

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1227

2-己酮

<p>分子式：CH₃(CH₂)₃COCH₃</p> <p>分子量：100.16</p>	<p>2-hexanone</p> <p>參考資料：NIOSH 1300 (5/15/89)</p> <p>編輯日期：10/11/90</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：表 1</p> <p>NIOSH：表 1</p> <p>ACGIH：表 1</p> <p>勞委會：表 1</p>	<p>基本物性：</p> <p>密度：0.812 g/mL</p> <p>沸點：127°C</p> <p>蒸氣壓：0.4 KPa(3 mmHg)</p>
<p>化合物：2-hexanone(2-己酮); methyl n-butyl ketone; CAS # 591-78-6</p>	
<p>採 樣</p>	<p>分 析</p>
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)</p> <p>流速：10~200 mL/min</p> <p>採樣量：一最小 1 L 一最大 10 L</p> <p>樣品運送：密封</p> <p>樣品穩定性：未測定</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p>	<p>方法：GC/FID</p> <p>分析物：2-己酮</p> <p>脫附：1 mL CS₂， 放置 30 分鐘</p> <p>注射量：5μL</p> <p>溫度—注射器：160°C</p> <p>偵測器：220°C</p> <p>管柱：40°C—100°C @20°C/min</p>
<p>準 確 度</p>	

<p>範圍：見方法評估[1]</p> <p>偏差：不顯著 [1]</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：見方法的評估[1]</p>	<p>載流氣體：氮氣，30 mL/min</p> <p>管柱：玻璃管，10% carbowax 20M, Chromosorb P AW-DWCS, 2m×2mm ID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 CS₂ 中</p> <p>檢量線範圍：0.08~1.2 mg/mL</p> <p>預估偵測極限：0.01 mg/樣品</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：見步驟 6.3</p>
<p>適用範圍：適用於測定 OSHA 所列管，沸點在丙酮(acetone)至二異丁基酮(diisobutyl ketone)之間的酮類化合物。可同時測定多種化合物，但化合物彼此間的交互作用，可能會降低採集介質的吸收量和其脫附效率。如果僅分析某些化合物，則可改變儀器條件使這些化合物具有最大的儀器訊號。</p>	
<p>干擾：未報告。其他可用的管柱有：10% SP 2100 或 DB-1 fused silica capillary column。</p>	
<p>其它方法：本方法是參考 NIOSH 1300 (5/15/89)分析方法。</p>	

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：CS₂*：層析分析級，可內含合適的內標定品。
- 1.2 分析物：試藥級*。
- 1.3 純化的氫氣或氮氣。
- 1.4 預先純化的氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

* CS₂有毒，易燃，(閃火點 = -30°C)，準備樣品及標準品時，需在通風良好的煙櫃(hood)中進行。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：活性碳管 100mg/50mg，見採樣介質通則。
- 2.2 個人採樣泵：流量約 10 ~200 mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵測器(FID)、積分器，以及管柱。
- 2.4 2 mL 玻璃小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL 吸管和吸球。
- 2.6 5, 10, 25, 100 μL 之注射針筒。
- 2.7 量瓶。

3. 採樣

3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流量校正，見採樣通則。

3.2 以正確且已知的流量，採集空氣。採樣泵流量是介於 10~200 mL/min，應採集的空氣量，見表 2。

3.3 以塑膠?不可用橡膠)封管，並以石臘薄膜(parafilm)加封。

4. 樣品脫附

4.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，把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 PU 泡綿，後段之活性碳倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。此二樣品應分開分析。

4.2 每一玻璃小瓶中，加入 1 mL 脫附劑，立即蓋上瓶蓋。

4.3 放置 30 分鐘，並偶爾搖動。

5. 檢量與品管

5.1 檢量線制定

5.1.1 見檢量與品管通則。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.08~1.2 mg/mL。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液的測試分析，以建立檢量線。

5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物的波峰面積與內標定品之波峰面積之比值對分析的濃度，繪製檢量線圖。

5.2 脫附效率

5.2.1 見脫附效率通則。

5.2.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。

5.2.3 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量可參考步驟 6.3。

5.2.4 以塑膠蓋封管，並以石臘膜(parafilm)加封，靜置過夜。

5.2.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率(D.E.)對分析物回收毫克數(mg)作圖。

5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

條 件

儀器 Varian 3600 GC/FID
 管柱 玻璃管，10% carbowan×20M on 60/80
 60/80, 2 m×2.0 mm ID
 流速 (mL/min)
 空氣 300
 氫氣 25
 氮氣 30
 溫度 (°C)
 注射器 160
 偵測器 220
 管柱 20°C/分
 40°C———100°C
 (2分) (2分)

6.2 大約滯留時間 (retention time)

化合物分鐘

CS₂ 0.49

2-hexanone 6.92

6.3 脫附效率

化合物	TLV (ppm)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	脫附效率* (%)	CV ₁ (%)
2-hexanone	5	9.3~37	0.19~0.76	88.3	2.23

* 使用 SKC 批號 120 之活性碳管。

6.7 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)—10 μL 之注射器先以溶劑 (CS₂) 沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 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 2 μL 樣品後，在空氣中後退 1.2 μL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針之針管樣品佔 1.9~2.1 μL。

6.8 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方去，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

7.1 濃度計算：

採集氣體量 V (單位:L)

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

C : 濃度 mg/m^3

W_f : 前段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

W_b : 後段活性碳管所含分析物濃度(mg/mL)

B_f : 現場空白樣品前段之算術平均濃度(mg/mL)

B_b : 現場空白樣品後段之算術平均濃度(mg/mL)

註：如 $W_b > W_f/10$ 即表破出，樣品可能有損失。

8. NIOSH 1300 分析方法

8.1 本分析方法綜合下列諸方法而成，S178, NIOH 1300(2/15/84)及 1300(5/15/89)。

8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

分析物：2-己酮

脫附：1 mL CS₂，放置 30 分

注射量：5 μL

溫度—注射器：250°C

—偵測器：300°C

—管柱：50°C至 170°C @ 10°C/min

載流氣體：N₂或 He, 30 mL/min

管柱：玻璃管，3.5 m×6 mm, 10% SP-2100 & 0.1%Carbowax 1500 on

Chromosorb WHP

標準樣品：分析物溶於 CS₂

範圍：0.06~10 mg/樣品[2]

分析精密度偏差(CV₁)：見方法評估

預估偵測極限：0.02 mg/樣品

8.3 方法評估

脫附效率的測定為添加已知量的化合物(純標準品或 CS₂稀釋液)於活性碳中。2-hexanone 則以注射器幫浦將化合物送入預熱之預熱之玻璃內襯入口，以氮氣吹送，將蒸氣帶入混合腔，實驗結果如表 2。

8.4 其他驗證分析方法

	測試 1*	測試 2
儀器	GC/FID	GC/FID
溫度		
注射器	240 °C	225 °C
偵測器	250 °C	250 °C
管柱	20°C/分 20°C/分 40 °C—— 80 °C—— 120 °C (0.5 分) (1 分) (1 分)	10°C/分 50 °C—— 130 °C (5 分) (0.1 分)
速度 (mL/min)		
空氣	300	40
氫氣	30	30
氮氣	6.9	10
管柱	fused silica WCOT, DB-1 (3.0 μm) 30m×0.53 mm ID	fused silica WCOT, DB-1 30 m × 0.53 mm ID

8.4.1 脫效率

化合物	測試 1		測試 2	
	脫附效率	CV ₁ 值	脫附效率	CV ₁ 值

2-hexanone	88.03%	2.53%	84.34%	4.80%
------------	--------	-------	--------	-------

9. 文獻

- [1] UBTL Report, Sequence #5528-J (NIOSH, unpublished, Oct. 2,1986).
- [2] Williams, Karen, Desorption Efficiency Determination forCyclohexanone and Methyl Isobutyl Ketone, NIOSH/MRSB,unpublished (1986).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol.2, S1, S18,S19 and S20, U.S. Department of Health, Education, andWelfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol.3, S178,S358, U.S. Department of Health, Education, and Welfare,Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Departmentof Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185(1977), available as Stock No. PB 274-248 from NTIS,Springfield, VA 22161.
- [6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 1, P&CAM127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ.(NIOSH) 77-157-A (1977).
- [7] 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 77 年 6 月。
- [8] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, 1985.

測試撰寫人：郭慶輝

驗 證 人：林維炤、陳嘉玲、郭珍蘭

表 1 容許濃度標準(TLV, 單位 ppm)

化合物	OSHA		NIOSH	ACGIH		勞委會 mg/m ³ =1 ppm	
	TWA	STEL	TWA	TLV	STEL	TWA	@ NTP
2-Hexanone	5		1	5		5	4.09

表 2 NIOSH 1300 方法評估之數據[5]

化合物	全部	分析
-----	----	----

	方法 [2-5]	濃度範圍 (mg/m ³)	破出體積 * (L)	精密度 (CV _T)	濃度範圍 (mg/樣品)	脫附效率 **	精密度偏差 (CV ₁)
2-hexanone	S178	188-790	>45	0.053	1.5-8.1	81%	1.8%

* 以 0.2 L/min 流速，於乾燥空氣採樣之最高濃度，其破出濃度達 5% 時之採樣體積

** 平均脫附率

2-己酮
採樣及分析流程圖

