

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號 1248 (等級A

審查日期 : 101.8.30

丁酮	Methyl butyl ketone
容許濃度	
勞動部 : 200ppm	參考資料 : NIOSH25008/15/1994 [1]
OSHA : 200 ppm	
NIOSH : 200 ppm ; 300 ppm(STEL)	分子式 : $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}_3$
ACGIH: 200 ppm ; 300 ppm(STEL)	
(1 ppm = 2.95 mg/m ³ @ NTP)	分子量 : 72.11
基本物性 :	
液態 , 密度 0.805g/mL	別名 : 2-butanone;MEK
沸點 : 79.6 °C 溶點 : -86 °C	
蒸氣壓 : 13kPa {100 mmHg; 13% vlv}@25 °C	CAS No.: 78-93-3
爆炸界限 : 2~11.8% (v/v)	RTECS No.: EL6475000
採樣	
採樣介質 : 活性碳管(100mg/50 mg)	分析儀器 : GC/FID
流率 : 10-200mL/min	分析物 : methylbutylketone
採樣體積 : 最大 01L@200 ppm	脫附 : 1mL 硫化碳 , 放置 30 分 , 偶爾輕
最小 9.6 L	微搖動
樣本運送 : 例 性	注射量 : 1 μL
樣本穩定性 : 28 天 , 冷藏	溫度 注射口 : 230 °C
現場空白樣本 : 每批樣本數的 10% , 至少需 2	偵檢器 : 250 °C
個以上	管柱 : 50°C (恆溫)
準確度	載流氣體 : 氮氣 , 13mL/min
範圍 : 75-2250mg/m ³	管柱 : ZB-WAX
偏差 : 未確認	60 m x 0.53 mmID'1 μm 細管柱
總變異係數 (CV _T):3.8%	標準樣本 : 分析物溶於二硫化碳中
準確度(overall accuracy) : ± 7.4%	檢量線範圍 : 0.04-14.4 mg/mL
	可量化最低量 : 0.04mg / 樣本
	分析變異係數 (CV _.) : 0.57%
適用範圍 : 本方法是以 3L 的空氣為樣本時 , 有效分析範圍 17-560 ppm(50-1650 mg/m ³ .	
干 擾 [1] : 丙酮及異丙醇之滯留時間會與丁酮相同 , 可使用質譜儀或不同管柱分	
析 , 例如 , SP-1000 或 30m x 0.32 mmID, 1 μm 之 DB-1 細管柱 .	
安全衛 注意事項 : 硫化碳 (閃火點 = - 30 °C) 是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體 .	
因此 , 在使用時 , 必須是在排煙櫃中進 詳閱物質安全資料表 .	
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：二硫化碳（分析級）。
- 1.2 分析物：丁酮（分析級）。
- 1.3 氬氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2 設備

- 2.1 捕集設備：活性碳管(100 mg/50 mg)，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 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)。
- 2.4 1.8 mL及4mL玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1 mL、2 mL及5 mL定量吸管和吸球。
- 2.6 10 μ L到500 μ L微量注射針。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 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0.1-9.6 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封。

4 脫附效率測定與樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 4.1.2 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
- 4.1.3 以微量注射針取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量為144~576 mg。
- 4.1.4 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜加封，冷藏靜置過夜。
- 4.1.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

4.2 樣本脫附

- 4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，前段之活性碳倒入1.8 mL的玻璃小瓶中。取出分隔前後段之分隔綿，後段之活性碳倒入另一個1.8 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，偶爾輕微搖動。

5 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 5.1.2 加已知量的標準品於盛有脫附劑的10mL量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為0.04-14.4 mg/mL。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以分析物的波峰面積（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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。

6儀器分析

6.1儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/FID
管柱	ZB-WAX 60 m x 0.53 mm ID, 1 μm
流率 (mL/min)	
如 = 采	400
氫氣	40
氬氣	13
溫度 (C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	50 (恆溫)

註：以SHIMADZU GC201 Oplus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(retention time)

化合物	滯留時間 (分)
二硫化碳	1.96
丁酮	3.21

6.3脫附效率*

化合物	容許濃度相當採樣體積 (ppm)	容許體積 (L)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	變異係數CV (%)
丁酮	200	2.44~9.76	1.44-5.76	96.3	0.57

*採樣介質為SKC 226-01活性碳管(Lot 2000)。

6.4注射樣本進入氣相層析儀。

6.5以波峰面積（或高度），自檢量線求出濃度乘以脫附溶劑體積即可得出分析物之質量。

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: 採樣氣體體積(L)

W_f: 戶前段活性碳管所含之分析物質量(mg)

W_b: 戶後段活性碳管所含之分析物質量(mg)

B_f: 戶現場空白樣本前段的算術平均質量(mg)

B_b: 戶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, 應於報告中註明。

8 方法覆驗

	測試1	測試2*
儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度(C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	50 (恆溫)	50 — 20 C 分, 70 (5分) (2分)
流率(mL/min)		
采	400	400
氫氣	40	45
氮氣	13	8.7
平均脫附效率 (%)	96.3	93.5
分析變異係數CV _a (%)	0.57	0.37
滯留時間(分)	3.21	5.04

* 測試2之管柱為DB-WAX, 60 m x 0.53 mm ID, 1 μm

9 高濕環境下破出測試與樣本儲存穩定性測試

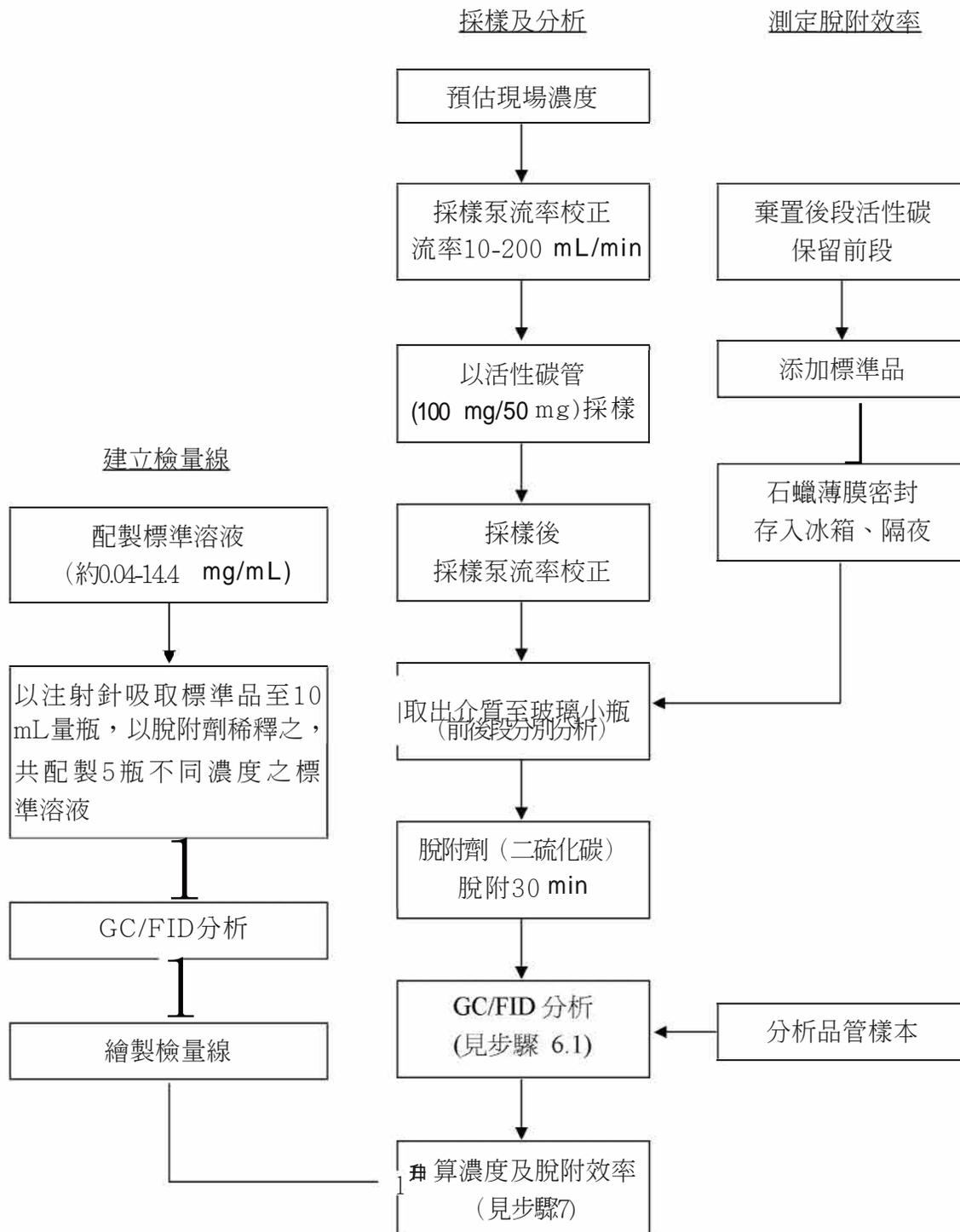
本方法評估是以擴散管法產生標準氣體, 並於30±3 C, 80±5%RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試; 丁酮測試濃度為202 ppm, 採樣流率為200 mL/min, 經72分鐘後, 出現破出現象產生, 故建議最大採樣體積為9.6L。

於高濕環境採集30個樣本, 進行28天樣本儲存穩定性測試, 室溫貯存樣本7天之相對回收率為87.0%, 14天相對回收率為82.0%, 21天相對回收率為83.6%, 28天相對回收率為74.6%; 於冷藏(<5 C) 樣本下貯存 7 天之相對回收率為 93.0%, 14天相對回收率為91.6%, 21天相對回收率為91.1%, 28天相對回收率為91.3%, 表示表示樣本可於冷藏下穩定貯存28天, 詳見表3。

10 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2500, 1994.
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，民國 107 年 3 月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件 3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國 108 年 7 月。

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 2500第四版分析方法而成。

2 儀器分析條件:

方法: GC/FID

脫附: 1 mL 二硫化碳, 放置 30 分

注射量: 5 μ L

溫度注入口: 250 $^{\circ}$ C

偵檢器: 300 $^{\circ}$ C

管柱: 5 (5 $^{\circ}$ C 分) — 75 $^{\circ}$ C

管柱: 玻璃或不鏽鋼管柱, 4 m x 2- mm ID, 填充 20% SP2100, 0.1% Carbowax 1500 在 Supelcoport 100/120

載流氣體: 氮氣或氦氣, 25 mL/min

標準樣本: 丁酮溶於二硫化碳

測試範圍: 0.15-5 mg/樣本

估計偵測極限: 0.004 mg/樣本

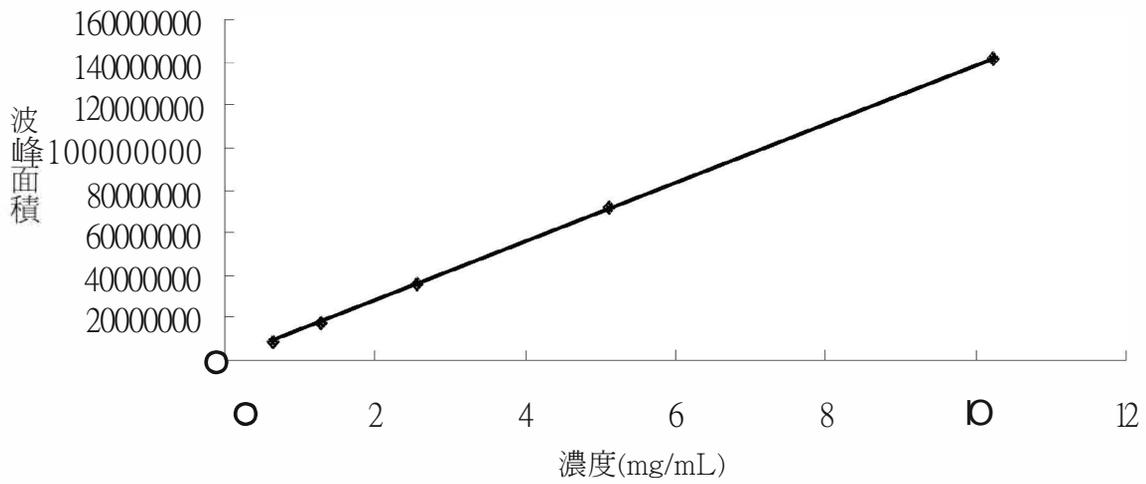
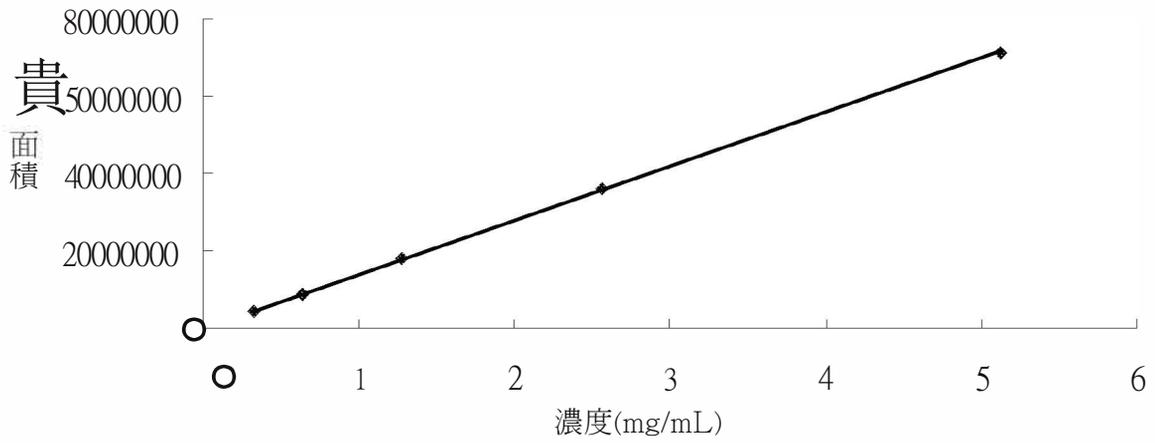
分析變異係數 (CV_a): 4%

表 1 分析方法覆驗

執行單位	制訂單位	覆驗單位一
分析儀器	GC/FID (SHIMADZU 2010 plus)	GC/FID (Agilent GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	230
偵檢器	250	250
管柱	50 (恆溫)	50 $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}1\text{分}}$ 70 (5分) (2分)
流率 (mL/min)		
煤二采	400	400
氫氣	40	45
氮氣	13	8.7
檢量線範圍 (mg/mL)	0.04~14.4	0.04-14.49
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率 (%)	96.3	93.5
分析變異係數 (%)	0.57	5.04

檢量線及層析圖譜

檢量線



註：本檢量線為多段迴歸，共有6條檢量線

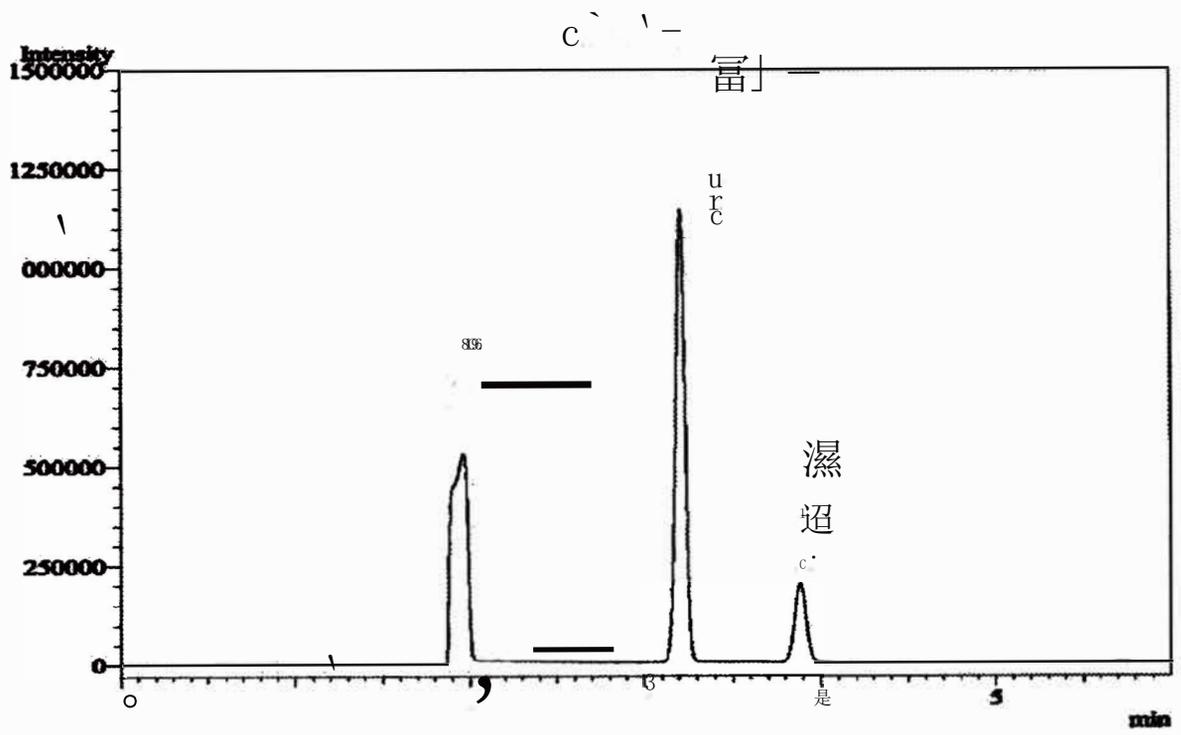


表 2 回收率 (或脫附效率)

	介質空白	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
	分析量 (mg)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)	添加量 (mg)	分析量 (mg)	回收率 (%)
1	○	1.44	1.36	94.5	2.88	2.77	96.1	5.76	5.64	97.8
2	○	1.44	1.36	94.3	2.88	2.76	95.7	5.76	5.68	98.6
3	○	1.44	1.35	93.7	2.88	2.78	96.4	5.76	5.67	98.4
4		1.44	1.36	94.4	2.88	2.76	95.9	5.76	5.66	98.3
5		1.44	1.35	93.9	2.88	2.80	97.3	5.76	5.67	98.5
6		1.44	1.35	93.9	2.88	2.82	97.9	5.76	5.67	98.4
平均值			1.36	94.1		2.78	96.5		5.66	98.3
標準偏差			0.0048			0.025			0.015	
變異係數			0.35%			0.89%			0.26%	

相當採樣體積 5 L

三種添加量之平均回收率 (或平均脫附效率) = 96.3%

分析變異係數(CV_a) = 0.57%

表3樣本儲存穩定性測試

樣本測試日	冷藏(4 °C)						室溫(27 °C)						備註
	X (mg)	x ₂ (mg)	x ₃ (mg)	\bar{X} (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	X (mg)	(mg)	x ₃ (mg)	\bar{X} (mg)	相對回收率(%)	SD (mg)	
第1天	2.87	2.85	2.86	2.86	100	0.0101	2.87	2.80	2.87	2.84	100	0.0415	
第7天	2.73	2.63	2.62	2.66	93.0	0.0586	2.41	2.50	2.50	2.47	87.0	0.0508	
第14天	2.60	2.59	2.67	2.62	91.6	0.0441	2.32	2.35	2.32	2.33	82.0	0.0129	
第21天	2.61	2.60	2.61	2.61	91.1	0.0057	2.33	2.37	2.43	2.38	83.6	0.0476	
第28天	2.64	2.55	2.64	2.61	91.3	0.0547	2.14	1.96	2.27	2.12	74.6	0.1560	

1 樣本添加量 (X_a) = 2.88 mg, 第 1 天測試回收率 (X I_{Xa}) = 99.0%, 須 75%。

2 第7天以後測試結果的平均值應在第1天測試平均值的90~110%，否則停止測試，並以上回測試日為樣本穩定儲存天數，若28天仍穩定，則以28天為最長之可穩定儲存天數。測試數據應併註明 4 °C 或室溫。

表 4 分析方法可量化最低量測試

1 預估可量化最低量

a 容許濃度 (PEL) 200 ppm = 590 mg/面 (mg/m³ = ppm x MW/24.45) , 其中 MW 為分析物的分子量。

b 預估可量化最低量 0.048 mg , 以此預估可量化最低量為下表第 1 次測試量。

2 確認分析方法可量化最低量

測試	測試量 (mg)	X (mg)	x ₂ (mg)	x ₃ (mg)	\bar{X} (mg)	SD (mg)	CV (%)	$100 \times x - \bar{x} / \bar{x}$ (%)
1	0.048	0.045	0.045	0.045	0.045	0.00029	0.64	6.46

a 樣本前處理最終溶液體積 1 mL。

b 測試樣本變異係數(CV)須 ≤ 7% 且測試平均值與添加量的差異(|X-X₀|/X₀)應 ≤ 10%。

c 若測定結果變異係數 > 7% , 與配製值之差異 > 20% , 則以該檢量線最低濃度與溶劑體積之乘積為本方法之可量化最低量。