

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

2103

4-硝基聯苯

4-Nitrodiphenyl

容許濃度

參考資料：P&CAM 273 (08/01/78)[1]

勞委會：(皮膚，致腫瘤物)

分子式：C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>；H(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>)<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

OSHA：致癌物

分子量：199.2

NIOSH：—

別名：p-phenylnitrobenzene，PNB

ACGIH：—

CAS No：92-93-3

基本物性：固態

沸點：340°C(760mmHg)

223.7°C~224.1°C(130mmHg)

熔點：113.7°C，可溶於乙醇、三氯甲烷及醚類

採

樣

分

析

採樣介質：玻璃纖維濾紙(13mm)及矽膠管(100mg/50mg),見圖一

方法：GC/FID

流率：10~200mL/min

分析物：4-Nitrodiphenyl

採樣時間：不超過四小時

脫附：1mL乙醇，振盪一小時

樣品運送：密封，置於乾冰中

注射量：2 μL

樣品穩定性：收集於濾紙及矽膠管上的樣品，在28天內，於24°C下，

溫度—注入口：220°C

可有≥93%之回收率

—偵檢器：250°C

現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上

—管柱：220°C，恆溫持續15分鐘

準確度 [1]

載流氣體：氮氣，1kg/cm<sup>2</sup>

範圍：120~600 μg/m<sup>3</sup>

管柱：Fused silica WCOT DB-1

偏差：8.0%

30m× 0.53mmID

總變異係數值(CVT)：未測定

標準樣品：分析物溶於乙醇中

準確度：未測定

檢量線範圍：1.0~10 μg/mL

可量化最低濃度：0.1 μg/mL

分析變異係數(CVa)：8.0%

適用範圍：50L空氣樣品，濃度範圍4-2200 μg/m<sup>3</sup>，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0.2~110 μg/樣品。

干擾：對樣品溶液中含1-2 μg/μL之4-硝基聯苯，若其中亦含以下之1-萘酚(1-naphthol),2-萘酚(2-naphthol),1-萘胺(1-naphthylamine),2-萘胺(2-naphthylamine),二硝基萘(2-nitronaphthalene)及二硝基聯苯(2-nitrobiphenyl)各1-3 μg/μL,可改變分析條件解決干擾，例如以不同之升溫程式或使用不同之固定相的管柱。

安全衛生注意事項：4-硝基聯苯已於1974被OSHA列為致癌物，準備樣品及標準品時，需小心避免與人體的接觸，和工作場所的污染，並應於通風良好之氣櫃中進行。

1.試藥

1.1 脫附劑：99.8%之無水乙醇，層析級試藥。

1.2 分析物：4-硝基聯苯，層析級。

1.3 丙酮，層析級。

1.4 乙醇。

1.5 氮氣。

1.6 氫氣。

1.7 經過濾之空氣。

2.設備

2.1 採集設備：玻璃纖維濾紙(13mm)加矽膠管(100mg/50mg)，見通則之採樣介質。

2.2 個人採樣泵：流率約10~200 mL/min。

2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器(FID)、積分器，以及管柱。

2.4 2mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。

2.5 1 mL定量吸管和吸球。

2.6 5、10、25及100  $\mu$ L之注射針筒。

2.7 10 mL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。採樣泵流率為10~200 mL/min，採樣時間不超過四小時。

3.3 採樣器封口封妥，以內置乾冰包裝運送。

### 4.脫附效率測定及樣品脫附

#### 4.1 脫附效率測定

4.1.1 見脫附效率通則。

4.1.2 將矽膠管一端取出四氟乙烯，不銹鋼網後，以微量注射器取適量的分析物，直接注入，添加量為1  $\mu$ g~4.0  $\mu$ g。

4.1.3 將玻璃纖維濾紙裝於另一個2mL玻璃小瓶中。

4.1.4 以微量注射器取適量的分析物，直接注入盛有玻璃纖維濾紙的玻璃小瓶中，添加量為1  $\mu$ g~4.0  $\mu$ g。

4.1.5 蓋緊瓶蓋，並以石蠟薄膜加封，靜置過夜。

4.1.6 脫附劑脫附後，進行分析。

#### 4.2 樣品脫附

4.2.1 將樣品置於冷凍庫中，在分析前於乾燥器內回復至室溫。

4.2.2 以濾紙夾將濾紙固定器中取出，放入2mL玻璃小瓶中。

4.2.3 從矽膠管中段之鋼網處切開，取出矽膠，倒入2mL的玻璃小瓶，此二樣品應分開分析。

4.2.4 每一玻璃小瓶中，加入1.0mL脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.2.5 振盪60分鐘。

### 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 加已知量的標準品於盛有10mL脫附劑的密封小玻璃瓶中，再稀釋至其刻度。濃度範圍約為1~10  $\mu$ g/mL，配製不同濃度之標準溶液至少五瓶。

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 $\times$ 0.53mm ID
流率(Kg/cm <sup>2</sup> )	
空氣	0.5kg/cm <sup>2</sup>
氫氣	0.7kg/cm <sup>2</sup>
氮氣	1.0kg/cm <sup>2</sup>
溫度(°C)	
注入口	220°C
偵檢器	250°C
管柱	220°C，恆溫，15分鐘

註：以Shimadzu GC14A 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	0.5
4-硝基聯苯	2.5

## 6.3 脫附效率

化合物	容許濃度 (ppm)	脫附濃度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	脫附效率 (%)	CVa (%)
4-硝基聯苯 <sup>a</sup>	—	1-4	101.3	2.5
4-硝基聯苯 <sup>b</sup>	—	1-4	102.0	3.0

a SKC 目錄號碼#225-16 玻璃纖維濾紙，批號68211或同等品

b SKC 目錄號碼#226-47 矽膠管，批號698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  $\mu\text{L}$ 之注射針筒先以溶劑乙醇沖刷數次濕潤針管與活塞，取3  $\mu\text{L}$ 溶劑後，吸入0.2  $\mu\text{L}$ 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入2  $\mu\text{L}$ 樣品後，在空氣中後退1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔1.9~2.1  $\mu\text{L}$ 。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積(或高度)，分析結果自檢量線上求出。

## 7.計算

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

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>：前段矽膠管及玻璃纖維濾紙上所含分析物濃度( $\mu\text{g}/1.0\text{mL}$ )

W<sub>b</sub>：後段矽膠管及玻璃纖維濾紙上所含分析物濃度( $\mu\text{g}/1.0\text{mL}$ )

B<sub>f</sub>：現場空白矽膠管前段之算術平均濃度( $\mu\text{g}/1.0\text{mL}$ )

B<sub>b</sub>：現場空白矽膠管前段之算術平均濃度(mg/1.0mL)

B<sub>f1t</sub>：現場空白玻璃纖維濾紙之算術平均濃度(mg/1.0mL)

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

## 8.方法驗證

測試 1	
儀器	HPLC/UV(Waters 600E)
脫附	1mL乙醇
注射量	25 $\mu\text{L}$
管柱	Inertisl 5 ODS,150mm× 4.6mm ID
偵檢器	UV, 306nm
移動相	甲醇：H <sub>2</sub> O=8：2
流率	1 mL/min
平均脫附效率	(a)100.2% (b)101.7%
CVa	(a)2.1% (b)4.4%

(a)玻璃纖維濾紙

(b)矽膠管

\*本分析方法之前處理步驟均與前述GC/FID方法相同，唯一不同點為本方法是以HPLC/UV進行測試。

## 9.文獻

[1] NIOSH P&CAM-273分析方法，NIOSH,1978.

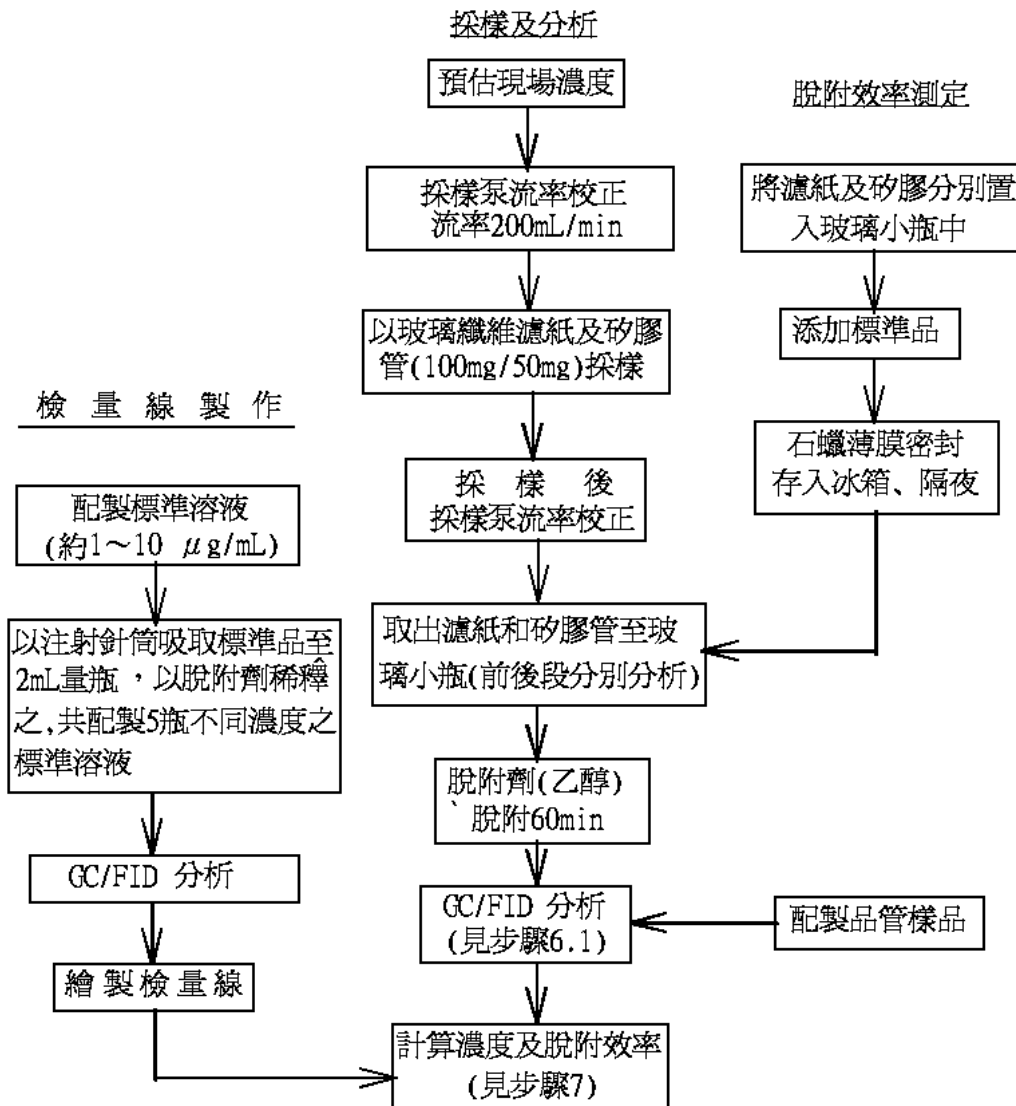
[2] RAUL MORALES, J.F STAMPFER, JR., R. E. HERMES, E.E. CAMPBELL, AND H. J. ETTINGER,

"DEVELOPMENT OF SAMPLING AND ANALYTICAL METHODSD FOR CARCINOGENS, OCTOBER 1,1976-DECEMBER 31, 1977, "PROGRESS REPORT LA-7375-PR, NATIONAL TECHICAL INFORMATION SERVICE, SPRINGFIELD, VIRGINIA, 1978.

[3] P&CAM 273 (08/01/78).

[4] THE MERCK INDEX (ELEVENTH EDITION).

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P&CAM 273分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方法：GC/FID

脫附：0.5mL異丙醇

注射量：1 μL

溫度—注入口：210°C

—偵檢器：200°C

—管柱：190°C

管柱：玻璃管柱，1.8m× 2mmID× 6.4OD填充3%OV-225於 80/120 mesh supelcoport

標準樣品：分析物溶於異丙醇

測試範圍：0.2~110 μg/樣品

分析變異係數(CVa)：未測定

預估偵測極限：0.05  $\mu\text{g}$ /樣品

### 3.P&CAM273分析方法評估

1.採集在前段矽膠管中之4-硝基聯苯蒸氣，隨採集樣品時空氣中的相對濕度增加而減少，於實驗時發現如下：

(A)在34°C空氣為80%之相對濕度，及含700  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 之4-硝基聯苯的情況下，採集45L的蒸氣樣品，其分析結果顯示，後段矽膠管中的含量 $\leq 2\%$ 。

(B)在34°C空氣為50%之相對濕度，及含600  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ 之4-硝基聯苯的情況下，採集200L的蒸氣樣品，其分析結果顯示，後段矽膠管中的含量 $\leq 0.3\%$ 。

2.分析後段之矽膠管之矽膠，可做為查驗採樣是否有破出現象，若後段含量大於前段10%時，便是有破出現象，在此情況下，確實採集的濃度會比分析之濃度更大。

3.收集於濾紙及矽膠管上的樣品，在28天內，於24°C下可有 $\geq 93\%$ 之回收率。

-