

行政院國家科學委員會專題研究計畫成果報告

應用毛細管電動層析法(CEC)和膠束電動層析法(MEKC)

來測定環境中PAHs污染物

Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Air by Capillary Electrochromatography (CEC) and Micellar Electrokinetic Capillary Chromatography (MEKC)

計畫編號：NSC 89-2113-M-032-012

執行期限：88年8月1日至89年7月31日

主持人：薛文發 淡江大學化學系

一、中文摘要：

本研究的目的在使用毛細管電動層析法(CEC)和膠束電動層析法(MEKC)來探討環境石化區大氣中PAHs特徵成份分析及濃度分佈。研究方法的進行是環境中的PAHs經吸附劑吸附或懸浮顆粒經GPSI採樣器採樣後，經有機溶劑萃取，淨化和濃縮步驟，再用CEC，MEKC和HPLC分析。毛細管電動層析法(CEC)的毛細管柱填充有小顆粒的層析材料，以一般分配平衡方式加上電滲流(EOF)的作用而滯留溶質。毛細管電動層析法結合了毛細管電泳法(CE)所具有高效率的分離能力和液體層析法(HPLC)具有選擇性的二個優點，是一種強而有力和有高解析的分離方法。

關鍵詞：多苯環碳氫化合物(PAHs)；液體層析法(HPLC)；毛細管電動層析法(CEC)；膠束電動層析法(MEKC)

Abstract :

The aims of this research program was to study the fingerprints and concentration of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) in the chemical petroleum company areas. The analysis of the trace polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) will be performed by high performance liquid chromatography(HPLC), capillary electrochromatography(CEC) and micellar electrokinetic capillary chromatography(MEKC). In this research program, the gas phase PAHs will be adsorbed by adsorbents and the suspended particulates were first collected by GPSI air sampling

pumps, then extracted by organic solvents, cleaned up and analyzed with HPLC, CEC and MEKC. In capillary electrochromatography, the separation column is packed with a chromatographic packing which can retain solutes by the normal distribution equilibrium upon which chromatography depends and is therefore an exceptional case of electrophoresis. Capillary electrochromatography provides a combination of the high efficiency of capillary electrophoresis (CE) and the selectivity of HPLC, making it a powerful, high resolution separation method.

Keywords : PAHs ; HPLC ; CEC ; MEKC

二、計畫緣由與目的

一般環境污染包括空氣污染、水質、土壤污染、噪音及惡臭等。而空氣污染主要來源為：1.固定污染源(工業製程排放，燃料燃燒)，2.交通工具污染源，3.廢棄物處理(露天燃燒)。而這些污染已使空氣品質危及健康，造成身體不良的影響。而環境致癌物中以多苯環碳氫化合物(Polycyclic Aromatic Hydrocarbons，簡稱PAHs)為最大來源。一般具有致癌性多為三至六環，六環以上的多苯環碳氫化合物則可能在組織中的溶解度低，所以毒性較低。1976年，美國環境保護署(EPA)參考保護天然資源會議(Natural Resources Defense Council)的結果，列出129種優先污染，規定排放限制及檢測標準，其中含有16種PAHs，因此可見重要的程度。

多苯環碳氫化合物的來源分為自然和人為

兩種。自然的來源包括(1)生化合成，如藻類、植物和細菌等；(2)自然性燃燒，如森林火災；(3)分解生物的原位化體內合成，如化石，石油底泥中含有極複雜的PAHs。人為的來源：(1)工廠，如工業製程排放，燃料燃燒，煉油廠和燒煤廠的排放；(2)交通工具污染源，如機動

車輛引擎的廢氣；(3)廢棄物處理之污染，如露天燃燒，垃圾焚化爐的飛灰，香煙的煙。環境中的PAHs大部份來自人為。高度發展的工業，大量採用煤炭和合成燃料，已經使PAHs濃度逐漸增加，破壞原有的生態平衡。

目前，國外有關於PAHs的研究分析已有不少論文發表，本研究室也有這方面的分析經驗。但本研究計畫在強調使用新的分離方法，即毛細管電動層析法(CEC)和膠束電動層析法(MEKC)。

三、研究方法

(一)本研究的採樣及萃取方法主要是參考美國EPA所公佈的TO-13方法，此方法是使用氣體層析法(或液體層析法)來測定空氣中Bezo(a)pyrene[B(a)p]和其他種多苯環碳氣化合物。我們這個"大氣環境中PAHs等特徵成份分析及濃度分佈調查"所使用的分析方法和"TO-13"相似，研究PAHs，本研究不但要做定性工作，而且也將從事定量工作，以了解濃度分佈情形。

(二)採樣及萃取

空氣中的PAHs經GPSI採樣器採集後，並經萃取，淨化(Clean up)和濃縮步驟，再用CEC，MEKC或HPLC分析。詳細方法說明於後：

1. 使用GPSI採樣器採集空氣樣品。GPSI採樣器可同時收集粒狀物和氣相中的PAHs，粒狀物由玻璃纖維濾紙(filter)收集，而氣相中的PAHs則利用PUF和XAD-2吸附劑收集。抽氣體積的計算以流速乘上採集的時間。GPSI採樣器為General Metal Work Co.公司的產品，吸附劑PUF和XAD-2在沒有裝在採樣器之前要先經過有機溶劑處理。

2. 要記錄通過filter和PUF/XAD-2的空氣總體積，然後filter和PUF/XAD-2裝在一容器中送回實驗室做分析。

3. 所採集的粒狀物經稱重後，置於筒狀玻璃纖維套筒(glass fiber filter)內。使用二氯甲烷作索氏(Soxlet)方式萃取，萃取時間為20小時，萃取液可使用Kuderna-Danish(K-D)濃縮器或旋轉真空濃縮器(Rotary evaporator)並輔以高純度氮氣吹拂濃縮，並以苯和二氯甲烷(體積比7:3)混合液調整至1毫升。至於所收集的氣相樣品(套筒含PUF和XAD-2)則置於較大的索氏萃取器萃取。萃取時間亦為20小時，萃取液的濃縮如前述。

4. 氣體樣品經萃取的濃縮液，其後並用Silica gel的管柱層析法以除去干擾物質。

5. 經管柱層析法處理的收集液，再用K-D濃縮器或旋轉濃縮器濃縮至1mL，然後再用CEC，MEKC或HPLC分析，每個分析做三次。

6. 做“空白試驗”，並計算空氣中含PAHs的濃度。

(三)使用毛細管電動層析法(Capillary electrochromatography，簡稱CEC)的分析方法。

1. CEC是HPLC和CE的混合體，分離的程序是基於溶質在二相之間的平衡和在電場影響下，移動速度不同。運送溶質和溶劑的力量來自電滲，而非電力的gradients。在CEC，分離管柱填充有packing materials，此packing以一般distribution平衡的方式滯留溶質，這種方法是CE的例外情形。在CEC，電滲流(EOF)在管柱packing materials的channels中形成，具有扁平流動(plug-like flow)，因此沒有產生band broadening，更進一步電滲流和packing materials之間channels的大小無關，因此在CEC中，可用很小的particles以獲得非常高的柱效，由於有超高的效率，因此可用較短的管柱。CEC具有快速(high speed)，高效率(high efficiency)和高選擇性(high selectivity)的優點。CEC是一種混合技術，包括有RP-HPLC的分離能力和CE的高效率，最近吸引人的興趣是比傳統的 μ -HPLC有改善的分離效率。

2. 到目前，CEC大都用逆向層析法(reversed phase Chromatography)，因為它們由於sianols的解離而形成帶一個負電荷的表面(Si-O)，因而產生電滲流。使用reversed phase的CEC(pH 6-8)，尤其特別適用於藥學中性化合物的分離。CEC可用來分析帶電和中性的物質。

(四)使用膠束電動層析法(Micellar electrokinetic capillary chromatography，簡稱MEKC)的分析方法

1. 一般毛細電泳法(CE)的裝置含裝有相同buffers的兩個容器。毛細管柱一般50-100cm長，內徑25-100 μm ，有二個幾公分長的白金電極和高電壓電源供應器所提供的電壓20-30kV，樣品注入量為幾個nL。我們使用的偵測器是UV-Vis偵測器(190到800nm)。為了安全，接於高電壓的那個電極要用樹脂玻璃(plexiglass)箱蓋住。

2. 從van Deemter equation $H = A + B/\mu + C\mu$ 來看，CE的分離法因為沒有滯留相(Stationary phase)，所以A和C μ 項都沒有，所以能提供很高的分解力(resolution)，單一peak broadening的來源是longitudinal diffusion(B/μ)。對CE而言理論塔板數是從50,000到500,000個，比層析法高至10倍。

3. 在CE，一個離子的可見流動速率(μ_{app})等於離子的電泳流速(μ_{ep})加上溶液的電滲流的流速(μ_{eo})，即 $\mu_{app} = \mu_{ep} + \mu_{eo}$ ，對於陽離子分析物 μ_{eo} 和 μ_{ep} 同方向，因此 $\mu_{app} > \mu_{eo}$ ，對於陰離子， μ_{ep} 和 μ_{eo} 方向相反。另外，pH會影響電滲流的大小。

4. 膠束電動層析法(MEKC)是在CE的緩衝液中加入界面活性劑(surfactant)，如 sodium dodecyl sulfate($n\text{-C}_{12}\text{H}_{25}\text{OSO}_3\text{Na}^+$ ，簡稱SDS)以達到形成膠束的形態(micelles form)的濃度，此濃度即是critical micelle concentration。在這點，多至40到100個離子會凝聚成球體的粒子，它們hydrocarbon tail在球體的內部，而帶電的尾端是在外表而和水接觸。膠束構成一個穩定的second phase(pseudo stationary phase)，這個phase可以吸收非極性化合物進入球體內部的hydrocarbon，因此可以溶解非極性species，毛細管電冰法(CE)在有膠束的情形下進行，稱為「膠束電動毛細層析法」，因為有partition的作用，所以是層析法。

5. MEKC所用的界面活性劑有多種，其中使用較多的是SDS和cyclodextrin等。MEKC可同時分離中性分子和離子。

6. 比HPLC有利的是MEKC的column efficiency可達到100,000塔板數，而且pseudo stationary phase比HPLC容易改變。MEKC，只要改變緩衝溶液micelle組成即可，但HPLC則要改變管柱的packing。

7. 舉例說明使用MEKC來分析PAHs的緩衝液，如30mM SDS，20mM borate buffer-methanol(4:6)，pH9.4。

(五) 使用高效率液體層析法(HPLC)的分析方法進行HPLC分析時，所使用的液體層析儀為Shimadzu的CTO-10A型，偵測器則使用UV(254nm)偵測器，分離管柱和流動相分別為Vydac C₁₈和acetone:water(67:33, v/v)。

四、結果與討論

(一) 利用高效率液相層析法(HPLC)分析PAHs

1. 利用 HPLC 分析十六種 PAHs 標準品，以過去的經驗使用等位流析(isocratic elution)時流動相是使用氮甲烷和水以固定比例 67:33 (v/v)進行分離。而使用梯位流析(gradient elution)，卻大大的提高分離效率，如圖一所示。表一列出圖一所對應的波峰編號。利用此分析條件，對以下實際樣品加以分析。

2. 利用 HPLC 對中油空氣樣品分析所含 PAHs 成份的鑑定

採樣前，先將玻璃纖維濾紙和吸附劑及泡棉分別進行索氏萃取、淨化、濃縮等步驟，以作空白測試。採樣後再將 GPSI 採樣器中的玻璃纖維濾紙和吸附劑及泡棉，也分別進行索氏萃取、淨化、濃縮等步驟，再利用 HPLC 進行分析，其結果如圖二和圖三所示。然後再利用與 PAHs 標準品滯留時間的比對，鑑定出所含的 PAHs(圖中所標示的波峰編號及其化合物與表一相同)，並利用 PAHs 標準品之積分面積和其不同濃度所作成之校正曲線而分析採樣樣品所含 PAHs 的濃度，其結果如表二和表三所示。

由分析結果，我們發現玻璃纖維濾紙上採集到空氣中的懸浮微粒上所吸附的 PAHs，大部分為四個苯環以上的 PAHs。而吸附劑及泡棉中萃取出的 PAHs，皆為三個苯環以下的 PAHs。本次研究結果，再次證明了，三個苯環以下的 PAHs 以氣相存在外，而四個環以上的 PAHs 化合物在空氣中不會以純物質存在，而是與小於 10 μm 的懸浮微粒結合散播在空氣中。

(二) 應用微包電動毛細管層析法(MEKC)分離十六種 PAHs

1. 比較不同濃度的緩衝溶液和界面活性劑 SDS 對 PAHs 標準品之分離

本實驗對 PAHs 標準品的分析即選用比 Borax 和

Boric acid 的共軛酸鹼對，在 20kV 的電壓下，取 pH 值為 pH9.0 而濃度為 20mM 的 Borax/Boric acid 緩衝液，分別添加 10mM、30mM 和 50mM SDS。分析時，樣品在 5kV 之下進樣 3sec，使用 UV 偵測器偵測，波長為 254nm。而濃度 30mM 的 Borax/Boric acid 的緩衝液(pH9.0)，在 20kV 的電壓下，也分別添加 10mM、30mM 和 50mM SDS。比較以上的分析結果，選擇以 20mM Borax/Boric acid 作為緩緩溶液(pH 9.0)，添加 10mM SDS，在同樣的進樣和偵測條件下，改變電壓以 15kV 分離 PAHs 標準品。其結果僅遷移時間較長，並未得到更好的分離結果，故我們選擇 20kV 的電壓以進行下一步的分析。

2. 添加有機修飾劑(Organic modifier)以改善對 PAHs 標準品之分離

儘管界面活性劑無法對 PAHs 的標準品成分進行分離，我們仍然試圖添加不同比例的有機溶劑以改善 MEKC 對 PAHs 標準品成分的分離。有機溶劑的添加可改善疏水性化合物在緩衝液中的溶解度，即降低化合物在膠束中的分配比，但是有機溶劑比例過高會阻礙膠束的聚集。我們選擇最常用的 CH₃CN，分別添加 10%、20% 和 30% (v/v)以探討其對分離的影響，其分析結果如圖四到圖六所示。由以上的分析結果，我們發現在 CH₃CN 添加 30% 時有較強的分離效果，但分離結果亦無法將十六種 PAHs 標準品完全的分離。

3. 比較不同的緩衝溶液對 PAHs 標準品分離的影響

本實驗對 PAHs 標準品的分析再選用硼酸鈉和亞磷酸鈉的共軛酸鹼對，分別在 15kV 和 20kV 的電壓下，取 pH 值為 7.0 而濃度為 25mM 的硼酸鈉和 50mM 的亞磷酸鈉緩衝液，同時添加 25mM SDS 和 30% 丙酮(v/v)，進樣條件為 5kV/3Sec，並在 UV 200nm 偵測下，其所得的分離結果如圖七和圖八所示。由分析結果發現在 20kV 的電壓下，基線的雜訊過大，以致 S/N 太小，分離結果不穩定；而在 15kV 的電壓下，雖然已經可以分出大部分 PAHs 標準品的特徵成分，但要應用於樣品的鑑定仍然有一段差距。

4. 比較不同的有機修飾劑(Organic modifier)對 PAHs 標準品分離之影響

使用硼酸鈉和亞磷酸鈉共軛鹼對，在 25kV 的電壓下，取 pH 為 7.0 而濃度為 25mM SDS 和 50% DMSO(v/v)，進樣的條件為 5kV/sec，並在 UV 254nm 偵測下，所得的分離結果如圖九所示。由分析結果，發現添加 DMSO 沒有較好的分離效

果。

(三)應用毛細管電動層析法(CEC)分離 PAHs 標準品

1. 改變分離電壓和有機修飾劑(Organic modifier)的體積比例對 PAHs 標準品分離的影響

針對 PAHs 標準品的分析，選用 4mM Borax 的緩衝溶液並添加 80% 和 90% CH₃CN(v/v)，分別在 20kV、25kV 和 30kV 的電壓下，進樣 3sec(5kV)，使用 UV 偵破器偵測，波長為 254nm。其所得的分離結果如圖十和十一所示。圖十所對應的波峰編號參照表四。由分析結果，發現已經可以分離出 15 種 PAHs 標準品。而不同的分析電壓和不同體積比例的有機修飾劑(Organic modifier)僅影響遷移時間，並未能得到更好的分離效果。由於 Acenaphthene 在 UV 254nm 吸收非常弱，所以不易偵測。另外，Naphthalene、Acenaphthylene、Fuorene、Phenanthrene、Anthracene、Fluorancene、Pyrene、Benzo(a)anthracene 和 Chrysene 等化合物可以獲得有效的分離。而 Benzo(b)fluoranthene、Benzo(k)fluoranthene、Benzo(a)pyrene、Indeno(1,2,3-cd)pyrene、Dibenz(a,h)anthracene 和 Benzo(ghi)perylene 雖然可以清楚的分離，但是由於波峰過寬，要應用於樣品的鑑定非常困難，或許可以利用梯位流析(gradient elution)來改善分離狀況，但是礙於儀器設計的困難無法證實，所以利用 4mM Borax，添加 90% CH₃CN (v/v)，在 20kV 分離的電壓下，進樣 3sec (在 5kV)，並使用 UV 254nm 偵測的分析條件下進行實際樣品的分析。

(四)應用毛細管電動層析法(CEC)分析樣品中的 PAHs 成份

1. 利用 CEC 分析汽油燃煙和苯燃煙的樣品

利用 4mM Borax 的緩衝溶液，添加 90% CH₃CN(v/v)，在 20kV 的電壓下，進樣 3sec(在 5kV)，而進行分析汽油燃煙和苯燃煙的樣品，其所得的分離結果如圖十二和圖十三所示。應用與 PAHs 標準品滯留時間的比對，其鑑定結果對應表五，其中波峰編號參照表四。

2. 利用 CEC 分析中油空氣樣品

利用 4mM Borax 的緩衝溶液，添加 90% CH₃CN(v/v)，在 20kV 的電壓下，進樣 3sec(在 5kV)，而進行分析由泡棉和 XAD-16 吸附劑及玻璃纖維濾紙，在中油煉製廠所採集的空氣樣品

萃取液，其所得的分離結果如圖十四和圖十五所示，應用與 PAHs 標準品滯留時間的比對，其鑑定結果對應表六，其中波峰的編號參照表四。由分析結果，我們發現在玻璃纖維濾紙方面，由於萃取濃度過小，利用 UV 偵測器偵測無法做正確的分析。

五、成果自評

本研究計畫在應用電動層析法(CEC)和膠束電動層析法(MEKC)來測定環境中PAHs污染。根據我們的研究結果，使用CE和MEKC來分離PAHs，效果都不理想，而CEC的方法已經可以成功的完成大部份的分離，而且波峰所呈現的柱效也是很高的。目前商品化的儀器，CEC並不能做梯位流析(gradient elution)，今後在這方面的研究，需進一步的設計可以做梯子度流析，那麼電動層析法(CEC)的應用範圍將可大大的提高。

六、參考文獻

1. C. Horv'ath G. Choudhary, X. Huang, Proceedsing of Nineteenth Internal Sym. On Capillary Chromatogr. And Electrophoresis. P60, 1997.
2. Y. Chao ; D. Rajeev ; Z. Richard N ; A. Deon S, R. Darid, Proceeding of Nineteenth Internal Sym. On Capillary Chromatogr. And Electrophoresis, P86, 1997.
3. W. Demarest, K. M. Payne, K. R. Sedo, L. Y. Kwork, and T. Catalano, Proceeding of Nineteenth Internal Sym. On Capillary Chromatogr. And Electrophoresis, P88, 1997.
4. W. C. Brumeley, LC-GC Asia Pacific, Vol. I, No. 3, P30-38, 1998.
5. K. D. Altria, LC-GC Asia Pacific, Vol. I, No. 4, P26-32, 1998
6. Chao Yan, Rajeev Dadoo, Hui Zhao, Richard N. Zare and David J. Rakestraw, Anal. Chem. 67, 2026-2029, 1995.

7. Nobuo Tanaka, Takeshi Fukutome, Tetsuya Tanigawa, Ken Hosoya, Kazuhiro Kimata, Takeo Araki and Klaus K. Unger, J. of Chromatography A. 699, 331-341, 1995.

8. James W. Jorgenson and Krynn DeArman Lukacs, J. of Chromatography A. 218, 209-216, 1981.

七、表與圖

表一、十六種 PAHs 權先污染物波峰編號對應之化合物 (HPLC)

波峰	化合物	分子量
1	Naphthalene	128
2	Acenaphthylene	152
3	Acenaphthene	154
4	Fluorene	166
5	Phenanthrene	178
6	Anthracene	178
7	Fluorancene	202
8	Pyrene	202
9	Benzo(a)anthracene	228
10	Chrysene	228
11	Benzo(b)fluoranthene	252
12	Benzo(k)fluoranthene	252
13	Benzo(a)pyrene	252
14	Dibenzo(a,h)anthracene	278
15	Benzo(ghi)perylene	276
16	Indeno(1,2,3-cd)pyrene	276

表二、泡棉 (PUF) 和 XAD-16 吸附劑樣品萃取液 HPLC 層析圖上的相
對波峰編號及其濃度

波峰	化合物	含量 (積分面積)	pg / L	ppt
1	Naphthalene	2639006	8650.12	1513
2	Acenaphthylene	1732097	14420.98	2125
5	Phenanthrene	845850	368.16	46
6	Anthracene	574045	< 166.65	<21

L : 空氣體積

表三、玻璃纖維濾紙樣品萃取液 HPLC 層析圖上的相對波峰編號及其
濃度

波峰 編號	化合物	含量 (積分面積)	Pg / L	ppt
1	Naphthalene	290150	404.74	71
3	Acenaphthene	197439	< 83.34	<12
6	Anthracene	22909	< 83.34	<11
9	Benzo(a)anthracene	82578	< 83.34	<8
10	Chrysene	11709	< 83.34	<8
11	Benzo(b)fluoranthene	34318	< 83.34	<8
13	Benzo(a)pyrene	16914	< 83.34	<8
14	Dibenzo(a, h)anthracene	85197	191.86	16
15	Benzo(ghi)perylene	50715	< 83.34	<6
16	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene	36439	< 83.34	<8

L : 空氣體積

表四、十六種優先 PAlTs 污染物波峰編號對應之化合物 (CEC)

波峰	化合物
1	Naphthalene
2	Acenaphthylene
3	Acenaphthene
4	Fluorene
5	Phenanthrene
6	Anthracene
7	Fluorancene
8	Pyrene
9	Benzo(a)anthracene
10	Chrysene
11	Benzo(b)fluoranthene
12	Benzo(k)fluoranthene
13	Benzo(a)pyrene
14	Dibenzo(a, h)anthracene
15	Benzo(ghi)perylene
16	Indeno(1, 2, 3-cd)pyrene

表五、汽油燃煙和苯燃煙萃取液 CEC 層析圖上的相對波峰編號

波峰	化合物	汽油燃煙	苯燃煙
1	Naphthalene	+	+
2	Acenaphthylene	+	+
4	Fluorene	+	+
5	Phenanthrene	+	+
6	Anthracene	+	+
7	Fluorancene	+	+
8	Pyrene	+	+
9	Benzo(a)anthracene	+	+
10	Chrysene	+	+

+* : was detected

表六、泡棉 (PUF) 和 XAD-16 吸附劑樣品及玻璃纖維濾紙樣品
萃取液 CEC 層析圖上的相對波峰編號

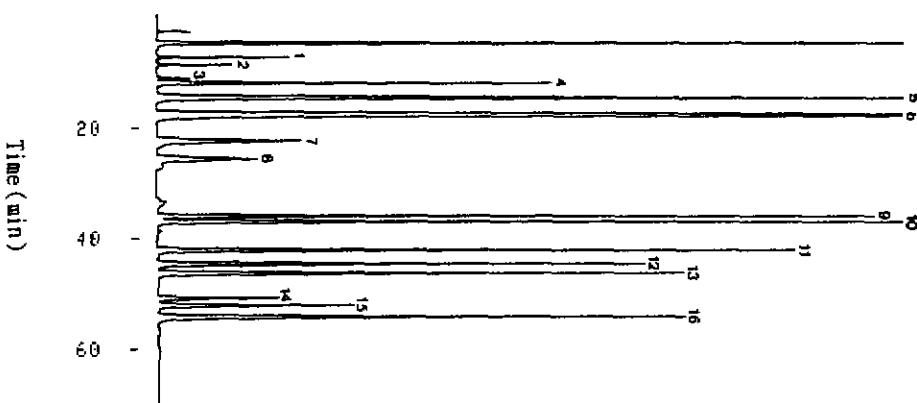
波峰	化合物	泡棉和吸附劑樣品	玻璃纖維濾紙樣品
1	Naphthalene	+	+
2	Acenaphthylene	+	+
4	Fluorene	- ^b	+
5	Phenanthrene	+	-
6	Anthracene	+	-
7	Fluorancene	+	-
8	Pyrene	+	-

^a+ : was detected^b- : not detected

LIST WIDTH(0)
ANALYSIS PARAMETER FILE 0

WIDTH	5	SLOPE	500
DRIFT	0	MIN.AREA	5000
T.DEL	1500	STOP.TIN	180
ATTEN	6	SPEED	1.5
METHOD	840	FORMAT	0
SPL.WT	100	IS.WT	1

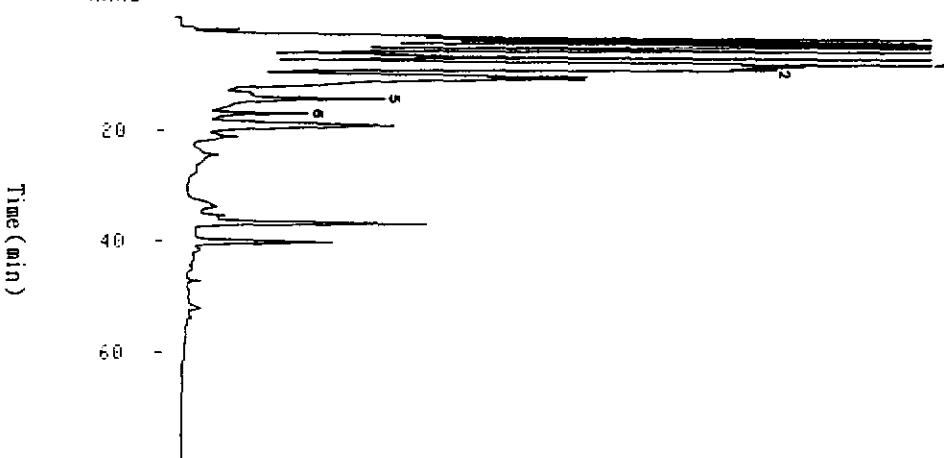
ANAL



LIST WIDTH(0)
ANALYSIS PARAMETER FILE 0

WIDTH	5	SLOPE	500
DRIFT	0	MIN.AREA	5000
T.DEL	1500	STOP.TIN	80
ATTEN	7	SPEED	1.5
METHOD	841	FORMAT	0
SPL.WT	100	IS.WT	1

ANAL



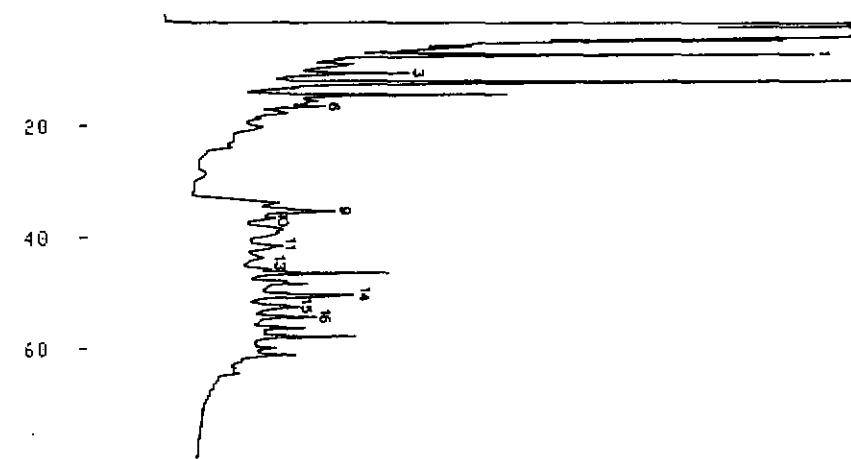
圖一、PALS 標準品 (TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix) 以 Wydac 201TP10 C₁₈ 畫柱分析。流動相為 Acetonitrile 和 water 的混合，流速為 1.0 ml/min。第 1 分鐘至第 29 分鐘 Acetonitrile 的比例為 55 %，第 29 分鐘至第 30 分鐘 Acetonitrile 的比例由 55% -73%，第 30 分鐘至第 60 分鐘 Acetonitrile 的比例由 73% -100%，第 60 分鐘至第 80 分鐘 Acetonitrile 的比例維持 100%；UV 的偵測波長為 254nm。

圖二、泡拂 (PUF) 和 XAD-16 吸附劑樣品萃取液之層析圖 - HPLC 操作條件與圖十五相同。

LIST WIDTH(0)
ANALYSIS PARAMETER FILE 0

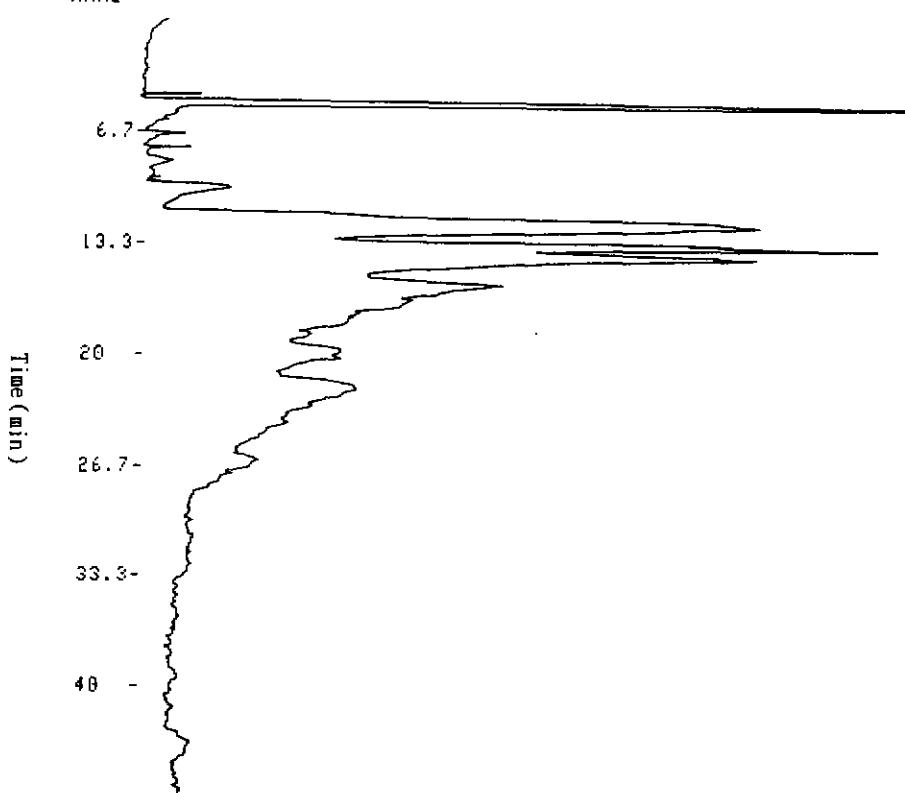
WIDTH	5	SLOPE	500
DRIFT	0	MIN.AREA	5000
T.DBL	1500	STOP.TH	80
ATTEM	4	SPEED	1.5
METHOD#	841	FORMAT#	0
SPL.HT	100	IS.HT	1

ANAL



WIDTH	6	SLOPE	500
DRIFT	0	MIN.AREA	5000
T.DBL	1500	STOP.TH	80
ATTEM	3	SPEED	3
METHOD#	840	FORMAT#	0
SPL.HT	100	IS.HT	1

ANAL



操作條件

電柱 : open-tubular 毛細管
375μm I.D. × 75μm I.D. × 62cm (47.5cm 至檢測器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

偵測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 20mM Borax/Boric acid、10mM SDS、pH 9.00

添加 10% CH₃CN (v/v)

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

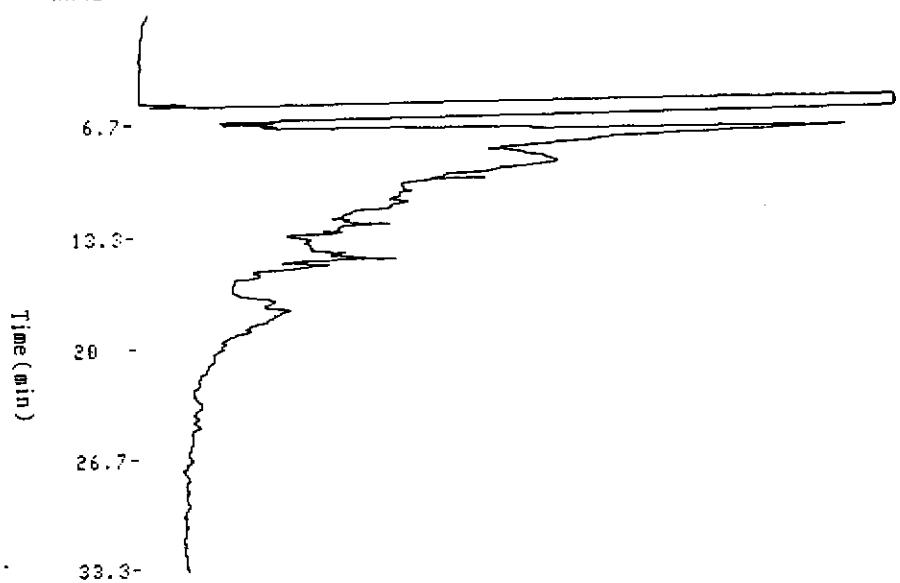
圖三、玻璃纖維樣品萃取液之層析圖。HPLC 操作條件與圖十五相同。

圖四、以 20mM Borax/Boric acid 作為緩衝溶液，分別添加 10mM SDS 和 10% CH₃CN (v/v) 分析 PHLS 標準品之層析圖

LIST WIDTH(1)
ANALYSIS PARAMETER FILE 1

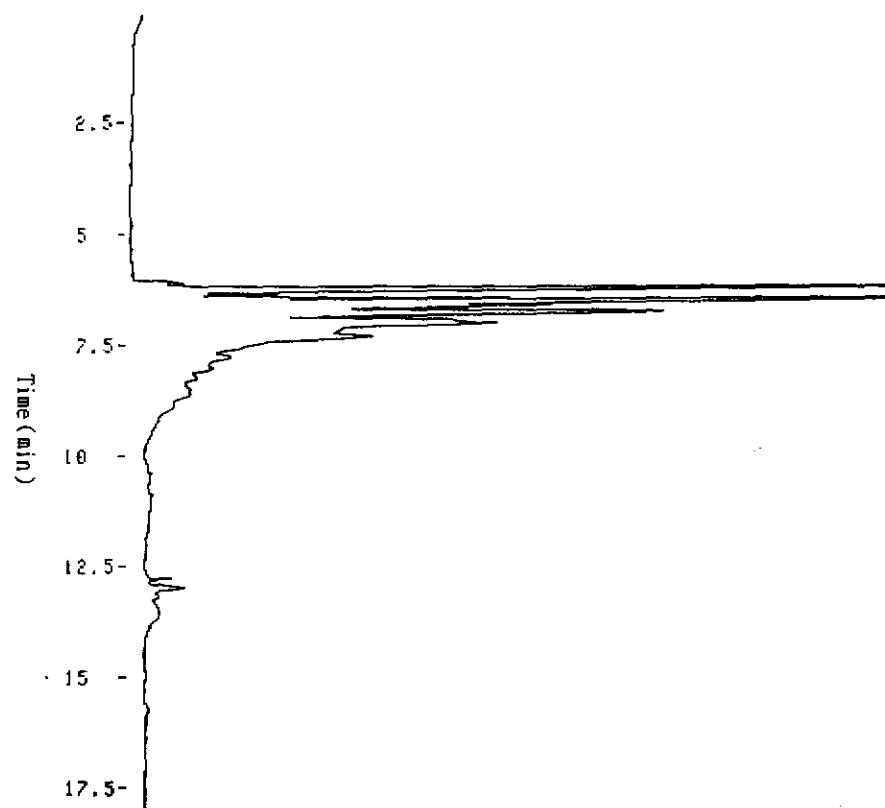
WIDTH	6	SLOPE	500
DRIFT	0	INIT.REFL	5000
T.DEL	1500	STOP.TH	80
ATTEN	4	SPEED	3
METHOD	841	FORWARD	0
SPL.HT	100	IS.HT	1

ANAL



T.DEL	1500	SLOP.HT	50
ATTEN	3	SPEED	0
METHOD	840	FORWARD	1
SPL.HT	100	IS.HT	1

AHAL



操作條件

管柱 : open-tubular 細長管
375μm O.D. × 75μm I.D. × 62cm (47.5cm 至檢測器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

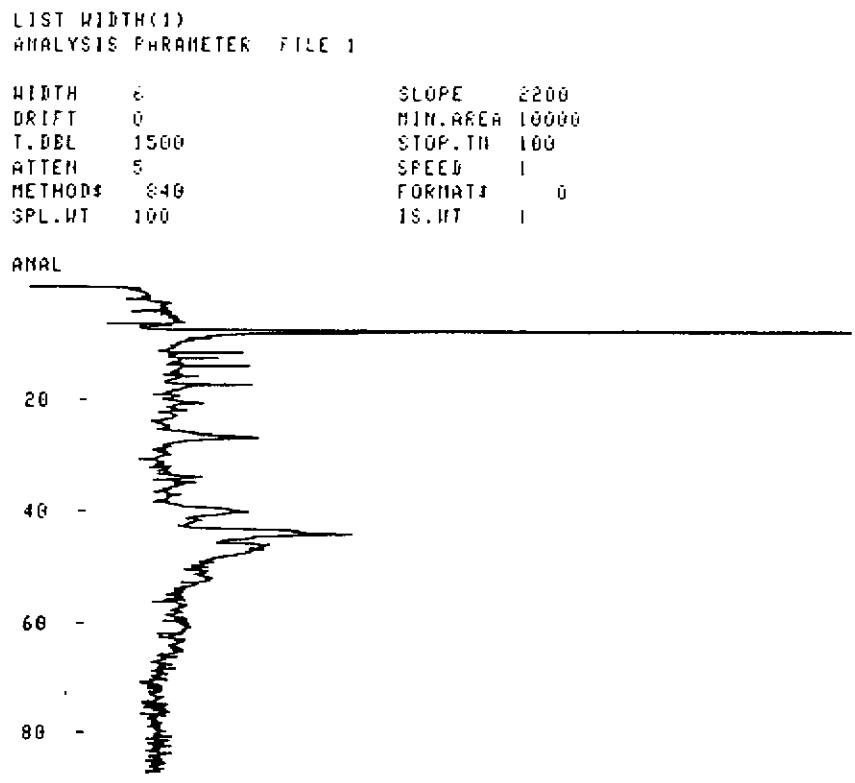
偵測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 20mM Borax/Boric acid , 10mM SDS , pH 9.00
添加 20% CH₃CN (v/v)

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

圖五、以 20mM Borax/Boric acid 作為緩衝溶液，分別添加 10mM SDS 和 20% CH₃CN (v/v) , 分析 Pahs 樣品之層析圖

圖六、以 20mM Borax/Boric acid 作為緩衝溶液，分別添加 10mM SDS 和 30% CH₃CN (v/v) , 分析 Pahs 樣品之層析圖



操作條件

管柱 : open-tubular 毛細管

375 μ m O. D. x 75 μ m I. D. x 62cm (47.5cm 至 伸縮器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

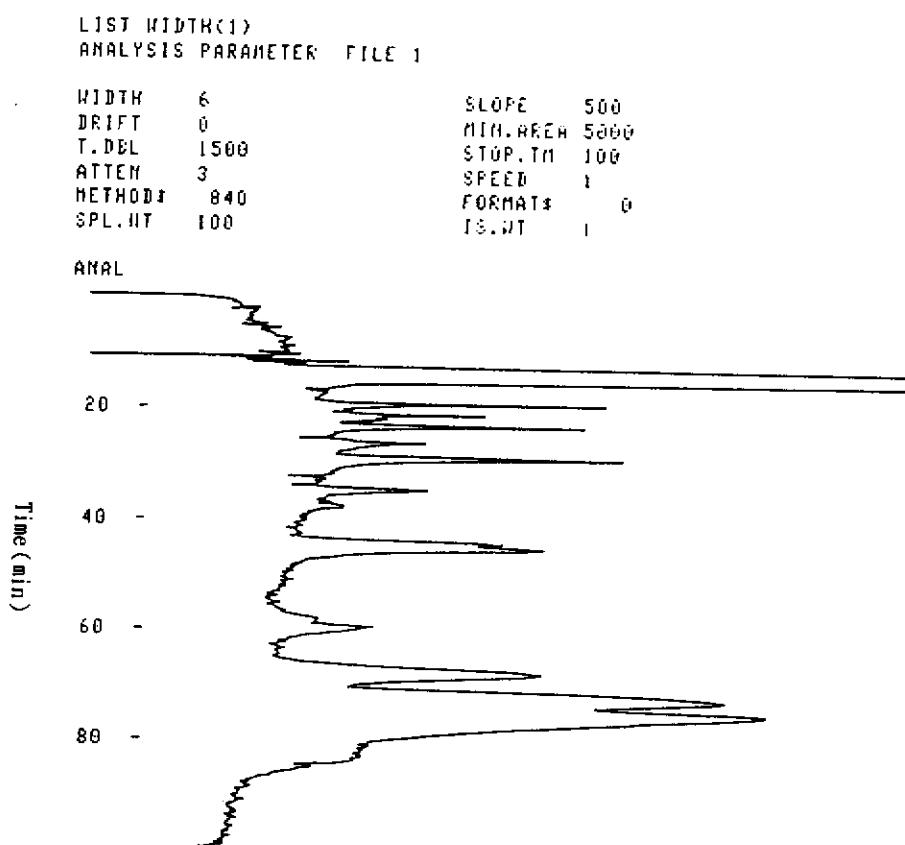
偵測 : UV 200nm

分離緩衝液 : 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphate Dihydrate , 25mM

SDS , pH7.00 , 添加 30%丙酮(v/v)

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

圖七 . 以 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphate Dihydrate (pH7.00) 作為緩衝溶液，同時添加 25mM SDS 和 30% 丙酮(v/v) 分析 PAHs 標準品之層析圖



操作條件

管柱 : open-tubular 毛細管

375 μ m O. D. x 75 μ m I. D. x 62cm (47.5cm 至 伸縮器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 15kV

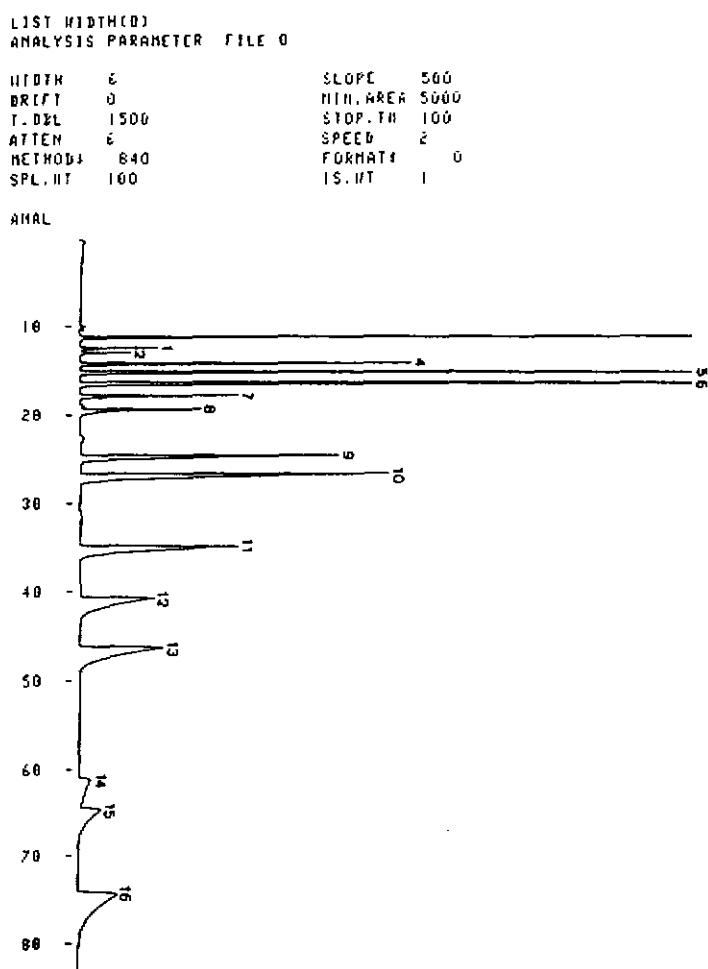
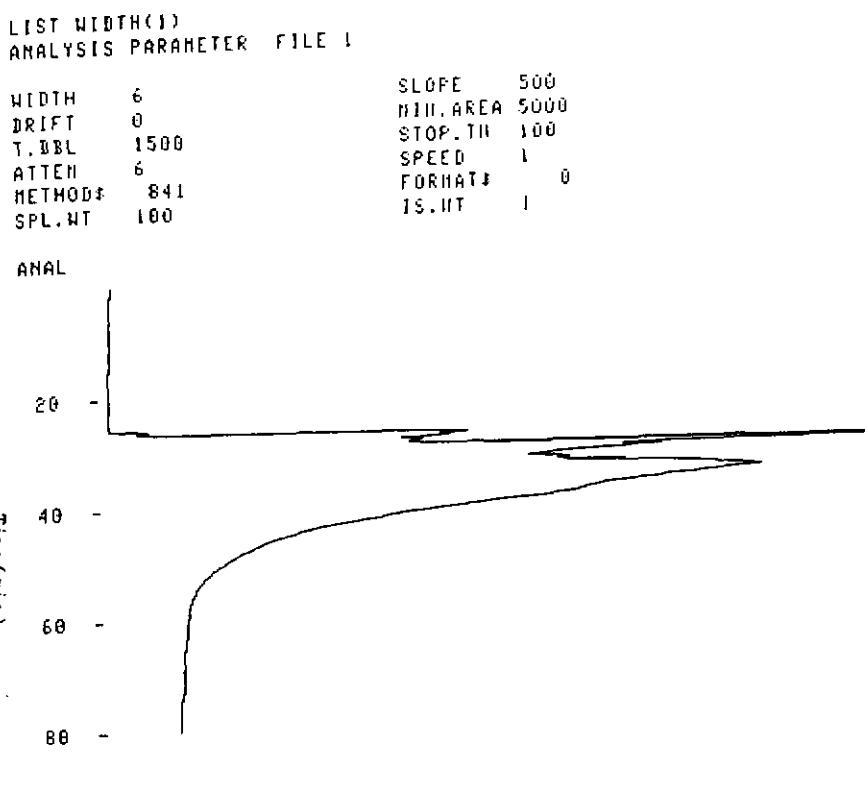
偵測 : UV 200nm

分離緩衝液 : 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphate Dihydrate , 25mM

SDS , pH7.00 , 添加 30%丙酮(v/v)

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

圖八 . 以 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphate Dihydrate (pH7.00) 作為緩衝溶液，同時添加 25mM SDS 和 30% 丙酮(v/v) , 改變分離電壓為 15kV , 分析 PAHs 標準品之層析圖



操作條件

管柱 : open-tubular 毛細管
375 μ m O. D. x 75 μ m I. D. x 62cm (47.5cm 至 檢測器)
進樣 : 5kV/3sec
電壓 : 25kV
檢測 : UV 254nm

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

分離緩衝液 : 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphat Dihydrate (pH7.00)
SDS , pH7.00 , 添加 50% DMSO (v/v)

圖九、以 25mM Borax/50mM Sodium Dihydrogenphosphat Dihydrate (pH7.00) 作為緩衝溶液，同時添加 25mM SDS 和 50% DMSO (v/v) , 分析 PAHs 標準品之層析圖

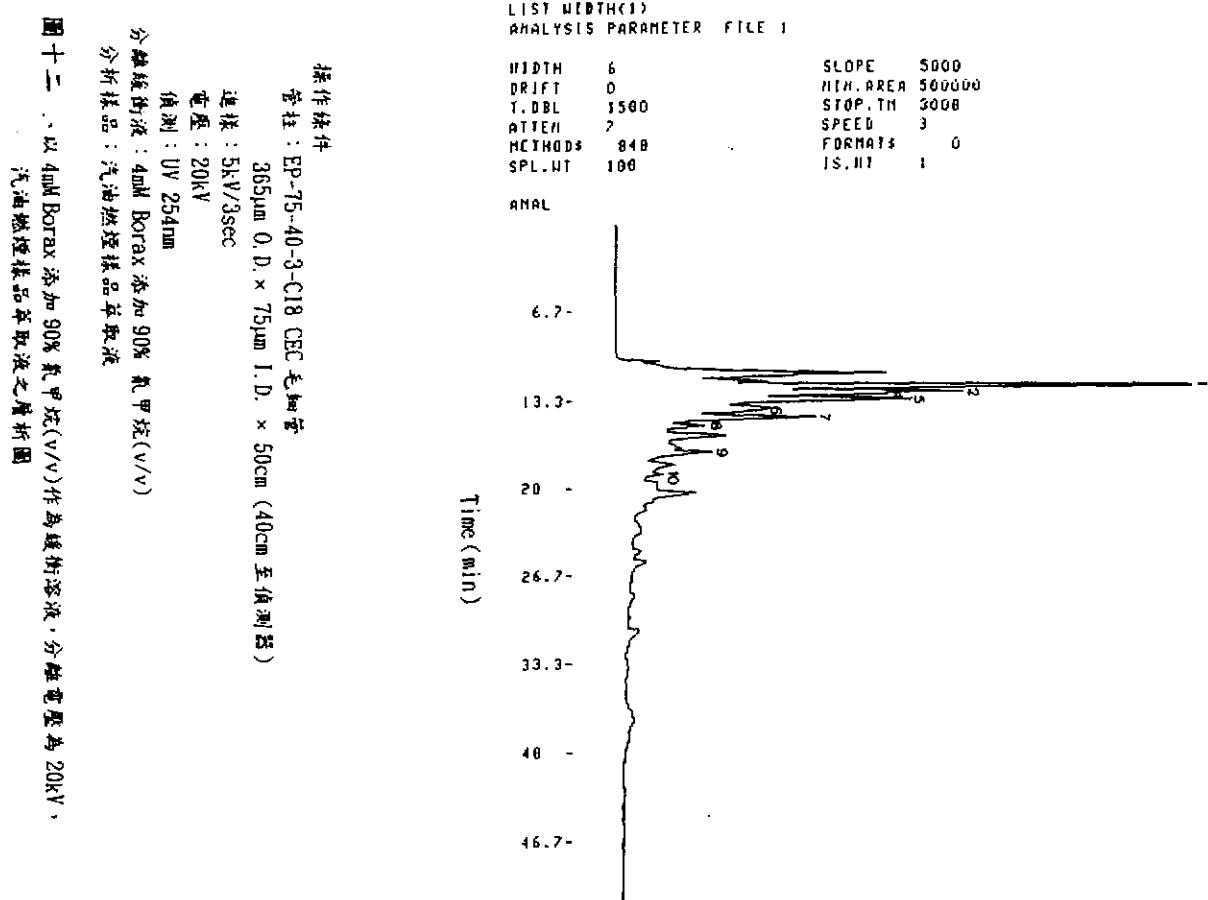
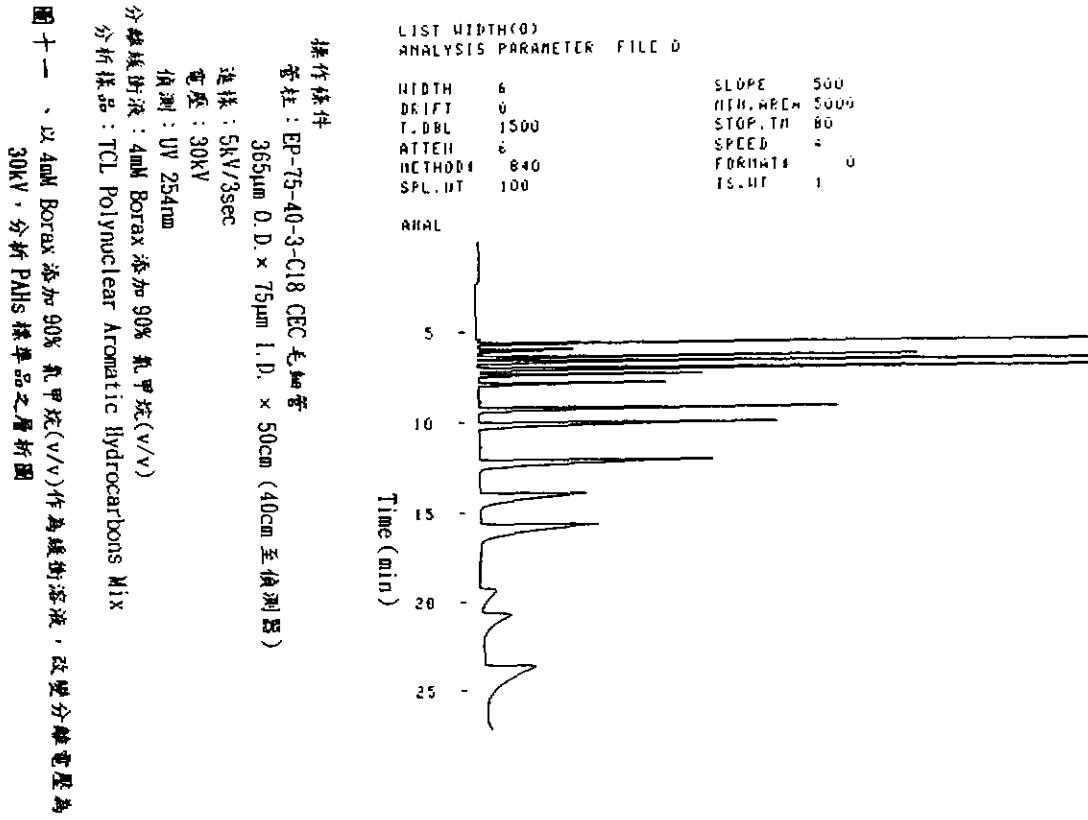
操作條件

管柱 : EP-75-40-3-C18 CEC 毛細管
365 μ m O. D. x 75 μ m I. D. x 50cm (40cm 至 檢測器)
進樣 : 5kV/3sec
電壓 : 20kV
檢測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 4mM Borax 添加 80% 甲烷(v/v)

分析樣品 : TCL Polynuclear Aromatic Hydrocarbons Mix

圖十、以 4mM Borax 添加 80% 甲烷(v/v) 作為緩衝溶液，分析 PAHs 標準品之層析圖



圖十一、以 4mM Borax 添加 90% 艾甲烷(v/v)作為緩衝溶液，改變分離電壓為 30kV，分析 PAHs 樣品之層析圖

圖十二、以 4mM Borax 添加 90% 艾甲烷(v/v)作為緩衝溶液，分離電壓為 20kV，汽油燃燒樣品萃取液之層析圖

LIST WIDTH(1)
ANALYSIS PARAMETER FILE 1

WIDTH	6	SLOPE	100
DRIFT	0	MIN.AREA	500
T.DBL	1500	STOP.TH	5L
ATTEN	7	SPEED	3
METHOD\$	840	FORMAT\$	0
SPL.HT	100	IS.WT	1

ANAL

6.7-

13.3-

20-

26.7-

33.3-

40-

46.7-

Time (min)

操作條件

管柱 : EP-75-40-3-C18 CEC 毛細管

365μm O. D. × 75μm I. D. × 50cm (40cm 至偵測器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

檢測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 4mM Borax 添加 90% 氣甲烷(v/v)

分析樣品 : 烟燃燒樣品萃取液

圖十三、以 4mM Borax 添加 90% 氣甲烷(v/v)作為緩衝溶液，分離電壓為 20kV，
烟燃燒樣品萃取液之層析圖LIST WIDTH(1)
ANALYSIS PARAMETER FILE 1

WIDTH	6	SLOPE	500
DRIFT	0	MIN.AREA	5000
T.DBL	1500	STOP.TH	5L
ATTEN	3	SPEED	3
METHOD\$	848	FORMAT\$	0
SPL.HT	100	IS.HT	1

ANAL

6.7-

13.3-

20-

26.7-

33.3-

40-

46.7-

Time (min)

操作條件

管柱 : EP-75-40-3-C18 CEC 毛細管

365μm O. D. × 75μm I. D. × 50cm (40cm 至偵測器)

進樣 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

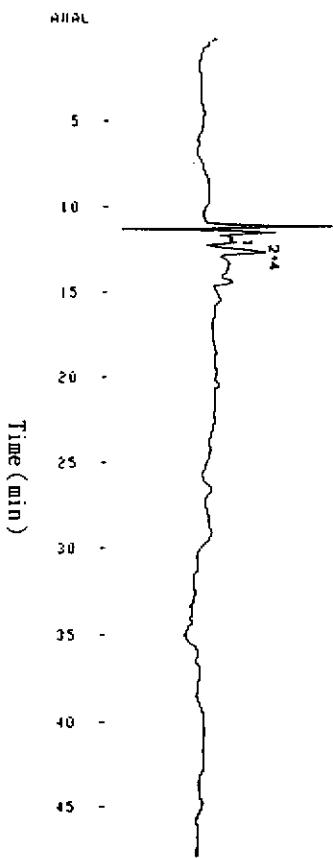
偵測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 4mM Borax 添加 90% 氣甲烷(v/v)

分析樣品 : 泡棉 (PUF) 和 XAD-16 吸附劑萃取液

圖十四、以 4mM Borax 添加 90% 氣甲烷(v/v)作為緩衝溶液，分離電壓為 20kV，
XAD-16 吸附劑萃取液之層析圖

LIST WIDTH(1)
 ANALYSIS PARAMETER FILE 1
 WIDTH 6 SLOPE 500
 DRIFT 0 HTR, HREN 5000
 T.DBL 1500 STOP.TH 51
 ATTEN 3 SPEED 4
 METHODE 840 FORMAT 0
 SPL.INT 100 TS.HT 2



操作條件

管柱 : EP-75-40-3-C18 CEC 毛細管

365μm O.D. × 75μm I.D. × 50cm (40cm 至檢測器)

速率 : 5kV/3sec

電壓 : 20kV

偵測 : UV 254nm

分離緩衝液 : 4mM Borax 添加 90% 氯甲烷(v/v)

分析樣品 : 玻璃纖維過濾樣品萃取液

圖十五 · 以 4mM Borax 添加 90% 氯甲烷(v/v)作為緩衝溶液，分離電壓為 20kV，玻璃纖維過濾樣品萃取液之層析圖