

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：5051	等級：A	審議日期：96年10月24日
聯苯	Biphenyl	07/31/2000
容許濃度	參考資料：NIOSH 2530 8/15/1994 [1]	
勞委會：0.2 ppm [2]	分子式：C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	
OSHA：0.2 ppm	分子量：154.21	
NIOSH：0.2 ppm	別名：Diphenyl	
ACGIH：0.2 ppm	CAS No.：92-52-4	
(1 ppm = 6.30 mg/m <sup>3</sup> , @ NTP)	RTECS No.：DU8050000	
基本物性：		
固態		
沸點：255		
熔點：69		
蒸氣壓：8 Pa (0.06mmHg；79ppm) @ 25		
閃火點：113		

採 樣	分 析
採樣介質：Tenax GC (20 mg/10 mg) 吸附管	方 法：GC/FID
流 率：10~500 mL/min	分析物：聯苯
採樣體積：最小：1.5 L@ 0.2 ppm	脫 附：1 mL 四氯化碳，振盪30分鐘
最大：32 L	注射量：1 μL
樣本運送：例行性	儀器分析條件：
樣本穩定性：28天，室溫	溫度—注入口：230
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二	—偵檢器：250
個以上	—管 柱：150 (恒溫)
準 確 度 [1]	載流氣體：氮氣，10 mL/min
範圍：0.64~2.4 mg/m <sup>3</sup> (30 L 空氣樣本)	管柱：MXT-1(等同DB-1)
偏差：-6.4%	30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm 毛細管柱
總變異係數(CV <sub>T</sub> )：0.068	標準樣本：分析物溶於四氯化碳中
準確度：±15.33%	檢量線範圍：2.0 × 10 <sup>-3</sup> ~ 7.5 × 10 <sup>-2</sup> mg/mL
	可量化最低量：2.0 × 10 <sup>-3</sup> mg/sample
	分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：2.5 %

適用範圍[1]：本方法是以30 L的空氣為樣本時，有效分析範圍0.02~0.63 ppm (0.13~4 mg/m<sup>3</sup>)。

干擾[1]：未研究。

安全衛生注意事項[1]：四氯化碳為毒性極強之液體，因此使用時需在通風良好的排煙櫃中進行。

註：本方法有標出參考文獻處，指內容係直接引用該文獻。

## 1. 試藥

- 1.1 脫附劑：四氯化碳(分析級)。
- 1.2 分析物：聯苯(分析級)。
- 1.3 脫附效率標準液：5 mg/mL，稱50 mg聯苯溶入10 mL正己烷(分析級)中。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

## 2. 設備

- 2.1 採集設備：Tenax GC (20 mg/10 mg)採樣管，見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之採樣介質[3]。
- 2.2 個人採樣泵：10~500 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 1.8 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10  $\mu$ L到50  $\mu$ L的微量注射針筒；1 mL的注射針筒。
- 2.6 振盪器。

## 3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結Tenax GC採樣管，進行流率校正，見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之採樣[3]。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為10 500 mL/min。應採集的空氣體積約15 32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

## 4. 脫附效率測定及樣本脫附

### 4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之脫附效率[3]。
- 4.1.2 將Tenax GC吸附管兩端切開，倒出後段的Tenax GC，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Tenax GC上。添加量為0.01 0.04 mg/sample。

4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。

4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

## 4.2 樣本脫附

4.2.1 打開Tenax GC吸附管塑膠蓋，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Tenax GC之採樣管倒入 1.8 mL的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之Tenax GC倒入另一個1.8 mL的玻璃小瓶中。

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 以振盪器振盪30分鐘後，進行分析。

## 5. 檢量線製作與品管

### 5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管[3]。

5.1.2 以注射針筒將標準品直接注入含有1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為  $2.0 \times 10^{-3}$  ~  $7.5 \times 10^{-2}$  mg/mL。(註：至少應配製5種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.3 將標準溶液與試藥空白樣本同批一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積(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「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管[3]。

## 6. 儀器分析

### 6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/FID
管柱	MXT-1 30 m × 0.53 mm(ID), 1 $\mu$ m
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	10
分流比	不分流
溫度( )	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	150(恒溫)

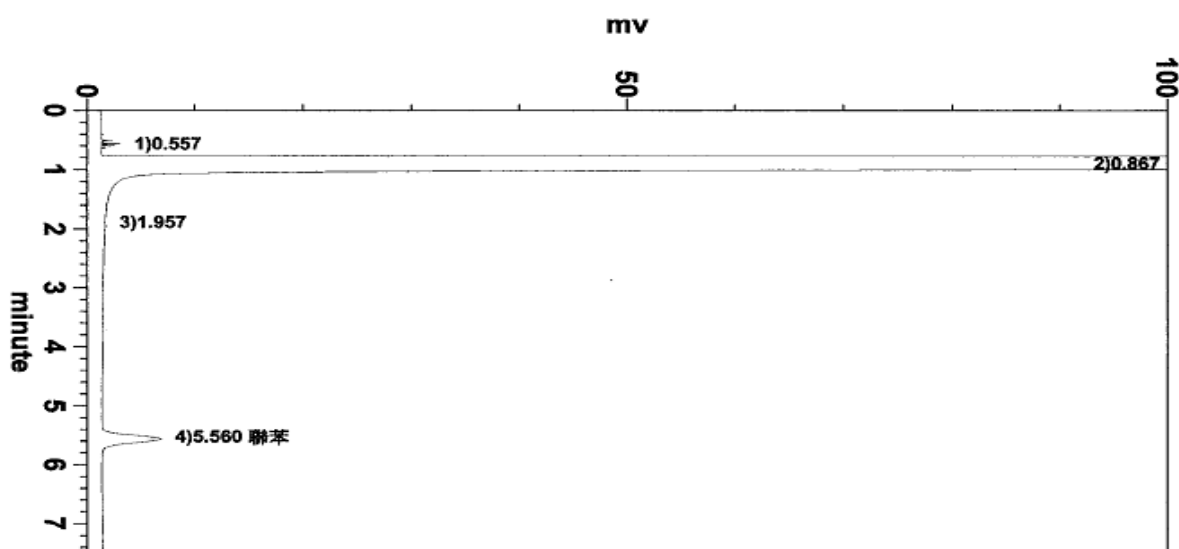
註：以SHIMADZU GC-14A為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

### 6.2 大約滯留時間

化合物	滯留時間 (分鐘)
四氯化碳	0.87
聯苯	5.56

正己烷之peak與四氯化碳之peak重疊在一起

### 6.3 分析圖譜



#### 6.4 脫附效率\*

化合物	容許濃度 (ppm) **	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
聯苯	0.2	8 ~ 32	0.010 ~ 0.040	95	2.5

\* 採樣介質為SKC 226-35-01 Tenax GC (20 mg/10 mg)固體吸附管

\*\*民國92年12月，勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準。

6.5 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷技術(solvent flush injection technique)——利用10 μL 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取約1 μL溶劑後，吸入約0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1 μL 樣本後，在空氣中後退約1.2 μL，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔0.9 ~ 1.1 μL實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以四氯化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

#### 7. 計算

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積（以mL為單位），得到每個樣本分析物的質量(W)。

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

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Tenax GC所含分析物之質量 (mg)

W<sub>b</sub>：後段Tenax GC所含分析物之質量 (mg)

B<sub>f</sub>：現場空白樣本前段的平均質量 (mg)

B<sub>b</sub>：現場空白樣本後段的平均質量 (mg)

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

## 8. 方法驗證

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14A)	GC/FID (AGILENT GC-6890)
分析條件		
溫度 ( )		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	150(恒溫)	150(恒溫)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	33
氮氣	10	10
分流比	不分流	不分流
管柱	MXT-1, 30 m × 0.53 mm(ID), 1 μm	HP-1, 30 m × 0.25 mm(ID), 1 μm
檢量線範圍	$2.0 \times 10^{-3} \sim 7.5 \times 10^{-2}$ mg/mL	$2.0 \times 10^{-3} \sim 8.0 \times 10^{-2}$ mg/mL
線性相關係數	0.9996	0.9997
平均脫附效率(%)	95	93.2
CV <sub>a</sub> (%)	2.5%	2.12
滯留時間(min)	5.56	3.39

## 9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30℃，80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；聯苯測試濃度為0.41 ppm，採樣流率為200 mL/min，經240分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為32L。

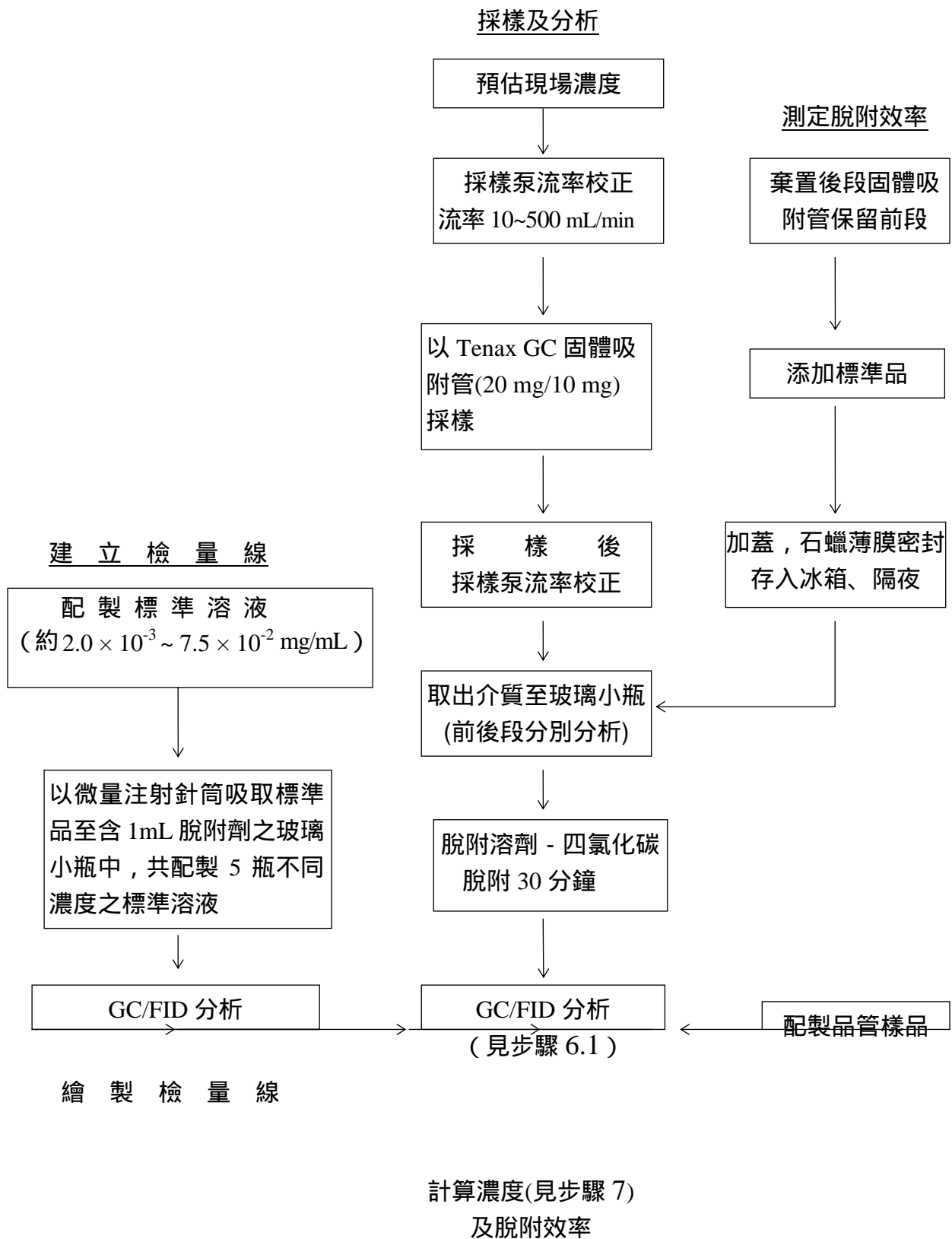
## 10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.020 mg聯苯於採樣管，進行樣本貯放穩定性測試。測試結果如表三。

## 11. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Method2530, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 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92年12月。
- [3] 作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇，行政院勞工委員會，民國80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NIOSH第四版分析方法2530而成。
2. 儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 四氯化碳，放置15分鐘。

注射量：5  $\mu$ L

溫度 — 注入口：225

— 偵檢器：250

— 管 柱：135

載流氣體：氮氣，50 mL/min

管 柱：玻璃管柱，1.8 m  $\times$  4 mm，5% OV-17 填充80/100 mesh Chromosorb W

標準樣本：聯苯標準液體溶於四氯化碳。

測試範圍：4 ~120  $\mu$ g/sample

平均精密度( $\bar{S}_r$ )：0.019 @ 19~76  $\mu$ g/sample

預估偵測極限：0.09  $\mu$ g/sample

表一 聯苯脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量： $1.0 \times 10^{-2}$ mg		添加量： $2.0 \times 10^{-2}$ mg		添加量： $4.0 \times 10^{-2}$ mg		
	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	
	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	
1	0	$9.2 \times 10^{-3}$	92	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$4.0 \times 10^{-2}$	100
2	0	$9.2 \times 10^{-3}$	92	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$4.1 \times 10^{-2}$	103
3	0	$9.3 \times 10^{-3}$	93	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$3.9 \times 10^{-2}$	98
4	0	$8.7 \times 10^{-3}$	87	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$3.8 \times 10^{-2}$	95
5	0	$9.2 \times 10^{-3}$	92	$2.0 \times 10^{-2}$	100	$4.0 \times 10^{-2}$	100
6	0	$8.8 \times 10^{-3}$	88	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$3.9 \times 10^{-2}$	98
平均脫附效率(%)			91		96		99
變異係數(%)			2.8		2.1		2.7

三個添加量的平均脫附效率：95%

分析變異係數：2.5%

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	$2.0 \times 10^{-2}$	100	$2.0 \times 10^{-2}$	100
7	3	$2.0 \times 10^{-2}$	100	$2.0 \times 10^{-2}$	100
14	3	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$1.9 \times 10^{-2}$	95
21	3	$1.9 \times 10^{-2}$	95	$1.8 \times 10^{-2}$	90
28	3	$1.8 \times 10^{-2}$	90	$1.8 \times 10^{-2}$	90

\* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

\* 聯苯添加量  $2.0 \times 10^{-2}$  mg