

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1225

環己酮

分子式：C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O  分子量：98.15	Cydohexanone  參考資料：NIOSH 1300 (5/15/89)  編輯日期：NIOSH 1300 (5/15/89)
容許濃度標準(TLV)  OSHA：表 1  NIOSH：表 1  ACGIH：表 1  勞委會：表 1	基本物性：  密度：0.947 g/mL  沸點：155°C  蒸氣壓：0.3 KPa(2 mmHg)
化合物：Cyclohexanone(環己酮); CAS # 108-94-1	
採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)  流速：10~200 mL/min  採樣量：一最小 1 L 一最大 10 L  樣品運送：密封  樣品穩定性：未測定  現場空白樣品：樣品數的 10%	方法：GC/FID  分析物：環己酮  脫附：1 mL CS <sub>2</sub> ， 放置 30 分鐘  注射量：5μL  溫度－注射器：160°C  偵測器：220°C
準 確 度	

<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<sub>T</sub>)：見方法的評估[1]</p>	<p>管柱：40°C – 100°C @20°C/min</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 CS<sub>2</sub> 中</p> <p>檢量線範圍：0.09 ~ 1.4 mg/ mL</p> <p>預估偵測極限：0.01 mg/樣品</p> <p>分析精密度偏差(CV<sub>1</sub>)：見步驟 6.3</p>
<p>適用範圍：</p> <p>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及其脫附效率。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：CS<sub>2</sub>\*：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 純化的氮氣或氫氣。
- 1.4 預先純化的氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

\* CS<sub>2</sub>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。

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 0.1~1.4 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, 2.4m×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)

---

### 6.5 大約滯留時間 (retention time)

---

#### 化合物分鐘

---

CS<sub>2</sub> 0.49  
cyclohexanone 4.58

---

### 6.3 脫附效率

化合物	測試 1		測試 2	
	脫附效率	CV <sub>1</sub>	脫附效率	CV <sub>1</sub>
	(%)	(%)	(%)	(%)
cyclohexone	76.74	4.47	74.67	4.08

## 9. 文獻

- [1] UBTL Report, Sequence #5528-J (NIOSH, unpublished, Oct. 2,1986).  
[2] Williams, Karen, Desorption Efficiency Determination for Cyclohexanone 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, and Welfare, 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. Department of 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 <sup>3</sup> =1 ppm	
	TWA	STEL	TWA	TLV	STEL	TWA	@ NTP
Cyclohexanone	25(皮膚)		25(皮膚)	25(皮膚)		25(皮膚)	4.01

表 2 NIOSH 1300 方法評估之數據[5]

化合物	全部				分析		
	方法	濃度範圍	破出體積*	精密度	濃度範圍	脫附效率**	精密度偏差
	[2-5]	(mg/m <sup>3</sup> )	(L)	(CV <sub>T</sub> )	(mg/樣品)		(CV <sub>i</sub> )
Cyclohexanone	S19	98-392	65	0.062	3.8-18.0	82%	2.5%

\* 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

環己酮  
採樣及分析流程圖

