 100%。

10. 文獻

- [1] Documentation of the NIOSH Validatin Tests, S217, S218 andS223, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC20402.
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 3, S217,S218 and S223, U.S. Department of Health, Education, andWalfare, Publ, (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [3] Occupational Diseases, A Guide to Their Recognition, reviseded., 235-238, 280-281, U.S. Department of Health, Education,and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-181 (1978).
- [4] NIOSH/OSH Occupatinal Health Guidelines for Chemical Hazards,Nitrobenzene, p-Nitrochlorobenzene and Nitrotolulene, U.S.Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123(1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Super=intendent of Documents, Washington, DS 20402.
- [5] Aldrich Catalog Handbook of Fine Chemicals, 1982-83, Milwaukes,WI 53233.
- [6] Riddick, J.A. and W.B. Bunger. Organic solvents, 3rd ed.,John Wiley and Sons, New York, NY (1970).
- [7] UBTL, Inc., NIOSH Sequence #3386-K (NIOSH, unpublished, March30, 1982).
- [8] 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：王文忻、黃瑞梅

驗證人：郭錦堂、王瑞筠、劉美鳳

增修日期：06/30/92

表 1 NIOSH 2005 分析條件[1,2]

化合物	溫度(t, °C)			偵測極限 (LCD)mg/樣品	測定範圍 (mg/樣品)
	管柱	注射器	偵測器		
硝基苯	160	245	275	0.02[7]	0.050~0.8

a 此 GC 條件可分離鄰、間及對硝基甲苯

表 2 NIOSH 2005 硝基苯類測試範圍及精密度偏差

化合物	測定範圍		全精密度偏差 (CV _T)	分析精密度偏差 (CV ₁)	破出體積 (L)
	(mg)	(mg/m ³)			
硝基苯	0.12~0.48 (55L)	3~12	0.058	1.0%	>223

a 於濃為 12.4 mg/m³ 之乾燥空氣中，流速為 0.93 L/min 條件下測定。

b 於濃為 52 mg/m³ 之乾燥空氣中，流速為 0.19 L/min 條件下測定。

c 於濃為 9.9 mg/m³ 之乾燥空氣中，流速為 0.90 L/min 條件下測定。

表 4 測試分析條件

化合物	注射器	偵測器	管柱 (t, °C)	偵測極限(LCD) (mg/樣品)	測定範圍 (mg/樣品)	分析精密度 偏差 (CV ₁)
硝基苯	250°C	270°C	70°C, 2min 70~150°C, 5°C/min	0.00632	0.00632~1.68	3.12%

硝基苯
採樣及分析流程圖

