

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

1208

丁酮

2-Butanone

容許濃度	參考資料：NIOSH 2500 2/15/84, OSHA 16
勞委會：200ppm	分子式：CH <sub>3</sub> COCH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub> ;C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O
OSHA：200ppm	分子量：72.11
NIOSH：200ppm	別名：methyl ethyl ketone(丁酮);MEK
ACGIH：200ppm；STEL 300ppm	CAS No.：78-93-3
(1ppm=2.95mg/m <sup>3</sup> )	RTECS No.：EL6475000
基本物性：	
液態：密度0.805g/mL (20°C)	
沸點：79.6°C 熔點：-86°C	
蒸氣壓：13 kPa(100 mm Hg；13% v/v)@25°C	
爆炸範圍：2-10% (v/v in air)	

採	樣	分	析
採樣介質：矽膠管(150 mg/75 mg)		方 法：GC/FID	
流 率：10-200 mL/min		分析物：丁酮(2-butanone)	
採樣體積：最小 1 L		脫 附：1 mL 二甲亞 (dimethyl sulfoxide,DMSO)靜置30分鐘	
最大 12L		注射量：1 μL	
樣品運送：例行性		溫 度—注入口：225°C	
樣品穩定性：6週 25°C		—偵檢器：250°C	
現場空白樣品：樣品數之10%或二個以上		—管 柱：70°C持續2分鐘，每分鐘10°C升溫至100°C持續5分鐘	
準確度 [ 3 ]		載流氣體：氮氣，10 mL/min	
範 圍：295-1180mg/m <sup>3</sup> [2]		管 柱：fused silica WCOT DB-WAX 30m×0.53mmID	
偏 差：-8.0%[2]		標準樣品：分析物溶於添加內標定品之脫附劑	
總變異係數：(CV <sub>T</sub> )：6.9%[2]		檢量線範圍：0.15-5 mg/樣品	
		可量化最低濃度：0.004 mg/mL	
		分析變異係數(CV <sub>a</sub> )：2.4%	

適用範圍：3L的空氣樣品，有效的分析範圍約 50-1500 mg/m<sup>3</sup>(17-508ppm)。本方法適合15分鐘的採樣。此方法的開發與以前所使用過的活性碳管，較可改善樣本的穩定性。若樣本在採樣與分析期間有超過三天或以上就應使用此方法。在同時暴露有甲基異丁酮(MIBK)、四氫 喃(THF)、甲苯之運動器材製造廠現場，我們曾經以此方法與S3方法並列採樣、分析與比較。

干 擾：在此條件之下，丙酮與異丙醇的滯留時間和丁酮的滯留時間相似。用質譜儀和其他的氣相層析儀管柱，例如：SP-1000，或是毛細管柱都可幫助消除干擾。

安全衛生注意事項：丁酮危害性分類為第3類易燃液體。

1.試藥

1.1 脫附劑：二甲亞 dimethyl sulfoxide (DMSO)分析級。可含 0.1%(v/v)苯(benzene)或其他合適之內標定品。

1.2 2-丁酮(2-butanone)，試藥級。

1.3 苯(benzene)，試藥級。

1.4 氮氣或氦氣。

1.5 氫氣。

1.6 經過濾之空氣。

## 2.設備

- 2.1 採集設備：矽膠管 150mg/75mg，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵流率：約 10~200mL/min。
- 2.3 氣相層析儀：備有火焰離子化偵檢器(FID)，積分器及管柱。
- 2.4 2mL玻璃小瓶(vial)，備有聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 1,2,10  $\mu$ L注射針筒。
- 2.6 1mL吸管和吸球。
- 2.7 10mL量瓶。

## 3.採樣

- 3.1 個人採樣泵連結矽膠管，進行流率校正，見通則之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。採樣泵流率約10~200 mL/min，採樣體積為 1~12 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封。

## 4.樣品製備

- 4.1 打開矽膠管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，把前端之玻璃綿拿出丟棄，前端之矽膠倒入 2 mL的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段的矽膠倒入另一個 2 mL的玻璃小瓶中。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 靜置 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 見通則之檢量線製作與品管。
- 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。濃度範圍約為0.16 ~ 2.0 mg/mL，應配製五種不同濃度之標準溶液測試分析，以建立檢量線。
- 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或高度與內標定品之波峰面積或高度之比值對分析物的濃度，繪製檢量線。

### 5.2 脫附效率

- 5.2.1 見通則之脫附效率。
- 5.2.2 將矽膠管兩端切開。倒出後段的矽膠，丟棄之。
- 5.2.3 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的矽膠上。添加量為 0.2~7  $\mu$ g。
- 5.2.4 以塑膠蓋及石蠟膜封管，靜置過夜。
- 5.2.5 以脫附劑脫附後進行分析。

## 6.儀器分析

### 6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	GC/FID (以HP5890為例，或其他廠牌同級之儀器亦可使用，但分析條件另定)
管柱	fuse silica ECOAT, DB-1, 30m $\times$ 0.53mm ID
流率(mL/min)	
空氣	400
氫氣	33
氮氣	10
溫度(°C)	
注入口	225
偵檢器	250

管 柱	70°C持續2分鐘，每分鐘10°C升溫至100°C持續5分鐘
-----	--------------------------------

## 6.2 大約滯留時間(retention time) 楓

化合物	滯留時間(分鐘)
丁酮(2-butanone)	2.1
苯(benzene)	2.9
二甲亞 (DMSO)	6.6

## 6.3 脫附效率\*

	容許 濃度 (ppm)	相當採樣 體積 (L)	脫附濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )	平均脫附 效率 (%)	分析變異 係數Cva (%)
丁酮	200	1	0.32-1.29	95.8	2.4

\* SKC批號226-10矽膠管\*

6.4 注射樣品進入液相層析儀，使用自動注射器或採用溶劑沖刷注射技術(solvent flush injection technique)--10  $\mu\text{L}$ 之注射器先以溶劑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 4  $\mu\text{L}$ 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，檢視注射針筒之針管樣品佔 1.9~2.1  $\mu\text{L}$ 。

6.5 計算：以電子積分器或其他適當之面積或波峰高度計算方法，分析結果自檢量線上求出。

## 7.計算

7.1 濃度計算：

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

V：採集氣體體積V(單位：L)

Wf：前段矽膠管所含分析物之質量(mg)

Wb：後段矽膠管所含分析物之質量(mg)

Bf：現場空白樣品前段的算術平均質量(mg)

Bb：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如Wb>(Wf/10)即表破出，樣品可能有損失。

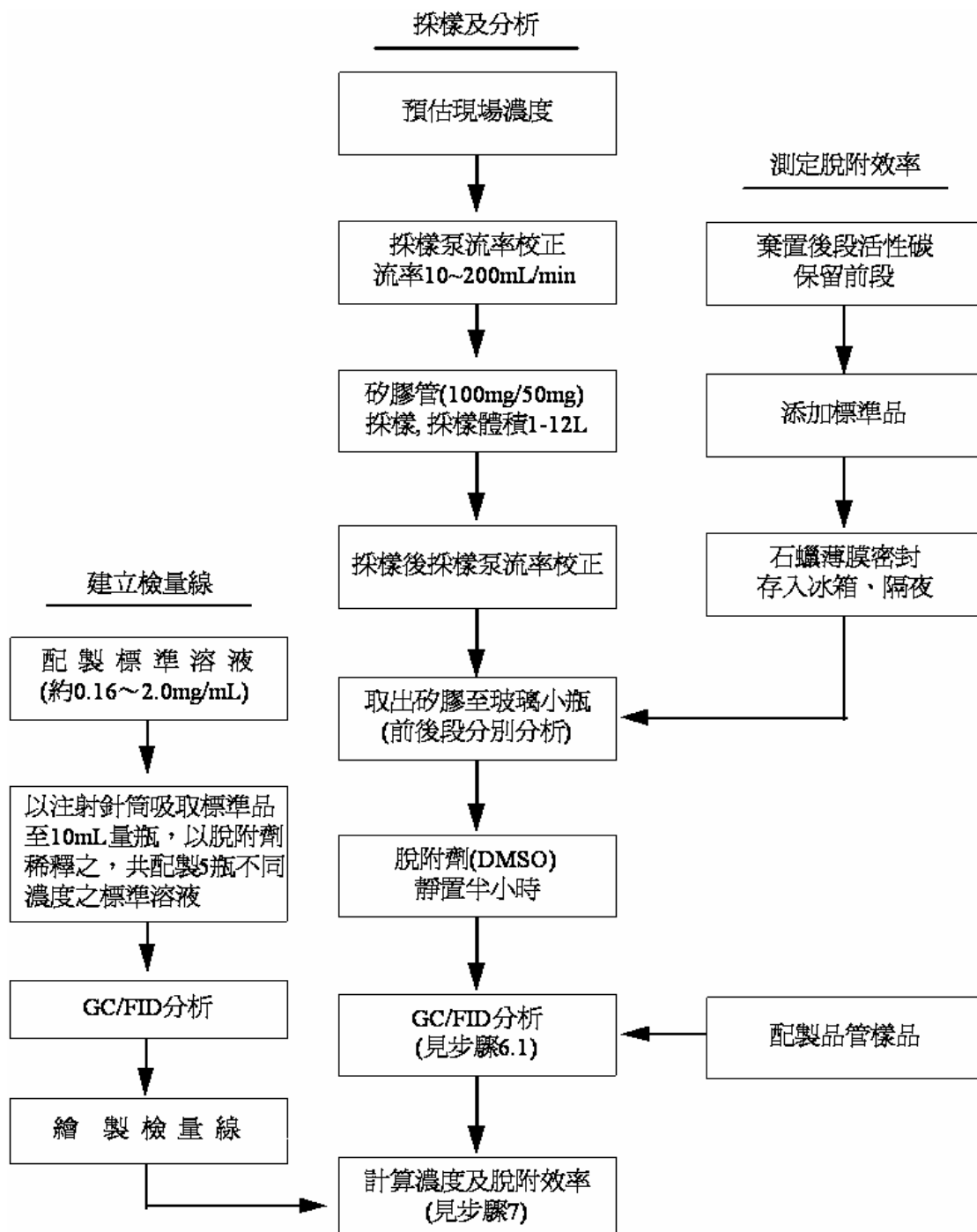
## 8.方法驗證

	測試1*	測試2*
儀 器	GC/FID	GC/FID
分析條件		
溫度(°C)		
注入口	225°C	225°C
偵檢器	250°C	250°C
管 柱	70°C $\xrightarrow{18^\circ\text{C}/\text{分}}$ 90°C (1分) $\rightarrow$ (5分)	70°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{分}}$ 130°C (3.5分) $\rightarrow$ (4.2分)
流率(mL/min)		
空 氣	400	400
氫 氣	33	33
氮 氣	40	8 psi
管柱	fused silica WCOT, DB-1, 30m $\times$ 0.53mmID	fused silica WCOT, DB-1 30m $\times$ 0.53mmID
平均脫附效率	97.2%	101.1%
CVa	1.1%	4.2%
滯留時間	0.5分	2.9分

9.文獻

- [1] Criteria for a Recommended Standard...Occupational Exposure to Ketones, U. S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-173, 1987.
- [2] Slick, E. J., NIOSH, unpublished data, 1983.
- [3] User check, UBTL, NIOSH Seq. #3990-J (unpublished, August 29, 1983).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, V.1, P & CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A, 1977.
- [5] Ibid., V.2, S3, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B, 1977.
- [6] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.

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.本分析方法是沿用P & CAM 365 [2], P & CAM 127 [4] 及d S3 [5,6]諸方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

分 析 物：丁酮(2-butanone)

脫 附：1mL DMSO，靜置30分鐘

注 射 量：5  $\mu$ L

溫 度：注射器：250°C

偵檢器：300°C

管 柱：55~75°C

載流氣體：氮氣或氦氣，25 mL/min

管 柱：玻璃或不銹鋼管，4m $\times$ 2mm ID，20% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120

標準樣品：分析物溶於 CS<sub>2</sub>

範 圍：0.15~5 mg/樣品

分析變異係數：4%

可量化最低濃度：0.004 mg/mL

3.方法評估

NIOSH 2500之方法評估是利用標準氣體產生法及添加法，再以紅外線分光光度計來測定。在 80 %相對濕度下，濃度200 ppm，採樣流率0.3 L/min，其破出量為16.4 L在4~18 mg/樣品中，其脫附效率為103%，0.7~4 mg/樣本在經過 6週 25°C 儲存之下其穩定性為 90%，分析變異係數 4%，而丁酮之可量化最低濃度為 0.004 mg/樣品。

-