

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA1211(等級 A) 甲基異丁酮 methyl isobutyl ketone 編輯日期：07/30/2003

容許濃度

行政院勞工委員會：50 ppm

OSHA：50 ppm；STEL 75 ppm

NIOSH：50 ppm；STEL 75 ppm

ACGIH：50 ppm；STEL 75 ppm

(1 ppm = 4.09 mg/m³)

基本物性：

液態：密度0.80 g/mL @25 °C

沸點：117 °C

蒸氣壓：2.0 kPa (15mmHg) @ 20 °C

參考資料：NIOSH 1300 (8/15/1994) [1]

分子式：(CH₃)₂CHCH₂COCH₃

分子量：100.16

別名：MIBK, hexone, isopropyl acetone,
4-methyl-2-pentanone

CAS No.：108-10-1

RTECS No.：SA 9275000

採 樣 [1]	分 析
採樣介質：活性碳管(100mg/ 50mg) 流 率：10~200mL/min 採樣體積：最小 0.5 L@ 94 ppm 最大 8.8 L 樣本運送：冷藏 樣本穩定性：15 天@4□ 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：甲基異丁酮 脫 附：1 mL CS₂，放置 30 分鐘 注射量：2 μL 溫 度—注入口：150 °C —偵檢器：180 °C —管 柱：80 □ 載流氣體：氮氣，10 mL/min 管柱：30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT， DB-1，管內膜厚 1.5 μm
準 確 度 [5]	標準樣本：分析物溶於 CS ₂ 中
範 圍：208~836 mg/m³ 偏 差：未測定 總變異係數(CV_T)：0.8 % 準 確 度：6.4 %	檢量線範圍：0.08~10 mg/mL 可量化最低量：0.08 mg/樣本 分析變異係數(CV_a)：2.3%

適用範圍：方法大致與其它酮類方法相似，可針對欲分析之化合物調整儀器的分析條件。

干 擾：未研究，其它可替代的管柱：10% SP-2100 或 DB-1 fused silica capillary。

安全衛生注意事項：甲基異丁酮危害性分類為第三類易燃液體，吸入或吞時有害，刺激呼吸道，高濃度蒸氣可能造成頭痛、噁心等，吞食或嘔吐可能造成倒吸入肺部。暴露症狀為刺激感、噁心、嘔吐、食慾不振、痢疾、頭痛、昏睡等。CS₂有毒，易燃，(閃火點=-30 □)。準備樣本及標準品時，需在通風效果良好的氣櫃中進行。

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： CS_2 (層析級)。
- 1.2 分析物：甲基異丁酮(試藥級)。
- 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 [9]。
- 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 1mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 5、10、25、100 μL 之微量注射針筒。
- 2.7 10 mL量瓶。

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 [9]。
- 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 0.5~8.8 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 [9]。
- 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 120~480 μg 。

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。

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 [9]。

5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的 1 mL 玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.08~10 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 [9]。

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-1, 管內膜厚 1.5 μm
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	10
溫度 (°C)	
注入口	150
偵檢器	180
管 柱	80

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

化合物	滯留時間 (分鐘)
二硫化碳	1.8
甲基異丁酮	4.0

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 (%)
MIBK	50	0.6~2.4	0.12~0.48	85.2	2.3

*採樣介質為使用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(CS₂)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 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1.9~2.1 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/m³)

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	180 °C	180 °C
偵檢器	200 °C	200 °C
管 柱	80 °C，持續 3 分鐘	80 °C，持續 3 分鐘
流率 (mL/min)		
空氣	400	0.56 kg/cm ² *
氫氣	36	0.65 kg/cm ² *
氮氣	11	0.25 kg/cm ² *
管 柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT，DB-1	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT，DB-1
平均脫附效率 (%)	85.7	88.5
CV _a (%)	3.1	2.2

*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

本方法評估是以注射針筒驅動式 (syringe drive method) 產生標準氣體，並於 30 °C，80 % RH 高濕環境下進行 6 個樣本之破出測試；甲基異丁酮測試濃度為 94 ppm，採集流率為 200 mL/min，經 66 分鐘後有破出現象產生，故建議最大採樣體積為 8.8 L。在高濕環境採集 36 個樣本，進行 15 天樣本貯存穩定性測試，於冷藏下貯存樣本之回收率為 100 %。

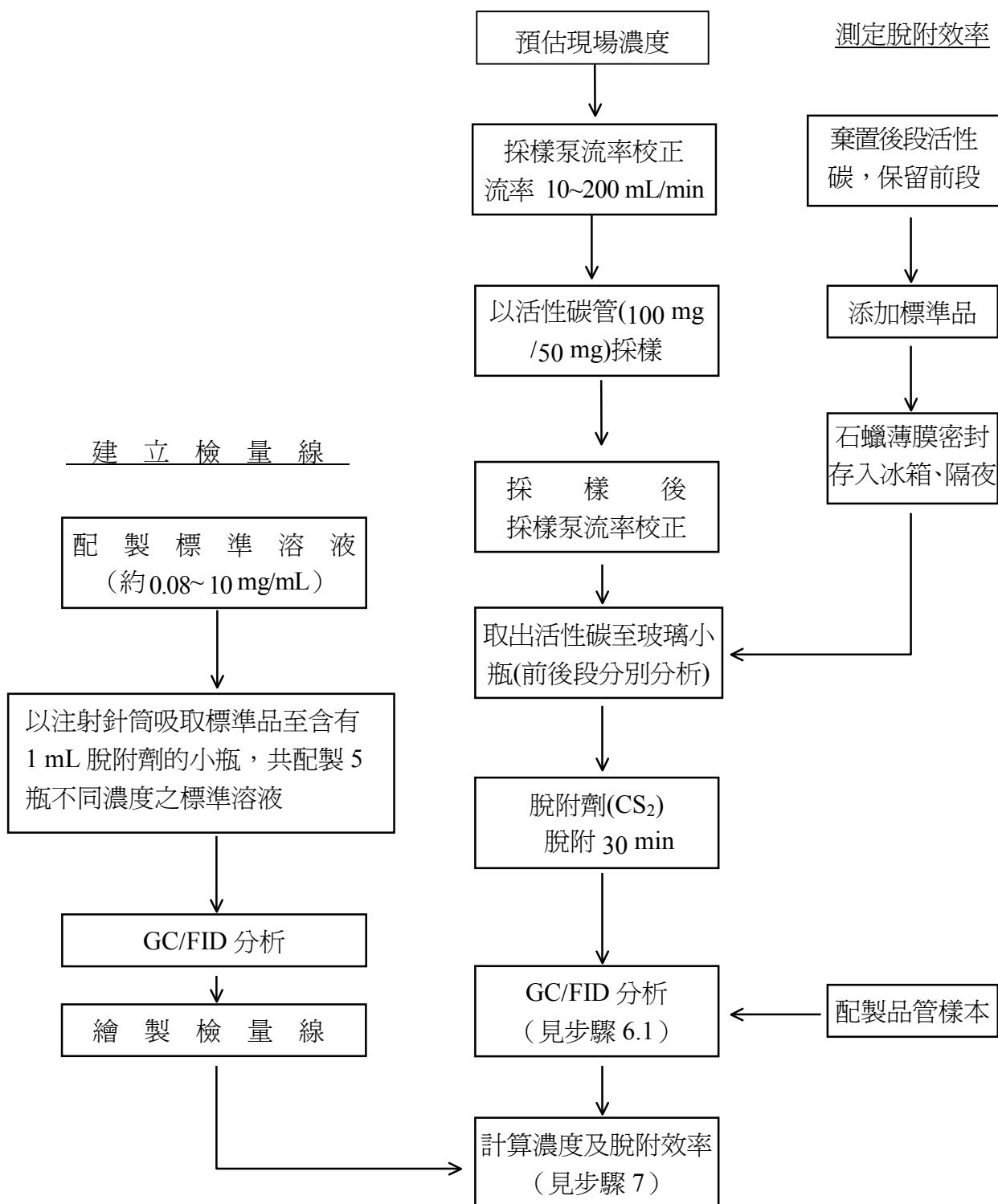
10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 1300, 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] UBTL Report, Sequence # 5528-J.
- [4] Williams, Karen, Desorption Efficiency Determination for cyclohexanone and Methyl Isobutyl Ketone, NIOSH/MRSB, Unpublished, 1986.

- [5] NIOSH Manual of Analytical Method, 2nd. ed., v.2, S1, S18, S19 and S20, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-157-B, 1977.
- [6] Ibid, v.3, S178 and S358, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-157-C, 1977.
- [7] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-185, 1977.
- [8] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., v., P&CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 77-157-A, 1977.
- [9] 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

甲基異丁酮 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 1300分析方法而成 [1]。

2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：甲基異丁酮

脫 附：1 mL CS₂，放置 30 分鐘

注射量：5 µL

溫 度：— 注入口：250 °C

— 偵檢器：300 °C

— 管 柱： 10 °C/分

50°C————→ 170°C

管 柱：3.5 m × 6 mm ID 玻璃管柱

標準樣品：分析物溶於 CS₂

範 圍：2.1~8.3 mg/樣本

分析變異係數(CV_a)：0.8 %

預估偵測極限：0.02 mg/樣本

3.方法評估

本方法經由 NIOSH Contract CDC-99-74-45 確認具有美國法律效力 [7]，脫附效率由直接注入已知量樣品於活性碳中，以二硫化碳脫附而得知，濃度範圍及破出實驗則是將定量物置於 500 mL 三頸瓶中加熱至其沸點稍低之溫度，將氣體通過定溫之冷凝管以管制濃度，濃度範圍為 208 mg/m³ 至 836 mg/m³，對最高濃度以 0.2 L/min 流率採集之 5 % 破出體積為 17 L，在低濃度 0.052 mg/樣本時之脫附效率為 87 %。