

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

<p>RM009A 環己烯</p> <p>容許濃度</p> <p>勞委會：300 ppm[5]</p> <p>OSHA：300 ppm</p> <p>NIOSH：300 ppm</p> <p>ACGIH：300 ppm (1ppm= 3.36 mg/m³)</p> <p>基本物性：</p> <p>液態：密度 0.811 g/mL@ 20°C</p> <p>沸點：83.0°C</p> <p>蒸氣壓：11.8kPa(88.8 mm Hg,25% v/v)</p> <p>爆炸範圍：_~_% (v/v in air)</p>	<p>CYCLOHEXENE</p> <p style="text-align: right;">12/04/1996</p> <p>參考資料：NIOSH 1500 8/15/1994[1]</p> <p>分子式：C₆H₁₀</p> <p>分子量：82.15</p> <p>別名：tetrahydrobenzene,benzene tetrahydride</p> <p>CAS No.：110-83-8</p> <p>RTECS No.：GW2500000</p>
採 樣	分 析
<p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/ 50 mg)</p> <p>流 率：≤200 mL/min</p> <p>採樣體積：最小 5 L[1] 最大 7 L@600ppm</p> <p>樣品運送：例行性</p> <p>樣品穩定性：15 天, 4°C 冷藏</p> <p>現場空白樣品：每批樣品數的 10%，至少需 二個以上</p>	<p>方 法：GC/FID</p> <p>分析物：Cyclohexene</p> <p>脫附：1mL CS₂，靜置 30 分鐘</p> <p>注射量：2μL</p> <p>儀器分析條件：</p> <p>—注入口：250°C</p> <p>—偵檢器：250°C</p> <p>—管 柱：50°C 持續 4 分鐘</p> <p>載流氣體：氮氣，8.5mL/min</p> <p>管柱：Fused silica, WCOT,DB-1,30m× 0.53mmID,1μm</p> <p>標準樣品：分析物溶於 1 mL CS₂ 中</p> <p>檢量線範圍：0.16~16.2 mg/mL</p> <p>可量化最低濃度：0.16 mg/mL</p> <p>分析變異係數(CVa)：0.43%</p>
準 確 度 [1]	
<p>範 圍：510~2030mg/m³</p> <p>偏 差：10.6%</p> <p>總變異係數(CV_T)：7.3%</p> <p>準確度：±20.7%</p>	

適用範圍[1]:適用於測定 OSHA 所列管,沸點在正戊烷(n-pentane)至正辛烷(n-octane)之間的碳氫化合物,可同時測定多種化合物,唯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。本方法曾用於汽油揮發物和印刷工廠作業環境空氣之分析[5]。

干 擾[1]:在高濕環境下,採樣介質可能減少 50%的吸收,增加破出率。其它高揮發有機溶劑,如醇類(alcohols)、酮類(ketones)、醚類(ethers)和鹵化碳氫化合物(halogenated hydrocarbons)可能會干擾分析結果。如果有可疑的干擾現象,應採用極性較強的管柱或改變管柱的溫度條件。

安全衛生注意事項:環己烯及二硫化碳均屬第三類易燃液體會刺激眼睛、皮膚及呼吸系統,二硫化碳為第六類毒性物質,應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操作,並配戴護目鏡、口罩及手套。

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*(層析級)。

1.2 分析物：環己烯(試藥級)。

1.3 氮氣。

1.4 氫氣。

1.5 經過濾之空氣。

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

2. 設備

2.1 採集設備：活性碳管（100mg/50mg），見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[6]。

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“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[6]。

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 5~7 L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）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“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之脫附效率”[6]。

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 2.52~10.08 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 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 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“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”[6]。

5.1.2 以注射針筒直接注入含有 1mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.16~16.2mg/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”[6]。

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 30m× 0.53mm ID, 1μm	
流率 (mL/min)		
空氣	400	
氫氣	36	
氮氣	8.5	
溫度 (°C)		
注入口	250°C	
偵檢器	250°C	
管 柱	50°C 持續 4 分鐘	

註：以 HP 5890 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)
CS ₂	1.09
Cyclohexene	2.20

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(%)
Cyclohexene	300	0.5-1.9	0.48-1.95	102.88	0.44

*採樣介質為 SKC 226-01 Lot120 活性碳管(100mg/50mg)，或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 溶劑後，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。

10.文獻

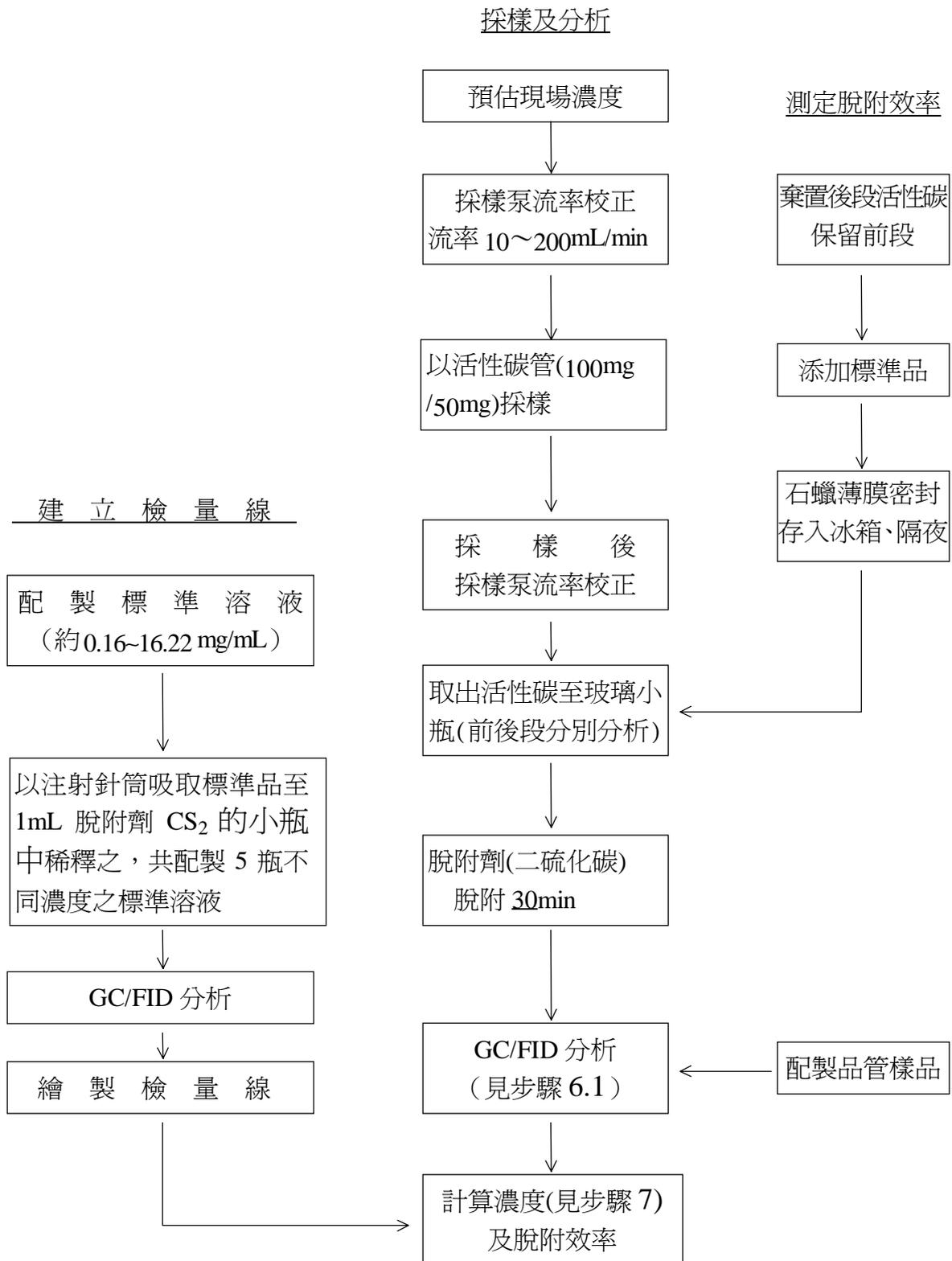
- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd. ed.. V.1, P&CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ, (NIOSH) 77-157-A(1977).
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd. ed.. V.2, S82, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ, (NIOSH) 77-157-B(1977).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods , 2nd. ed.. V.3, S311, S343, S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ, (NIOSH) 77-157-C(1977).
- [4] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4213-L (unpublished, January 31,1984).
- [5] 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。
- [6] 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。
- 一般參考文獻
- [7] R. D. Driesbach, “Physical Properties of Chemical Compounds”; Advances in Chemistry Series, NO. 15; American Chemical Society, Washington, DC(1955).
- [8] R. D. Driesbach, “Physical Properties of Chemical Compounds—II”, Advances in Chemistry Series, NO. 22; American Chemical Society, Washington, DC(1959).
- [9] Code of Federal Regulations; Title 29(Labor), Parts 1900 to 1910; U.S. Government Printing Office, Washington, DC (1980); 29 CFR 1910. 1000.
- [10] Update Criteria and Recommendations for a Revised Benzene Standard, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (August 1976).
- [11] Criteria for a Recommended Standard. Occupational Exposure to Alkanes (C5-C8), U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH)77-151(1977).
- [12] Criteria for a Recommended Standard. Occupational Exposure to Toluene, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 73-11023(1973).
- [13] TLVs--Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents in the Work

Environment with Intended Changes for 1983-84, ACGIH, Cincinnati, OH(1983).

[14] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S28, S82, S90, S94, S311, S343, S378, S379,
U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185(1977).

[15] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, 1985.

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(IV) 1501 及 NIOSH(II)S82 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1mL CS₂，放置 30 分鐘

注射量：5μL

溫 度 - 注入口：250°C

- 偵檢器：250°C

- 管 柱：40°C 持續 9.5 分鐘或 70°C 持續 3.8 分鐘

載流氣體：N₂ 或 He，50mL/min

管柱：玻璃管柱；20% SP-2100 on 80/100 mesh Supelcoport，3.0m× 2mm ID

標準樣品：分析物溶於 CS₂

測試範圍：2.43~9.72 mg/樣品

分析變異係數 (CVa)：2.1%

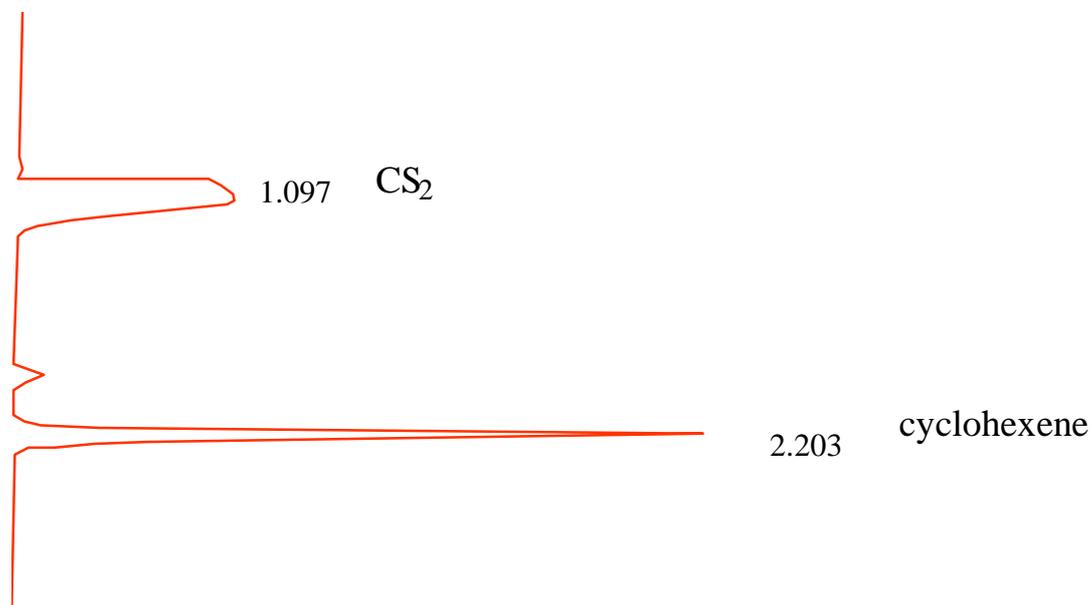
預估偵測極限：0.001~0.01mg/mL，以毛細管柱分析[1]

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 (HP 5890)		GC/FID (HP 5890)		GC/FID (HP 5890)	
分析條件		Fused silica WCOT DB-1,30m × 0.53mm ID, 1µm		Fused silica WCOT DB-1,30m × 0.53mm ID, 1µm		Fused silica WCOT DB-1,30m × 0.53mm ID, 1µm	
溫度		250°C		200°C		200°C	
注入口		250°C		250°C		250°C	
偵檢器		250°C		250°C		250°C	
管柱		50°C 持續 4 分鐘		42°C $\frac{10^\circ\text{C}}{\text{min}}$ 50°C (3min) (1.8min)		50°C 持續 4 分鐘	
流率 (mL/min)							
空氣		400		400		400	
氫氣		36		33		33	
氮氣		8.5		14.4		8.0	
檢量線範圍		0.16-16.2 mg/樣品		0.16-16.22 mg/樣品		0.16-16.22 mg/樣品	
線性相關係數		0.9998		0.9995		0.9997	
平均脫附效率		102.9%		98.5%		97.3%	
分析變異係數		0.43%		0.86%		1.54%	
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	0.7299	0.7295	-0.05	0.7458	2.18	0.7685	5.29
樣品二	0.7299	0.7318	0.26	0.7384	1.16	0.7424	1.71
樣品三	1.2165	1.2036	-1.06	1.2254	0.73	1.2099	-0.54
樣品四							
平均							

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 DB-1,30m× 0.53mm ID, 1µm	
流率 (mL/min)		
空氣		400
氫氣		36
氮氣		8.5
溫度 (°C)		
注入口		250°C
偵檢器		250°C
管 柱		50°C 持續 4 分鐘

註：以 HP5890 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 (μ g/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	2.435	2.505	103.0	4.865	5.025	103.3	9.730	9.930	102.0
2	0	2.435	2.515	103.3	4.865	5.020	103.2	9.730	9.900	101.7
3	0	2.435	2.515	103.3	4.865	5.010	102.9	9.730	9.975	102.5
4	0	2.435	2.545	104.5	4.865	5.000	102.7	9.730	9.900	101.7
5	0	2.435	2.535	104.2	4.865	5.020	103.2	9.730	9.960	102.4
6	0	2.435	2.520	103.5	4.865	4.980	102.4	9.730	9.985	102.6
平均值				103.6			103.0			102.1
變異係數				0.56			0.34			0.40

三個濃度之平均回收率=102.88%

分析變異係數 (CV_a)=0.44%

表三 儲存穩定性

天數	環己烯相對回收率* (%) (添加量 = 4.856 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
3	99.5	99.9	100.3	100.2	99.7	98.4
6	97.3	98.9	99.5	101.1	95.4	96.4
9	96.4	97.8	99.9	98.5	96.3	93.1
12	98.7	96.2	94.2	95.7	92.1	89.7
15	98.3	95.9	95.3	91.4	90.3	89.5
平均	96.5			90.4		

* 指相對於第一天分析結果之回收率