

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號 5055 (等級 A)

審查日期：109 年 12 月 10 日

異佛爾酮	Isophorone
容許濃度	參考資料：NIOSH 2508 08/15/1994[1]
勞動部：5 ppm	
OSHA：25 ppm	分子式：簡式 C ₉ H ₁₄ O
NIOSH：4 ppm，第三類殺蟲劑	分子量：138.21
ACGIH：5 ppm(Ceiling)	別名：3,5,5-trimethyl-2-cyclohexen-1-one
(1ppm = 5.65 mg/m ³)	CAS No.：78-59-1
基本物性	RTECS No.：GW 7700000
液態：密度 0.923 g/mL@ 25 °C	
沸點：213 °C	
熔點：—	
蒸氣壓：26 kPa (0.2 mmHg，260 ppm)	
@ 20 °C	
爆炸範圍：0.8 ~ 3.8 % (v/v in air)	
採樣	分析
採樣介質：石油醚(petroleum)活性碳管 (140 mg / 70 mg)	儀器：GC / FID
流 率：10 ~ 200 mL/min	分析物：Isophorone 異佛爾酮
採樣體積：最小 2 L@ 25 ppm 最大 32 L	脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分鐘，偶爾輕微搖動。
樣本運送：例行性	注射量：1 µL
樣本穩定性：28 天，室溫	溫度—注入口：230 °C
現場空白樣本：每批樣本數的 10 %，至少需 2 個以上	—偵檢器：250 °C
準確度[1]	—管 柱：110 °C (恆溫)
範圍：67 ~ 283 mg/m ³ (180 L 空氣樣本)	載流氣體：氮氣，20 mL/min
偏差：5.0 %	管柱：毛細管柱，DB-WAX， 30 m × 0.53 mm ID，1 µm
總變異係數(CV _T)：5.9 %	標準溶液：分析物溶於 1 mL 二硫化碳中
準確度 (Overall Accuracy)：±15.3 %	檢量線範圍：0.006 ~ 1.48 mg/mL
	可量化最低量：0.0111 mg/樣本
	分析變異係數(CV _a)：3.15 %
適用範圍：本方法是以 12 L 的空氣為樣本時，有效分析範圍 0.35 ~ 70 ppm(2 ~ 400 mg/m ³)。高濕度會嚴重降低破出體積。[1]	
干 擾：未確認。可使用不同管柱分析，例如，10 % SP-1000 或 DB-2 之毛細管柱。[1]	
安全衛生注意事項：二硫化碳(閃火點=-30 °C)是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體。異佛爾酮是一種催淚劑。因此，在使用時此二種化合物時需小心處理，且必須是在排煙櫃中進行。	
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：二硫化碳(分析級)

1.2 分析物：異佛爾酮(分析級)

1.3 氮氣。

1.4 氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

2.1 捕集設備：石油醚活性碳管(140 mg / 70 mg)，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」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 2 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。

2.5 10 µL、25 µL、50 µL 及 1 mL 微量注射針。

2.6 10 mL 量瓶。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校準，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」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，應採集的空氣體積約 2 ~ 32 L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」之脫附效率。

4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為 0.231 ~ 0.923 mg。

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 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入 2 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個 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 放置 30 分鐘，偶爾輕微搖動。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」之檢量線製作與品管。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.006 ~ 1.48 mg/mL。至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。

5.1.3 將樣本、標準溶液與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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件 3」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	DB-WAX， 30 m × 0.53 mm ID，1 μm
流率(mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	20
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	110 (恆溫)

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 滯留時間 (retention time)

化合物	滯留時間 (分鐘)
二硫化碳	0.467
異佛爾酮	4.85

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	變異係數 (%)
異佛爾酮	5	8.17 ~ 32.7	0.231~0.923	98.4	3.15

*採樣介質為 SKC 226-81A(140 mg/70 mg) 石油醚(petroleum)活性碳管。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀。

6.5 以波峰面積（或高度），自檢量線求出濃度乘以脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

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 / m³)

V：採樣氣體體積 (L)

W_f：前段活性碳管所含之分析物質量 (mg)

W_b：後段活性碳管所含之分析物質量 (mg)

B_f：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B_b：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如 W_b > (W_f / 10) 即表破出，樣本可能有損失，應於報告中註明。

8. 方法覆驗

	測 試 1	測 試 2
儀器	GC / FID(SHIMADZU GC-14A)	GC / FID(AGILENT GC-6890)
分析條件		
管柱	DB-WAX， 30 m × 0.53 mm ID，1 μm	DB-WAX， 60 m × 0.25 mm ID，0.25 μm
溫度(°C)		
注入口	230	250
偵檢器	250	250
管 柱	110	150
流率(mL/min)		
空氣	410	400
氫氣	38	45
氮氣	20	6
分流比	不分流	5:1
平均脫附效率(%)	98.4	90.0
分析變異係數 CV _a (%)	3.15	1.85
滯留時間(分鐘)	4.85	3.79

9. 高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

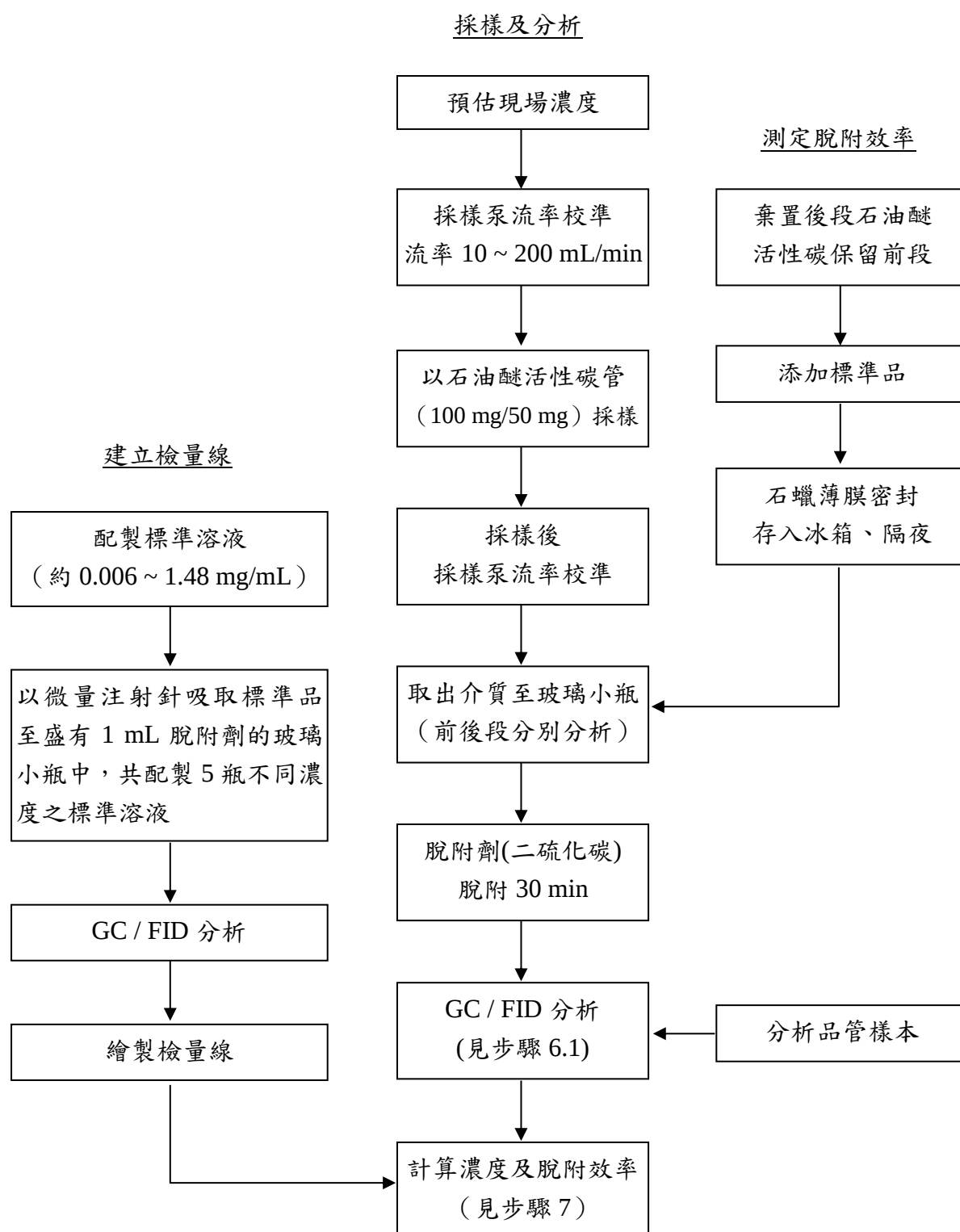
本方法評估是以注射針驅動法產生標準氣體，並於 30 ± 3 °C，80 ± 5 %RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；異佛爾酮測試濃度為 10.8 ppm，採樣流率為 200 mL/min，經 240 分鐘後無破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。

添加 0.462 mg 異佛爾酮於石油醚活性碳管，進行樣本貯放穩定性測試。於室溫貯存 7 天樣本之回收率為 97.9%，14 天回收率為 98.0%，21 天回收率為 99.1%，28 天回收率為 98.0%；於冷藏(4°C)下貯存 7 天樣本之回收率為 100.2%，14 天回收率為 103.1%，21 天回收率為 99.4%，28 天回收率為 98.0%；表示樣本可穩定儲存於室溫及冷藏(4°C)下 28 天。

10. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed., NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2508, 1994。
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，民國 107 年 3 月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 月。
- [4] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 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 Manual of Analytical Methods 4th ed Method 2508 分析方法而成。

2. 儀器分析條件：

方法：GC / FID

脫附：1 mL 二硫化碳，放置 30 分鐘偶爾輕微搖動。

注射量：5 μ L

溫度—注入口：200 $^{\circ}$ C

—偵檢器：250 $^{\circ}$ C

—管 柱：160 $^{\circ}$ C (恆溫)

管柱：玻璃管柱，4 m $\times$ 3 mm，10% SP2100/0.1% Carbowax 1500

填充 100/120 mesh Supelcoport 或同性質管柱。

標準溶液：分析物溶於二硫化碳中

測試範圍：0.2 ~ 10 mg/樣本

估計偵測極限：0.02 mg/樣本

分析變異係數 (CV_a)：3.15 %

3.方法評估

NIOSH 2508 方法是參考在 1977 年公佈之 S367 方法。S367 之方法在 $69 \sim 304 \text{ mg/m}^3$ 濃度下進行評估。對 12L 空氣樣品以 SKC 石油醚活性碳管(140 mg / 70 mg)採集，於儲存 7 天後進行分析。在 $69 \sim 304 \text{ mg/m}^3$ 濃度下之平均回收率為 104.9%，分析變異係數為 5.9%。在 $0.849 \sim 3.04 \text{ mg}$ /樣品濃度下其脫附效率平均為 86.0%。對濃度 $240 \sim 283 \text{ mg/m}^3$ ，在 0.19 L/min 流速下採集 12L 空氣樣品沒有破出現象產生。樣品在室溫下穩定至少一周。

表一 脫附效率

	介質空白 (mg/樣本)	添加量：0.231 mg		添加量：0.462 mg		添加量：0.923 mg	
		分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)
1	0	0.228	98.9	0.437	94.6	0.919	98.5
2	0	0.228	99.0	0.431	93.5	0.850	92.1
3	0	0.228	98.9	0.443	96.0	0.924	100.1
4	0	0.239	103.5	0.460	99.7	0.874	94.7
5	0	0.234	101.4	0.473	102.5	0.868	94.1
6	0	0.239	103.6	0.462	100.2	0.924	100.1
平均脫附效率(%)			100.9		97.7		96.6
變異係數(%)			2.27		3.64		3.53

相當採樣體積 8.17 ~ 32.7 L

三個添加量的平均脫附效率：98.4 %

分析變異係數：3.15 %

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率			
		冷藏 (4℃)		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	0.458	100	0.469	100
7	3	0.459	100.1	0.459	97.9
14	3	0.472	103.1	0.460	98.0
21	3	0.455	99.4	0.465	99.1
28	3	0.449	98.0	0.460	98.0

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 樣本添加量 0.462 mg