

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

1217(等級 A) 甲基環己醇 methyl cyclohexanol 編輯日期：12/02/2003

容許濃度
 行政院勞工委員會：50 ppm
 OSHA：100 ppm
 NIOSH：50 ppm
 ACGIH：50 ppm
 (1 ppm = 4.67 mg/m³)

參考資料：NIOSH 1404 (8/15/1994) [1]
 分子式：CH₃C₆H₁₀OH
 分子量：114.19
 別名：hexahydromethylphenol, hexahydroresol
 CAS No.：25639-42-3
 RTECS No.：GW 0175000

基本物性：
 液態：密度0.92 g/mL @20 °C
 沸點：155~180 °C
 熔點：未標示
 蒸氣壓：0.2 kPa (1.5 mmHg) @ 20 °C

採 樣 [1]	分 析
採樣介質：活性碳管(100 mg/ 50 mg) 流 率：10~200 mL/min 採樣體積：最小 1 L @100 ppm 最大 15 L 樣本運送：例行性 樣本穩定性：7 天 @ 25 °C 現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需 二個以上。	儀 器：GC/ FID 分析物：2-甲基環己醇 脫 附：1 mL CH ₂ Cl ₂ ，放置 30 分鐘 注射量：2 µL 溫 度—注入口：230 °C —偵檢器：250 °C —管 柱： 10 °C/min 70 °C————→120 °C (0.5min) (2.5min) 載流氣體：氮氣
準 確 度 [1]	管柱：30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT， DB-WAX 標準樣本：分析物溶於 CH ₂ Cl ₂ 中 檢量線範圍：0.093~14.0 mg/mL 可量化最低量：0.093 mg/樣本 分析變異係數(CVa)：1.3 %
範 圍：215~920 mg/m ³ (12 L樣品) 偏 差：2.9 % 總變異係數(CV _T)：6.3 % 準 確 度：14.0 %	

適用範圍：本方法是以 2-甲基環己醇為對象，亦適用於其他同分異構物。

干 擾：分析時，其他與甲基環己醇滯留時間相同之化合物均會對此化合物之分析造成干擾。

安全衛生注意事項：甲基環己醇危害性分類為第 3 類易燃液體。健康危害方面可能會刺激眼睛、鼻子以及呼吸道，造成皮膚炎。主要症狀有刺激感、頭痛等。準備樣本及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃中進行。

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：二氯甲烷， CH_2Cl_2 (層析級)。
- 1.2 分析物：甲基環己醇(層析級)。
- 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(100 mg/50 mg)，見「勞工作業環境空氣中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 之微量注射針筒。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「勞工作業環境空氣中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 L/min，應採集的空氣體積約 1~15 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

4. 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「勞工作業環境空氣中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 2.8~11.2 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。

4.1.6 以分析物回收質量除以添加質量，計算脫附效率。

4.2 樣本脫附

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 放置30分鐘，偶爾搖動後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「勞工作業環境空氣中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 加已知量的標準品於盛有1 mL脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為0.093~14.0 mg/mL。

(註：至少應配製5種不同濃度的標準溶液，以建立檢量線。)

5.1.3 將樣本、標準溶液與空白樣本同批一起分析。

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「勞工作業環境空氣中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	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-WAX
流率 (mL/min)	
空氣	300
氫氣	30
氮氣	33
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管 柱	10 °C/min 70 °C → 120 °C (0.5min) (2.5min)

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 (min)
CH ₂ Cl ₂	1.2
甲基環己醇	5.8~5.9

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/樣本)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數CVa (%)
甲基環己醇	50	12.0~47.8	2.8~11.2	94.4	1.3

*採樣介質為SKC型號226-01之活性碳管。

**行政院勞工委員會民國84年6月之標準。

- 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) — 10 μL 之注射針筒先以溶劑(CH_2Cl_2)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約3 μL 溶劑後，吸入約0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入2.0 μL 樣本後，在空氣中後退約1.2 μL ，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔2.0 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

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

式中：

C：空氣中有害物濃度 (mg/m^3)

V：採集氣體體積 (L)

W_f ：活性碳管採集介質前段所含分析物之質量 (mg)

W_b ：活性碳管採集介質後段所含分析物之質量 (mg)

B_f ：現場空白樣本前段的算術平均質量 (mg)

B_b ：現場空白樣本後段的算術平均質量 (mg)

註：如(W_b) > ($W_f/10$)即表破出，樣本可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 一	測 試 二
儀 器	GC/FID	GC/ FID
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	200 °C	230 °C
偵檢器	220 °C	250 °C
管 柱	100 °C，持續3分鐘	10 °C/分 50 °C————→130 °C (1min) (2min)
流率(mL/min)		
空氣	300	20 psi*
氫氣	25	16 psi*
氮氣	30	17 psi*
管 柱	2 m × 2 mm ID 玻璃管柱，管內填充 10 % Carbowax 20 M on Chromosorb WAW-DMCS	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT，DB-WAX
平均脫附效率 (%)	91.9	102.6
CV _a (%)	3.8	4.4

*測試實驗室僅提供氣體壓力資料。

9. 高濕環境下破出測試與樣本貯存穩定性測試

未測試。

10. 參考文獻

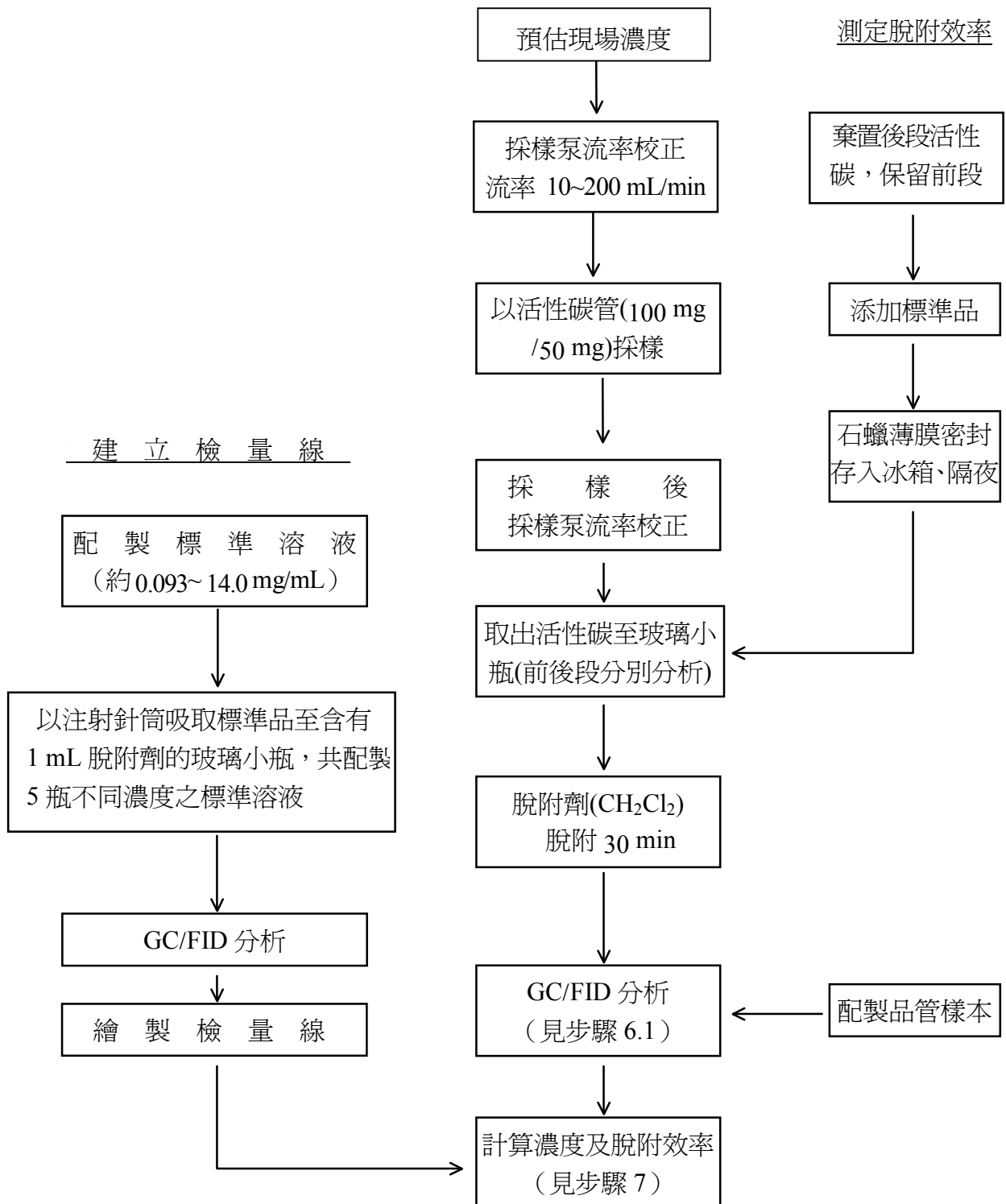
- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1404, 1994.
- [2] 勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 84 年 6 月。
- [3] Backup Data Report for Methylcyclohexanol, prepared under NIOSH Contract 210-76-0123, 1977.
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 4, S374, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 78-175, 1978.

[5] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, Publ., NIOSH 90-117 1990, available as GPO Stock #1990-751-238 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

[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。

附註一 採樣分析流程圖

甲基環己醇 採樣及分析



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 1404分析方法而成。

2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：甲基環己醇

脫 附：1 mL CH₂Cl₂，放置 30 分鐘

注射量：5 μL

溫 度：— 注入口：230 °C

— 偵檢器：230 °C

— 管 柱：140 °C

管 柱：12 ft × 1/8 in 不銹鋼管，管內填充填充 10 % FFAP on Chromosorb W，
80/100 mesh

標準樣品：分析物溶於 CH₂Cl₂

範 圍：2.7~11.3 mg/樣本

分析變異係數(CV_a)：2.9 %

預估偵測極限：0.27 mg/樣本

3. 方法評估

NIOSH S374 分析方法之偵測上限將依活性碳管採集介質之吸附容量而定，此吸附容量將依甲基環己醇及其他存在於空氣中污染物濃度不同而改變。在 85 %相對濕度，942 mg/m³ 濃度下以 19 mL/min 採集，其 5 %破出時間為 116 分鐘；破出體積為 22.4 L，此時活性碳之吸附量為 20.8 mg。