

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1211 酮類(I)， BP 56-169 °C

分子式：表 1  分子量：表 1	Ketones(I), 56-169°C  參考資料：NIOSH 1300 (5/15/89)  編輯日期：10/11/90									
容許濃度標準(TLV)  勞委會/OSHA/NIOSH/ACGIH:表 2	基本物性：表 1									
化合物：1)acetone (丙酮)  2)cyclohexanone (環己酮)  3)2-hexanone (2-己酮)										
採 樣	分 析									
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)  流速：10~200 mL/min  <table style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td></td> <td style="text-align: center;">丙酮</td> <td style="text-align: center;">其他</td> </tr> <tr> <td>採樣量：—最小</td> <td style="text-align: center;">0.5 L</td> <td style="text-align: center;">1 L</td> </tr> <tr> <td>—最大</td> <td style="text-align: center;">3 L</td> <td style="text-align: center;">10 L</td> </tr> </table> 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%		丙酮	其他	採樣量：—最小	0.5 L	1 L	—最大	3 L	10 L	方法：GC/FID  分析物：酮類，如上述  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  管柱：
	丙酮	其他								
採樣量：—最小	0.5 L	1 L								
—最大	3 L	10 L								
準 確 度	20°C /min 40°C ——— 100°C  載流氣體：氮氣， 30 mL/min  管柱：玻璃管, 10% carbowax 20M,  Chromosorb P AW-DMCS, 2m×2mm ID  標準樣品：分析物溶於 CS <sub>2</sub>									
範圍、偏差和全精密度偏差(CV <sub>T</sub> )：表 3  (NIOSH 1300 方法)										

	檢量線範圍：1)0.08 ~ 1.2 mg/mL  2)0.09 ~ 1.4 mg/mL  3)0.08 ~ 1.2 mg/mL  預估偵測極限：1)0.05 mg/樣品  2)0.01 mg/樣品  3)0.01 mg/樣品  分析精密度偏差(CV <sub>1</sub> )：步驟 6.3
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。	
干擾：未報告。其他可用的管柱有：10% SP 2100 或 DB-1 fused silica capillary column。	
其它方法：本方法是參考 NIOSH 1300 (5/15/89) 分析方法。	

## 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 純化的氫氣或氮氣。
- 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,需在通風效果良好的煙櫃中(hood)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：流速約 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。
- 3.3 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 3。

#### 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，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 1mL 脫附劑的密封小玻璃瓶中，再稀釋至其刻度。所建立檢量線濃度範圍約為 0.1~1.4mg/mL。配製不同濃度之標準溶液至少 5 瓶。
- 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物的濃度，繪製檢量圖。
- 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 以塑膠蓋封管及石蠟薄膜(parafilm)加封，靜置過夜。
- 5.2.5 脫附劑脫附後，進行分析。
- 5.2.6 以脫附效率(D.E.)相對於分析物回收毫克數繪製圖形。

##### 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% carbowax 20M on 60/80

Chromosorb P AW-DMCS, 2m x 2mm 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) (3 分)

## 6.2 大約滯留時間 (retention time)

化合物 分鐘

CS <sub>2</sub>	0.49
acetone	1.05
cyclohexanone	4.58
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 <sub>1</sub> (%)
acetone	250	0.4~1.6	0.24~0.95	88.4	2.92
cyclohexanone	25	1.6~6.5	0.16~0.65	76.1	1.94
2-hexanone	5	9.3~37	0.19~0.76	88.3	2.23

\*使用 SKC 批號 120 之活性炭管。

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 之注射器先以溶劑(CS □)沖刷數次濕潤針管與活

塞，取 3  $\mu\text{L}$  溶劑後，吸入 0.2  $\mu\text{L}$  空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 2  $\mu\text{L}$  樣品後，在空氣中後退 1.2  $\mu\text{L}$ ，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  $\mu\text{L}$ 。

6.5 面積計算：以電子積分器或其他適當之面積計算方法，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  $\text{mg/m}^3$

W<sub>f</sub>：前段活性碳管所含分析物濃度( $\text{mg/mL}$ )

W<sub>b</sub>：後段活性碳管所含分析物濃度( $\text{mg/mL}$ )

B<sub>f</sub>：現場空白樣品前段之算術平均濃度( $\text{mg/mL}$ )

B<sub>b</sub>：現場空白樣品後段之算術平均濃度( $\text{mg/mL}$ )

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 本分析方法是參照下列諸方法而成, S1, S19, S178, NIOSH 1300(2/15/84)及 1300(5/15/89)。

### 8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

分析物：酮類，如下表

脫附：1 mL CS<sub>2</sub>, 放置 30 分

注射量：5  $\mu\text{L}$

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：N<sub>2</sub>或 He, 30 mL/min

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

Chromosorb WHP

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub>

範圍：0.06 ~ 10 mg/樣品 [2]

分析精密度偏差(CV<sub>i</sub>)：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 CS<sub>2</sub>稀釋液)於活性碳中。Acetone, cyclohexanone, 2-pentanone 及 methyl ketone 樣品的產生為將化合物置於 500mL 的三頸圓底瓶中，於該化合物的沸點以下，加熱將化合物帶出並通過一恒溫的凝結器。而 diisobutyl ketone 及 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 3。

### 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 35 °C—— 60 °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	400

氫氣	30	30
氮氣	6.9	10
管柱	fused silica WCOT, DB-1(3.0um) 30 m × 0.53 mm ID	fused silica WCOT DB-1 30m× 0.53 mm ID

#### 8.4.1 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>	脫附效率 CV <sub>1</sub>	脫附效率 CV <sub>1</sub>	
(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
acetone	82.86	2.51	83.60	2.35
2-hexanone	88.03	2.53	84.34	4.80
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&CAM 127, 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 別名、分子式、分子量、物性

名/別名	分子式	分子量	沸點(°C)	蒸氣壓		密度
				(mm Hg)	(kpa)	
				@ 25°C	@ 20°C	(g/mL)
Acetone CAS #67-64-1 2-propanone	CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	58.08	56	266	35.5	0.791
cyclohexanone CAS #108-94-1	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	98.15	155	2	0.3	0.947
2-hexanone CAS #591-78-6 methyl n-butyl ketone	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	100.16	127	3	0.4	0.812

表 2 容許濃度標準(TLV，單位 ppm)

化合物	OSHA		NIOSH	ACGIH		勞委會 mg/m <sup>3</sup> =1ppm	
	TWA	STEL	TWA	TLV	STEL	TWA	@NTP
Acetone	750	1000	250	750	1000	250	2.37
Cyclohexanone	25(皮膚)		25(皮膚)	25(皮膚)		25(皮膚)	4.01
2-Hexanone	5		1	5		5	4.09

表 3 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 <sup>3</sup> )	破出體積* (L)	精密度 (CV <sub>T</sub> )	濃度範圍 (mg/樣品)	脫附效率**	精密度偏差 (CV <sub>1</sub> )
Acetone	S1, 127	1200-4500	4.3	0.082	2.4-14.2	86%	2.4%
Cyclohexanone	S19	98-392	65	0.062	3.8-18.0	82%	2.5%
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

\*\*□平均脫附效率

酮類 (I), BP 56-169°C

採樣及分析流程圖

