

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5011

苯胺

Aniline

容許濃度  
勞委會：2 ppm(皮)  
OSHA：5 ppm(皮膚)  
NIOSH：lowest feasible(致癌物)  
ACGIH：2 ppm(皮)  
(1 ppm=3.81 mg/M<sup>3</sup>)  
基本物性：  
密度：1.022g/mL @20°C  
沸點：184°C  
溶點：-6°C  
蒸氣壓：0.089 kPa (0.3mmHg, @20°C)

參考資料：NIOSH  
分子式：C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N  
分子量：93.13  
別名：benzenamine, aminobenzene  
CAS No.：62-53-3  
RTECS No.：BW6650000

採	樣	分	析
採樣介質：矽膠管(150 mg/75mg)		方法：GC/FID	
流量率：20~200 mL/min		分析物：Aniline	
採樣體積—最小：5 L @ 2ppm		脫附：1 mL 95%乙醇，震盪60分鐘	
—最大：30 L		注射量：5 μL	
2.8L 於30%，80% RH, @10 ppm		溫度—注入口：230°C	
樣品運送：冷藏		—偵檢器：245°C	
樣品穩定性：穩定14天，冷藏		—管柱：140°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 165°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{分}}$ 200°C	
現場空白樣品：每批樣品數的10%或二個以上。		(4分) (4分) (2分)	
		載流氣體：氮氣，30 mL/min	
準 確 度		管柱：不銹鋼管，Chromosorb 103, 80/100,	
範圍：9.5~38.2 mg/M <sup>3</sup> (20L 空氣樣品)		2mm× 3mm OD	
誤差：4.9%		標準樣品：分析物溶於95%乙醇中	
總變異係數(CV <sub>T</sub> )：6.0%	檢量線範圍	：0.02~0.5mg/mL	
準確度：15.1%		可量化最低濃度：0.02 mg/mL	
		分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：4.3%	

適用範圍：20 L的空氣樣品，本方法之有效分析範圍是0.2~4ppm(0.8~15mg/M<sup>3</sup>)。方法可用於10分鐘之最高濃度測量。本方法曾應用於作業環境之空氣濃度量測，苯胺含量為每樣品0.005~0.5mg。

干 擾：未研究，在高溼度下，矽膠的吸附能力將會大大降低。

安全衛生注意事項：苯胺危害性分類為第六類6.1組毒性物質。

註：本方法沿用NIOSH S310 [5]分析方法。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：乙醇(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) 95%，層析分析級，可內含合適的內標物。
- 1.2 正己烷：試藥級。
- 1.3 苯：試藥級。
- 1.4 乙醇：試藥級。
- 1.5 苯胺：試藥級。
- 1.6 苯胺檢量儲備溶液(calibration stock solution)：濃度102.2 mg/mL。  
配置方法是取1 mL苯胺溶於2 mL苯中，再以正己烷稀釋到10 mL。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：矽膠管(150mg/75mg)，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約10~200mL/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 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 5, 10, 25, 100  $\mu$ L之注射針筒。
- 2.7 量瓶。
- 2.8 超音波振盪器。
3. 採樣
- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，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。採樣泵流率是介於20~200 mL/min，應採集的空氣體積是5~30L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜 (parafilm) 加封。
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，倒出後段的矽膠碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量為0.08~0.30mg。
- 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜 (parafilm) 加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。
- 4.2 樣品脫附
- 4.2.1 打開矽膠碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之矽膠碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之矽膠碳倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。
- 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 1 mL，立即蓋上瓶蓋。
- 4.2.3 以超音波振盪器振盪60分後測定。
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0.02~0.5 mg/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。

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	不銹鋼管Chromosorb 103, 80/100 2m $\times$ 3mmOD	
流率(mL/min)		
空氣		300
氫氣		30
氮氣		30
溫度(°C)		
注入口		230
偵檢器		245

管 柱	20°C /分	20°C /分
	140°C → 165°C	165°C → 200°C
	(4分)	(2分)

註：以HP5890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(retention time)

化 合 物	滯留時間(分鐘)
乙 醇	0.98
苯 胺	5.44

## 6.3 脫附效率\*

化 合 物	容許濃度 (ppm)	相當採樣 體 積 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
苯 胺	2	5 ~ 30	0.08~0.30	95	4.3

\* 採樣介質為SKC批號300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）—利用10 μL之注射器先以溶劑（乙醇）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5 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4.9~5.1 μL。

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：

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

C：空氣中有害物濃度(mg/M<sup>3</sup>)

V：採集氣體體積(L)

W<sub>f</sub>：前段矽膠碳管所含分析物之質量(mg)

W<sub>b</sub>：後段矽膠碳管所含分析物之質量(mg)

B<sub>f</sub>：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B<sub>b</sub>：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W<sub>b</sub>)(W<sub>f</sub>/10)即表破出，樣品可能有損失。

## 8. 分析方法驗證

	測 試 1	測 試 2 <sup>*</sup>
儀器	CG/FID (HP5890)	GC/FID(Hitachi 263-39)
分析條件 溫度 (°C) 注入口 偵測器 管柱	230°C 245°C 140°C 持續 6.5 分鐘	270°C 270°C 170°C 持續 8.5 分鐘
流率 空氣 氫氣 氮氣	300 mL/min 30 mL/min 8 mL/min	30 psi 30 psi 8 mL/min
管柱	fused silica WCOT DB-530 30m x 0.53 mmID	fused silica WCOT DB-530 30m x 0.53 mmID
平均脫附效率	95%	95.6%
平均CVa值	4.2%	2.6%
註:(苯胺滯留時間)	5.1分鐘	4.5分鐘

\*內標物為toluidine

## 9. 高濕環境破出測試與樣品貯放穩定性測試

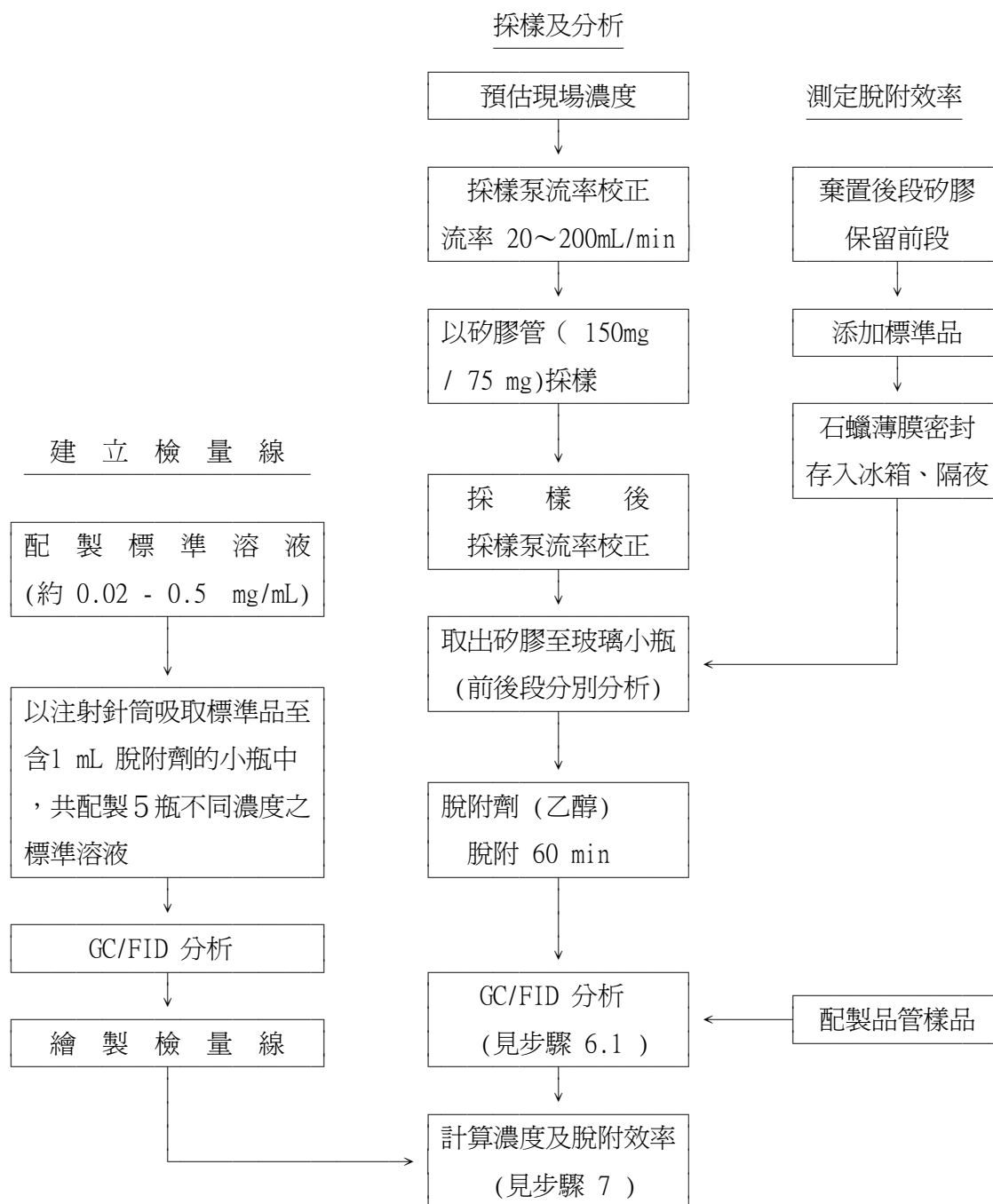
本方法評估是以擴散管法產生標準氣體，並於30°C，80% RH 高濕環境下進行6個樣品之破出測試；苯胺測試濃度為 10 ppm，採集流率為 100 mL/min，經 42 分鐘後有5%破出現象產生，故建議最大採樣體積為2.8L。在高濕環境採集36個樣品，進行14天樣品貯存穩定性測試，於樣品之，於冷藏下貯存樣品之回收率為 90 %。

## 10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 5011, 1994.
- [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。
- [3] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977。
- [4] UBTL, Inc., Sequence #2300-S, Aniline (May 15, 1980), and Sequence #2551-M, o-Toluidine (August 28, 1980) (NIOSH, unpublished).
- [5] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 3, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [6] Ibid., Vol. 4, P&CAM 280, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175, 1978.
- [7] Ibid., Vol. 1, P&CAM 168, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157A, 1977.
- [8] Campbell, E. E., G. O. Wood and R. G. Anderson. Los Alamos Scientific Laboratory Progress Reports LA-5104-PR, LA-5164-PR, LA-5308-PR, LA-5389-PR, LA-5484-PR and LA-5634-PR, Los Alamos, NM (November, 1972; January, 1973; June, 1973; August, 1973; December, 1973; and June, 1974.

- [9]Registry of Toxic Effects of Chemical Substances, 1979 eds., Vols. 1 and 2, U. S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-111, 1980.
- [10]NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Harzards ,Aniline and o-Toluidine, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123,1981。
- [11]勞工作業環境空氣中有毒物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國74年4月。
- [12]NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, 1985.

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NIOSH 2002分析方法而成。

## 2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 95%乙醇，置於超音波震盪器震盪1小時

注射量：5  $\mu$ L

溫 度—注入口：230°C

—偵檢器：245°C

—管 柱：165°C

管 柱：不銹鋼管，0.6m $\times$  3mm OD，填充80/100 mesh Chromosorb 103

標準樣品：分析物溶於95%乙醇中

測試範圍：0.1~3 mg/樣品

可量化最低濃度：0.01 mg/樣品

分析變異係數(CVa)：1.3% @0.20~0.82 mg/樣品

## 3. NIOSH 2002分析方法評估

方法S310發佈於1977年，對濃度9.5~38.2 mg/M<sup>3</sup>的氣體，採樣體積20 L，其平均回收率是98~100%。38 mg/ 苯胺氣體，以200 mL/min之流率採樣，220分鐘後，有破出現象（即矽膠管出口端之氣體濃度為測試氣體濃度之5%）。添加1.6~6.4 mg的苯胺到SKC批號300的矽膠中，其平均脫附效率為96.4%，分析變異係數(CVa)是1.3%（18個樣品）。

在分析能力比試計畫(PAT)中，添加0.20~0.82 mg的苯胺於矽膠管中，其脫附效率為97%~100%。