

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

1212(等級 A) 甲基環己酮 methyl cyclohexanone 編輯日期：12/02/2003

容許濃度

行政院勞工委員會：50 ppm(皮)  
 OSHA：100 ppm(皮)  
 NIOSH：50 ppm(皮); STEL 75 ppm  
 ACGIH：50 ppm(皮); STEL 75 ppm  
 (1 ppm = 4.59 mg/m<sup>3</sup>)

基本物性：

液態：密度0.925 g/mL @20 °C  
 沸點：165 °C

參考資料：NIOSH 2521 (5/15/1994) [1]

分子式：CH<sub>3</sub>C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>CO  
 分子量：112.17  
 別名：2-methylcyclohexanone

CAS No.：583-60-8  
 RTECS No.：GW 1575000

採	樣 [1]	分	析
採樣介質：Porapak Q (150 mg/75 mg)		儀器：GC/FID	
流 率：10~50 mL/min		分析物：甲基環己酮	
採樣體積：最小 1 L @100ppm		脫 附：1 mL 丙酮，放置 15 分鐘	
最大 6 L		注射量：1 μL	
樣本運送：例行性		溫 度—注入口：230 °C	
樣本穩定性：7 天@25 °C		—偵檢器：230 °C	
現場空白樣本：每批樣本數的10%，至少需二個以上。		—管 柱：	
		10 °C/min	
		70 °C —————> 120 °C	
		(3min)	
		載流氣體：氮氣，20 mL/min	
		管柱：1.2 m × 4 mm OD,不銹鋼管,管內填充 10 % AT-1000 on Chromosorb W-AW，	
		80/100 Mesh	
準 確 度 [3]		標準樣本：分析物溶於丙酮中	
範 圍：213~852 mg/m <sup>3</sup> (3 L空氣樣本)		檢量線範圍：0.1~ 4.0 mg/mL	
偏 差：0.69 %		可量化最低量：0.1 mg/樣本	
總變異係數(CV <sub>T</sub> )：5.7 %		分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：3.1 %	
準 確 度：11.4 %			
適用範圍：本方法是以 2-甲基環己酮為基礎所建立，亦適用於其他同分異構物。			
干 擾：未研究。			
安全衛生注意事項：甲基環己酮會刺激眼睛、皮膚、抑制中樞神經系統，其暴露症狀為刺激感。丙酮是易燃物，二者皆需在通風良好的煙櫃中進行。			
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：丙酮 (試藥級)。
- 1.2 分析物：2-甲基環己酮 (試藥級)。
- 1.3 正己烷(試藥級)。
- 1.4 氮氣。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 經過濾之空氣。

## 2. 設備

- 2.1 採集設備：Porapak Q (150 mg/75 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 10~50 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  $\mu$ L 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 [6]。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為10~50 mL /min，應採集的空氣體積約 1~6 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Porapak Q兩端切開，倒出後段的Porapak Q，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Porapak Q上。添加量為 0.11~0.5 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Porapak Q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Porapak Q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Porapak Q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15分鐘，偶爾搖動，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脫附劑的 10 mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.1~4.0 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	1.2 m × 4 mm OD 不銹鋼管，管內填充 10 % AT-1000 on Chromosorb W-AW，80/100 mesh
流率 (mL/min)	
空氣	400
氫氣	40
氮氣	20
溫度 (°C)	
注入口	230
偵檢器	230
管 柱	
	10 °C/min
	70 °C —————> 120 °C
	(3min)

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 (min)
正己烷	1.7
丙酮	3.1
甲基環己酮	14.9

### 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 (%)
2-甲基環己酮	50	0.5~2.1	0.11~0.5	97.4	3.1

\*採樣介質為使用SKC Porapak Q。

\*\*行政院勞工委員會民國84年6月之標準。

6.4 注射樣本進入氣相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique) — 10  $\mu\text{L}$ 之注射針筒先以溶劑(丙酮)沖刷數次濕潤針管與活塞，取約3  $\mu\text{L}$ 溶劑後，吸入約0.2  $\mu\text{L}$ 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1  $\mu\text{L}$ 樣本後，在空氣中後退約1.2  $\mu\text{L}$ ，以減少針頭樣本蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣本佔0.9~1.1  $\mu\text{L}$ 。

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 ( $\text{mg}/\text{m}^3$ )

V：採集氣體體積 (L)

$W_f$ ：Porapak Q採集介質前段所含分析物之質量 (mg)

$W_b$ ：Porapak Q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	250 °C	230 °C
偵檢器	250 °C	230 °C
管 柱	5 °C/min      15 °C/min 40 °C → 70 °C → 90 °C (1.5 min)    (6 min)    (1 min)	10 °C/min      4 °C/min 70 °C → 90 °C → 120 °C (3 min)    (0 min)    (0.5 min)
流率		
空氣	300 mL/min	20 psi *
氫氣	44 mL/min	20 psi *
氮氣	100 kPa*	16.7 mL/min
管 柱	30 m × 0.53 mm ID, fused silica WCOT, DB-1	2 m × 1/8" 不銹鋼管，管內填充 10 % SP-100 (1 % H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) Chromosorb W/AW
平均脫附效率 (%)	97.1	97.8
CV <sub>a</sub> (%)	1.8	2.6
滯留時間	12分	9.2分

\*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

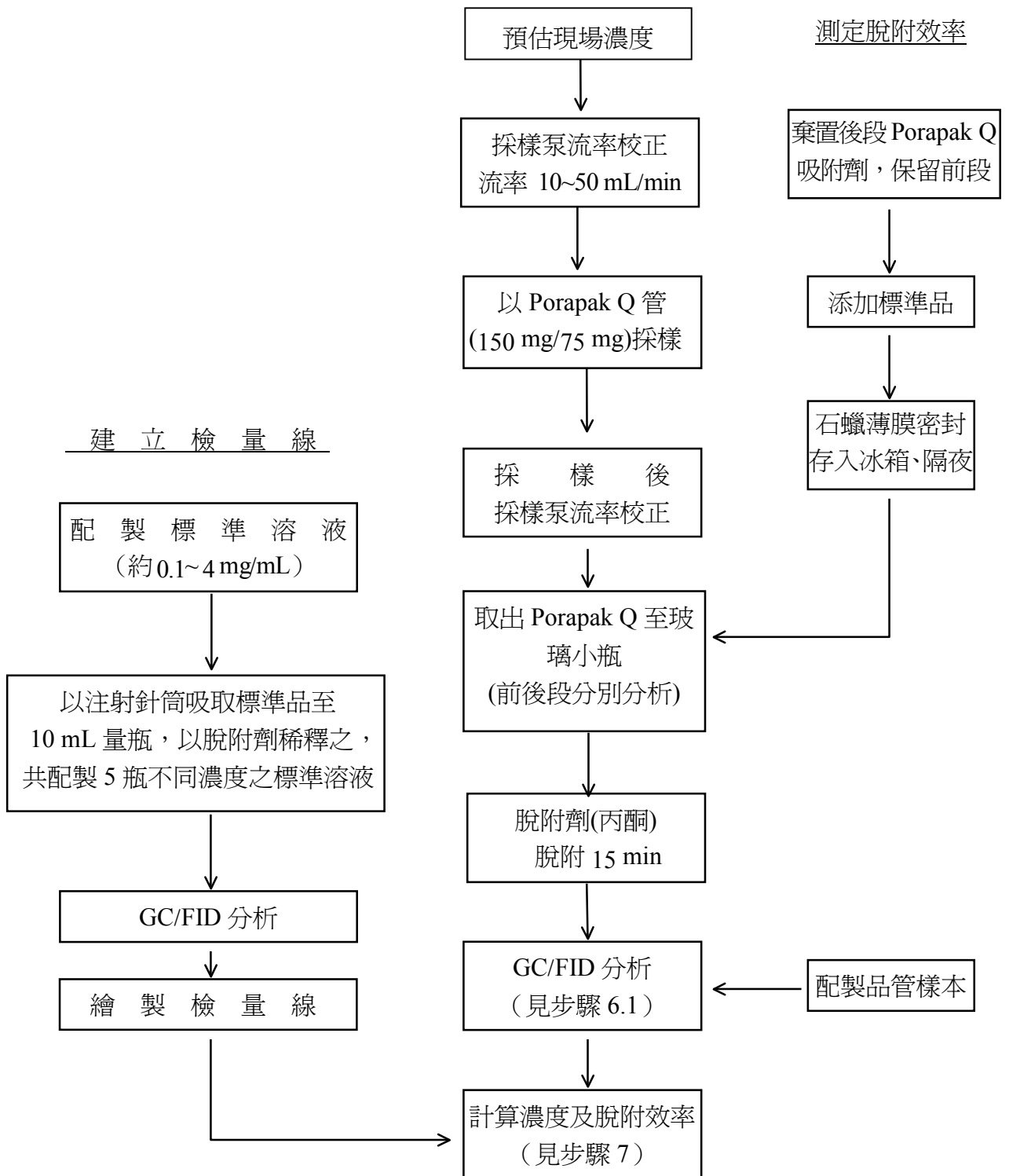
- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 2521, 1994.
- [2] 勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 84 年 6 月。
- [3] Backup Data Report for Methylcyclohexanone, S375, available as "Ten NIOSH Analytical Method, Set 2, "Order No. PB 271-464 from NTIS Springfield, VA 22161.
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 4, S375, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., NIOSH 78-157, 1978.

[5] NIOSH Research Report-Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ., NIOSH 80-133, 1980.

[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 2521 分析方法而成。

### 2. 儀器分析條件

方 法：GC/FID

分析物：甲基環己酮

脫 附：1 mL 丙酮，放置 15 分鐘

注射量：5  $\mu$ L

溫 度：— 注入口：200  $^{\circ}$ C

— 偵檢器：260  $^{\circ}$ C

— 管 柱：190 $^{\circ}$ C

管 柱：1.2 m  $\times$  3 mm OD，不銹鋼管，管內填充 Porapak Q，50/80 mesh

標準樣品：分析物溶於丙酮

範 圍：0.5~4 mg/樣本

分析變異係數(CV<sub>a</sub>)：4.19 %

預估偵測極限：0.09 mg/樣本

### 3. 方法評估

方法 S375 公佈於 1977 年 2 月 18 日[3]，在 22  $^{\circ}$ C，759 mmHg，濃度分別為 312，426 及 852 mg/m<sup>3</sup> 的 3 L 空氣樣本，其精密度及準確度可藉由分析 3-和 4-甲基環己酮(50/50 混合)標準氣體測得。濃度可藉由總碳氫分析偵測器而測得；在此條件下偏差並不顯著。在室溫下儲存其穩定性至少可保持持七天。8.1 L 空氣樣本在大於 80 %RH，流率 0.04 L/min 下，採集 185 分鐘，Porapak Q 採集介質會有破出。直接添加濃度範圍 0.75~2.93 mg/樣本的甲基環己酮於採集介質中，其脫附效率為 91 %至 94 %。