

行政院勞工委員會
勞工安全衛生研究所採樣分析參考方法

| | | |
|---|---|------------|
| RM011A 二丙酮醇 | DIACETONE ALCOHOL | 12/04/1996 |
| 容許濃度 | 參考資料：NIOSH 1402 (August, 1994) [1] | |
| 勞委會：50 ppm [2] | | |
| OSHA：50 ppm | 分子式：(CH ₃) ₂ C(OH)CH ₂ COCH ₃ ，C ₆ H ₁₂ O ₂ | |
| NIOSH：50 ppm | | |
| ACGIH：50 ppm (1ppm= 4.75 mg/m ³) | 分子量：116.16 | |
| 基本物性： | 別名：4-hydroxy-4-methyl-2-pentanone; | |
| 液態，密度 0.931 g/mL@ 25°C | diacetone alcohol; 2-methyl-2-pentanol-4-one | |
| 沸點：169.2°C | CAS No.：123-42-2 | |
| 熔點：-43°C | | |
| 蒸氣壓：100kPa(0.8 mm Hg,0.10%v/v) @20°C | RTECS No.：SA9100000 | |
| 爆炸範圍：1.8~6.9% (v/v in air) | | |
| 採 樣 | 分 析 | |
| 採樣介質：活性碳管 (100mg/50mg) | 方 法：GC/FID | |
| 流 率：10~200mL/min | 分析物：Diacetone alcohol | |
| 採樣體積：最小 1L[1] 最大 32L@100ppm | 脫附：1mLCS ₂ /2-propanol(95/5)，放置 30 分鐘 | |
| 樣品運送：冷凍 | 注射量：2μL | |
| 樣品穩定性：15 天 4°C 冷藏 | 溫度 - 注入口：200 °C | |
| 現場空白樣品：每批樣品數的 10%，至少需 二個以上 | - 偵檢器：250 °C | |
| | - 管 柱：80°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170°C (2min) (1min) | |
| | 載流氣體：氮氣，7.5mL/min | |
| 準 確 度 [1] | 管柱：Fused silica WCOT,FFAP,30m× 0.53mm ID,1μm | |
| 範 圍：1.1~4.7mg/m ³ | 標準樣品：分析物溶於 CS ₂ 中 | |
| 偏 差：-8.2% | 檢量線範圍：0.056~0.56mg/mL | |
| 總變異係數(CV _T)：10.4% | 可量化最低濃度：0.056mg/mL | |
| 準確度：20.0% | 分析變異係數(CV _a)：3.1% | |
| 適用範圍[1]：10L 的空氣樣品，本方法之有效分析範圍為 1.1~4.7mg/樣品；在此方法中，藉著改變 GC 的分析條件(如 temperature programming)可同時測 2 種以上的分析物。 | | |
| 干 擾[1]：高濕度會降低採樣量，本方法亦可用其他的管柱，如：3m× 3mm 不銹鋼管填充 10%FFAP on Chromosorb W-AW 或其餘管柱若有相等或更佳的解析度(如毛細管柱)亦可使用。在採樣時活性碳管中不易揮發的物質可能取代較易揮發的物質致使採樣發生偏差。 | | |
| 安全衛生注意事項：CS ₂ 屬第三類易燃化學物質及第六類毒性物質，會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統，應置於陰涼且通風良好處，並遠離火源，使用操作時應於通風良好之氣櫃中進行，並配戴護目鏡、防毒口罩及防護手套。 | | |

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：CS₂*(層析分析級)，含 5%(V/V) 2-propanol 助脫附劑。

1.2 分析物：二丙酮醇(試藥級)。

1.3 氮氣或氦氣。

1.4 氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

2.1 採集設備：活性碳管（100 mg/50 mg），見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。

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 1 mL 定量吸管和吸球。

2.6 10 μL 之注射針筒。

2.7 10 mL 量瓶。

2.8 超音波振盪器。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[3]。

3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率為 10~200 mL/min，應採集的空氣體積約 1~32 L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 請參考“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之脫附效率”[3]。

4.1.2 將活性管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

4.1.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上，添加量為 0.113～0.448 mg。

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 採樣後，打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 2mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個 2mL 的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 CS₂ /2-propanol (95/5) 1mL，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 以超音波振盪器振盪 30 分後測定。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.056～0.56 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 以波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線。

5.2 品質管制

見“勞委會有害物採樣分析建議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 | Fused silica, WCOT, FFAP 30m× 0.53mm ID, 1µm | |
| 流率 (mL/min) | | |
| 空氣 | 400 | |
| 氫氣 | 33 | |
| 氮氣 | 7.5 | |
| 溫度 (°C) | | |
| 注入口 | 200°C | |
| 偵檢器 | 250°C | |
| 管 柱 | 80°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170°C (2min) (1min) | |

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

| 化合物 | 滯留時間 (分鐘) |
|------|-----------|
| 二硫化碳 | 0.8 |
| 異丙醇 | 1.2 |
| 二丙酮醇 | 4.4 |

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/sample) | 平均脫附效率 (%) | 分析變異係數 CVa(%) |
|------|---------------|---------------|--------------------|---------------|------------------|
| 二丙酮醇 | 50 | 0.47-1.88 | 0.113-0.448 | 84.61 | 3.1 |

* 採樣介質為 SKC 226-01，Lot120 活性碳管，採樣介質可使用其他廠牌的同級品。

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)—利用 10 μ L 之注射針筒先以溶劑(CS₂)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約 3 μ L 脫附劑後，吸入約 0.2 μ L 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2 μ L 樣品後，在空氣中後退約 1.2 μ 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 μ L。

6.5 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

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

C：空氣中有害物濃度(mg/m³)

V：採集氣體體積(L)

W_f：前段活性碳管所含分析物之質量(mg)

W_b：後段活性碳管所含分析物之質量(mg)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b) > (W_f/10)即表破出，樣品可能有損失。

8.方法驗證

| | 測 試 1 | 測 試 2 |
|------------|---|---|
| 儀 器 | GC/FID(HP5890) | GC/FID(HP5890) |
| 分析條件 | | |
| 溫度(°C) | | |
| 注入口 | 200°C | 200°C |
| 偵檢器 | 250°C | 250°C |
| 管 柱 | 80°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170°C (2min) (1min) | 80°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170°C (2min) (1min) |
| 流率(mL/min) | | |
| 空氣 | 400 | 400 |
| 氫氣 | 40 | 35 |
| 氮氣 | 5.5 | 8.8 |
| 管柱 | FFAP, 30m× 0.53mm, 1µm | FFAP, 30m× 0.53mm, 1µm |
| 平均脫附效率 | 81.2% | 82.9% |
| CVa 值 | 3.8% | 3.4% |
| 滯留時間 | 4.6 分 | 4.4 分 |

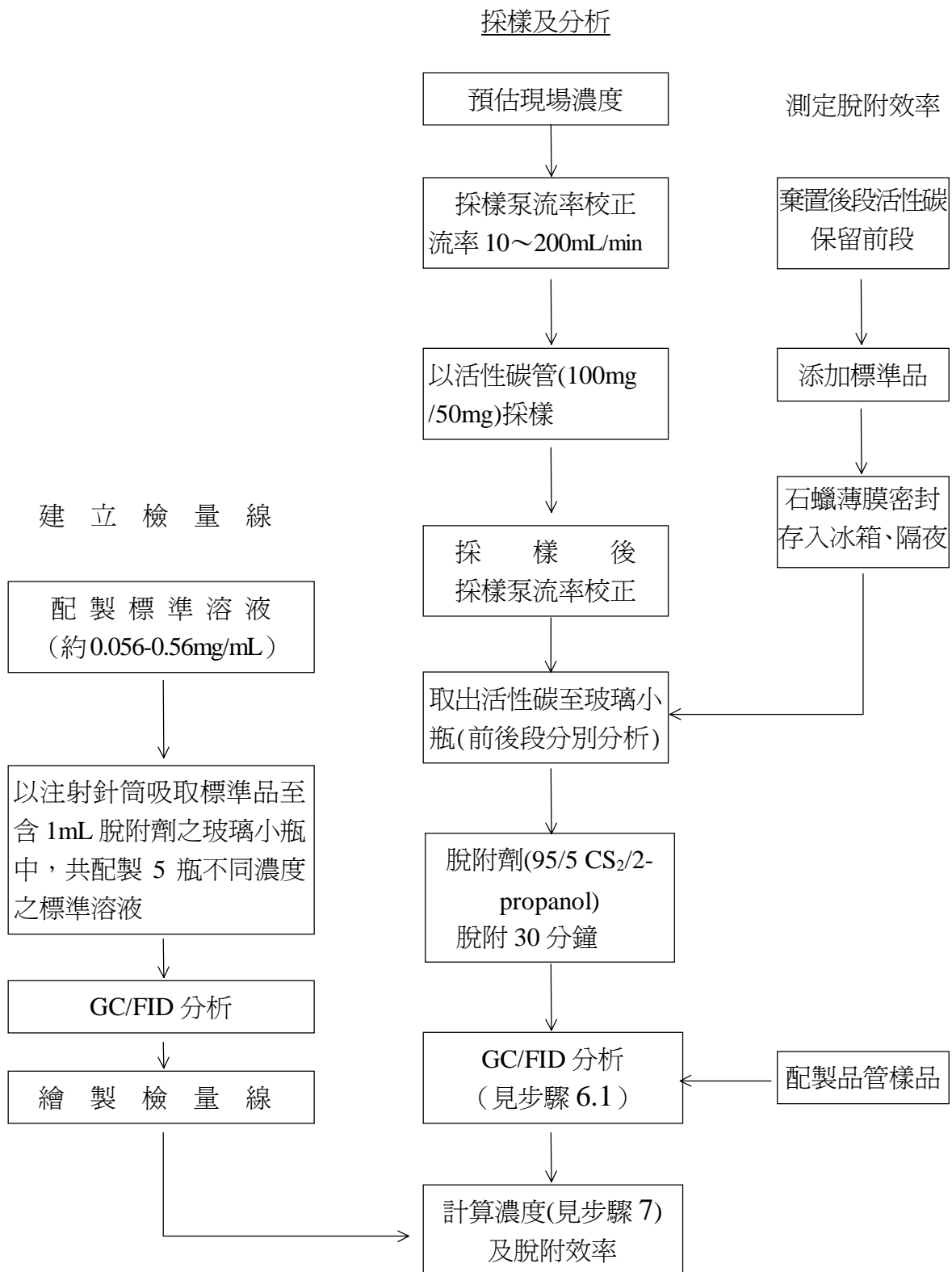
9.高濕環境下破出測試與樣品貯放穩定性測試

本方法評估是以注射針驅動法(syringe drive method)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；二丙酮醇測試濃度為 100 ppm，採集流率為 200 mL/min，經 240 分鐘後，仍未有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。在高濕環境下採集 36 個樣品，進行 15 天樣品貯存穩定性測試，於室溫貯存樣品之回收率為 60.3%，於冷藏下貯存樣品之回收率為 89.5%。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 4th ed., 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 84 年 6 月。
- [3] 勞工作業環境空氣中有害物採樣分析建議方法通則篇，行政院勞工委員會，民國 84 年 12 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 S52 及 NIOSH 1402 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1mL CS₂(含 5%(v/v)2-propanol 及 0.1%(v/v)hexane, 0.2%(v/v)n-pentadecane，或其他合適的內標定品)。

注射量：5μL

溫 度 - 注入口：200°C

- 偵檢器：250-300°C

管 柱：80-120°C

載流氣體：氮氣或氦氣，30mL/min

管 柱：玻璃管柱，10% SP-1000 on 80/100，Supelcoport，3m× 2mm ID

標準樣品：分析物溶於含內標定品之 CS₂ 中

測試範圍：1.1~4.7 mg/mL

分析變異係數 (CVa)：5.4%

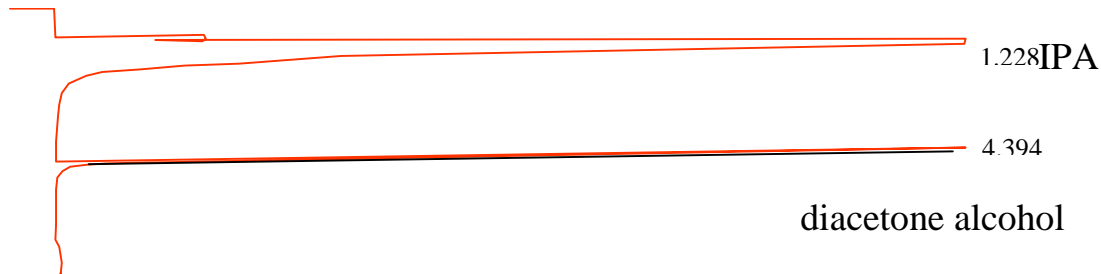
預估偵測極限：0.01mg/mL

表一 分析方法驗證

| | | 方法製訂單位 | | 協同覆驗單位一 | | 協同覆驗單位二 | |
|-------------|----------------|---|-----------|---|-----------|---|-----------|
| 分析儀器 | | GC/FID | | GC/FID | | GC/FID | |
| 分析條件 | | FFAP, 30m× 0.53 mm ID, 1µm | | FFAP, 30m× 0.53 mm ID, 1µm | | FFAP, 30m× 0.53 mm ID, 1µm | |
| 溫度 | | 200℃ | | 200℃ | | 200℃ | |
| 注入口 | | 250℃ | | 250℃ | | 250℃ | |
| 偵檢器 | | 80℃ $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170℃ (2min) (1min) | | 80℃ $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170℃ (2min) (1min) | | 80℃ $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ 170℃ (2min) (1min) | |
| 管 柱 | | | | | | | |
| 流率 (mL/min) | | 400 | | 400 | | 400 | |
| 空 氣 | | 33 | | 40 | | 35 | |
| 氫 氣 | | 7.5 | | 5.5 | | 8.8 | |
| 氮 氣 | | | | | | | |
| 檢量線範圍 | | 0.056-0.558 mg/ml | | 0.056-0.564 mg/ml | | 0.066-0.664 mg/ml | |
| 線性相關係數 | | 0.9995 | | 0.99988 | | 0.99916 | |
| 平均脫附效率 | | 84.1% | | 81.2% | | 82.9% | |
| 分析變異係數 | | 3.1% | | 3.8% | | 3.4% | |
| 盲樣 測試 | 配製值 (mg/樣品) | 測定值 (mg/樣品) | 偏差 (%) | 測定值 (mg/樣品) | 偏差 (%) | 測定值 (mg/樣品) | 偏差 (%) |
| 樣品一 | 0.1687 | 0.1705 | 1.1 | 0.1538 | -8.8 | 0.168 | -0.4 |
| 樣品二 | | 0.1468 | -13.0 | 0.1438 | -14.8 | 0.171 | 1.4 |
| 樣品三 | | 0.1599 | -5.2 | 0.1724 | 2.2 | 0.163 | -3.4 |
| 平 均 | 0.1687 | 0.1591 | -5.7 | 0.1567 | -7.1 | 0.167 | -1.0 |
| 樣品一 | 0.3921 | 0.4055 | 3.4 | 0.3647 | -7.0 | 0.409 | 4.3 |
| 樣品二 | | 0.3759 | -4.1 | 0.3530 | -9.9 | 0.386 | -1.6 |
| 樣品三 | | 0.3668 | -6.4 | 0.3596 | -8.3 | 0.383 | -2.3 |
| 平 均 | 0.3921 | 0.3827 | -2.4 | 0.3591 | -8.4 | 0.393 | 0.1 |

二、分析圖譜及分析條件

1.圖譜



2.分析條件

| | 條 | 件 |
|-------------|---|---|
| 儀器 | GC/FID | |
| 管柱 | Fused silica, WCOT, FFAP 30m× 0.53mm ID, 1µm | |
| 流率 (mL/min) | | |
| 空氣 | 400 | |
| 氫氣 | 33 | |
| 氮氣 | 7.5 | |
| 溫度 (°C) | | |
| 注入口 | 200°C | |
| 偵檢器 | 250°C | |
| 管柱 | 80°C $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{min}}$ >170°C (2min) (1min) | |

註：以 HP 5890 為例，亦可使用其他廠牌同級之儀器，但分析條件需另訂之。

表二 脫附效率

| | 介質空白 (mg/樣品) | 0.5 PEL | | | 1 PEL | | | 2 PEL | | |
|------|-----------------|----------------|----------------|------------|----------------|----------------|------------|----------------|----------------|------------|
| | | 添加量 (mg/樣品) | 分析量 (mg/樣品) | 回收率 (%) | 添加量 (mg/樣品) | 分析量 (mg/樣品) | 回收率 (%) | 添加量 (mg/樣品) | 分析量 (mg/樣品) | 回收率 (%) |
| 1 | 0 | 0.1126 | 0.1007 | 89.5 | 0.2247 | 0.1995 | 88.8 | 0.4476 | 0.3703 | 82.7 |
| 2 | 0 | 0.1126 | 0.0971 | 86.3 | 0.2247 | 0.1996 | 88.8 | 0.4476 | 0.3776 | 84.4 |
| 3 | 0 | 0.1126 | 0.0979 | 86.9 | 0.2247 | 0.1855 | 82.5 | 0.4476 | 0.3617 | 80.8 |
| 4 | 0 | 0.1126 | 0.0952 | 84.5 | 0.2247 | 0.1852 | 82.4 | 0.4476 | 0.3667 | 81.9 |
| 5 | 0 | 0.1126 | 0.0949 | 84.4 | 0.2247 | 0.1847 | 82.2 | 0.4476 | 0.3713 | 82.9 |
| 6 | 0 | 0.1126 | 0.1012 | 89.9 | 0.2247 | 0.1834 | 81.6 | 0.4476 | 0.3266* | 72.9* |
| 平均值 | | | | 86.9 | | | 84.4 | | | 82.5 |
| 變異係數 | | | | 2.73 | | | 4.07 | | | 1.61 |

三個濃度之平均回收率 = 84.61%

分析變異係數 (CV_a) = 3.05%

“*”表數據依Q test為outlier，未列入平均值中計算。

表三 儲存穩定性

| 天數 | 二丙酮醇相對回收率* (%) (添加量 = 3.54 mg/樣品) | | | | | |
|----|-----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 冷 藏 | | | 室 溫 | | |
| 0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 | 100.0 |
| 3 | 85.0 | 87.9 | 87.3 | 84.1 | 83.2 | 82.8 |
| 7 | 91.7 | 89.0 | 105.9 | 78.2 | 80.1 | 78.8 |
| 10 | 94.3 | 93.2 | 94.2 | 80.5 | 76.3 | 82.2 |
| 13 | 91.0 | 92.6 | 92.9 | 45.6 | 57.2 | 75.3 |
| 16 | 89.7 | 87.0 | 91.7 | 71.2 | 60.9 | 48.8 |
| 平均 | 89.5 | | | 60.3 | | |

* 指相對於第一天分析結果之回收率