

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5007

酮類(II)合成樟腦

Ketone(II) (synthetic); Camphor

容許濃度
勞委會：2 ppm
OSHA：2 ppm
NIOSH：2 ppm
ACGIH：2 ppm
(1 ppm = 6.22 mg/M³)

參考資料：NIOSH 1301 8/15/94[1]
分子式：C₁₀H₁₆O
分子量：152.24

基本物性：
固態：密度0.992g/mL @25°C
熔點：174°C
蒸氣壓：0.024kPa (0.18mmHg, 1470mg/M³) 昇華狀態

CAS No.：76-22-2
RTECS No.：EX1225000

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管(100mg/50mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10~200 mL/min		分析物：合成樟腦	
採樣體積：最小 1 L		醋合物：1 mL CS ₂ (內含1%甲醇)	
	@ 4 ppm	放置30分鐘	
最大 32 L		注射量：0.2 μL	
樣品運送：例行性		溫 度 一 注入口：220°C	
樣品穩定性：15天 @ 4°C (回收率85%)		一 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		一 管柱：130°C $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{分}}$ 190°C	
		(2分) (1分)	
準 確 度 [1]		載流氣體：氮氣，10mL/min	
範 圍：6~25mg/M ³		管柱：fused silica WCOT, DB-1	
偏 差：0.9%		30m x 0.53 mm ID	
總變異係數 (CV _T)：7.4%		標準樣品：分析物溶於 CS ₂ 中	
準 確 度：10.5%		檢量線範圍：0.6~50 μg/mL	
		可量化最低濃度：0.6 μg/mL	
		分析變異係數(CV _a)：1.0%	

適用範圍：內含1%甲醇的CS₂溶液較純CS₂可將活性碳所採集的樟腦更有效的脫附。這方法可用於顏料和樹膠製造廠。

干 擾：無記錄。也可使用的管柱如4 m 10% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120 或 DB-1 fused silica 毛細管柱。

安全衛生注意事項：1.合成樟腦危害性分類為 4.1 易燃固體
2.CS₂有毒，易燃，(閃火點=-30°C)。需在通風效果良好的氣櫃中進行。

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂ (層析級) 內含 1 % 甲醇
- 1.2 分析物：合成樟腦。
- 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：活性碳管 (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 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 5, 10, 25, 100 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，應採集的空氣體積約 1~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。
4. 脫附效率測定與樣品脫附
- 4.1 脫附效率測定
- 4.1.1 見通則之脫附效率。
- 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 將 10 mg 的合成樟腦溶解於 1 mL 的CS₂中（內含 1% 甲醇），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 10~40 μg 或 1~4 μL。
- 4.1.4 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.4 以脫附劑脫附後，進行分析。
- 4.2 樣品脫附
- 4.2.1 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 2 mL 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 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 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 見通則之檢量線製作與品管。
- 5.1.2 以注射針筒直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.6~50 μg/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（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	
	30 m × 0.53 ID	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	40	
氮氣	10	
溫度 (°C)		
注入口	220	
偵檢器	250	

管 柱	管柱：130°C	30°C /分	190°C
	(2分)		(1分)

註：以 Hitachi 263-30 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)
二硫化碳 (CS ₂)	1.8
樟 腦	4.3

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm)	相當採樣體積 (L)	脫附濃度 (μg/mL)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
Camphor	2	0.9~3.6	10~40	92.0	1.0

* 採樣介質為SKC批號120，活性碳管

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) 一利用1 μL 之注射針筒先以溶劑 (CS₂，內容 1%甲醇) 沖刷數次濕潤針管與活塞，取 0.1 μL 溶劑後，吸入 0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 0.2 μL 樣品後，在空氣中後退 0.2 μL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔 0.19~0.21 μL。

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/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) 表示破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試	1 *	測 試	2 *
--	-----	-----	-----	-----

儀器	GC/FID (HP 5890)	GC/FID(HP 5890)
溫度 (°C) 注入口 偵檢器	220°C 250°C	220°C 250°C
管 柱	130°C (恆溫)	130°C (2分) — 10°C / 分 — 180°C (1分)
流率 空氣 氮氣 氦氣	400 mL/min 33 mL/min 12 mL/min	400 mL/min 33 mL/min 5.3 mL/min
管 柱	fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm	fused silica WCOT DB-1 , 30m× 0.53mm
平均脫附效率	100.0 %	97.7 %
CVa	2.3 %	2.6 %
滯留時間	5.8 %	4.6 %

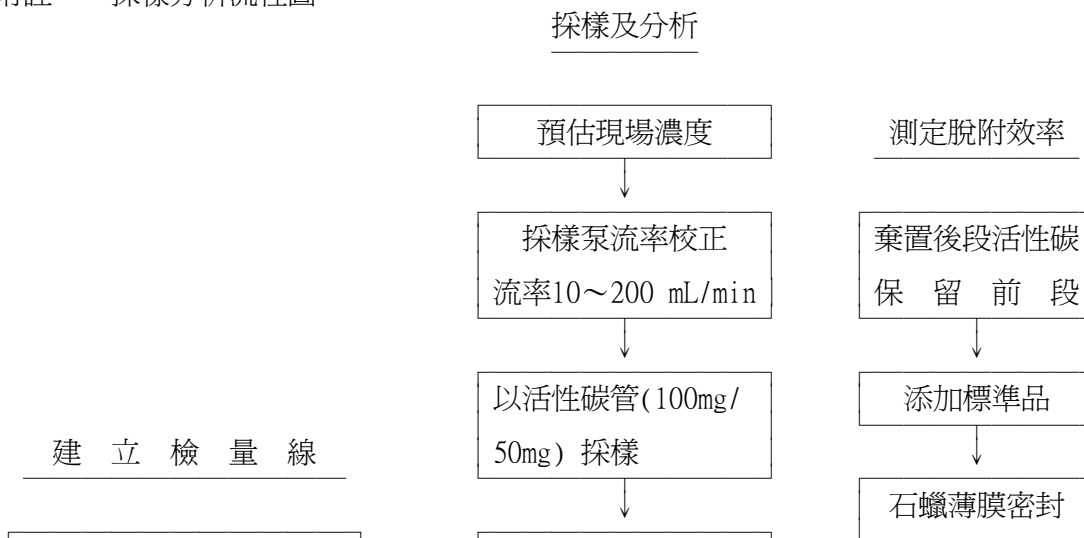
高濕環境破出測試及樣品貯放穩定性測試

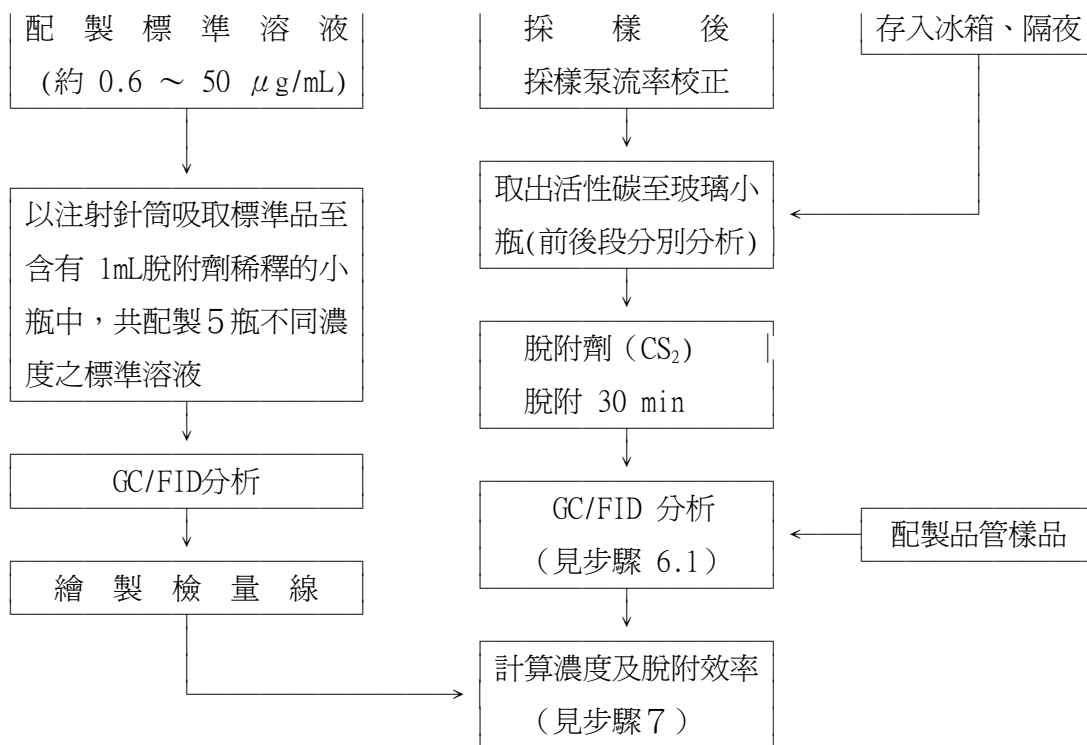
本方法評估是以採樣袋法產生標準氣體，並於30°C，80% RH 高濕環境下進行6個樣品之破出測試；合成樟腦測試濃度為 4 ppm，採集流率為 200 mL/min，經 240 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 32 L。在高濕環境採集36個樣品，進行15天樣品貯存穩定性測試，於冷藏下貯存樣品之回收率為85.0%。

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1301, 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] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S10, S12, S13, S15, S16, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, publ. (NIOSH) 77-157-B, 1977.
- [4] Documentation of the NIOSH Validation Tests. S10, S12, S13, S15, S16, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.

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 1301, S10, S12, S13, S15 及 S16 分析方法而成。

2. 儀器分析條件：

方法：GC/FID

脫附：1mL 1% methanol in CS₂，放置30分鐘

注射量：5 μL

溫度—注入口：200°C

—偵檢器：300°C

10°C/分

—管柱：100°C → 200°C

管柱：不銹鋼管 3.0 m × 3.0 mm, 10% FFAP on 80/100
chromosorb W-AW

標準樣品：分析物溶於 CS₂ (內含 1% methanol)

測試範圍：0.02~0.4mg/樣品

分析變異係數 (CVa)：1.8%

預估偵測極限：0.05mg/樣品

3. 方法評估

實驗室試驗分別利用注射法及氣體產生法完成，以 GC-FID 作偵測器。

以 S10 方法分析，範圍 6~25 mg/M³，破出量大於48L，CV_T為7.4%，測量範圍 0.02~0.4 mg/樣品，脫附效率為97%，CVa為1.8% (在高濃度範圍的乾燥空氣中，流率 0.2 L/min時，有5%破出。)