

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

方法編號：5049	等級：A	審議日期：96年6月28日
丙二醇甲醚(1)		Propylene glycol methyl ether(PGME)
丙二醇甲醚醋酸酯(2)		Propylene glycol methyl ether acetate(PGMEA)
容許濃度：見表一		參考資料：NIOSH2554 3/15/2003 [1] OSHA 99 1993
		分子式：見表二
		分子量：見表二
基本物性：：見表二		別名：見表二
		CAS No.：見表二
		RTECS No.：見表二

採 樣	分 析
採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg) 流 率：100 200 mL/min 採樣體積：最小： 3 L @ 10 ppm[1] 最大： 18.8 L 樣品運送：冷藏 樣品穩定性：28天，室溫 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上	方 法：GC/FID 分析物：Propylene glycol monomethyl ether Propylene glycol monomethyl ether acetate 脫 附：1 mL二氯甲烷/甲醇(95% / 5%)，振盪30分鐘以上 注射量：1 µL 儀器分析條件： 溫度—注入口：230 —偵檢器：250 —管柱： 10 /min 62 (6min) → 135 (5 min) 載流氣體：氮氣，15 mL/min 管柱：DB-WAX (或同級品) 30 m × 0.53 mm (ID), 1 µm 毛細管柱 標準樣本：分析物溶於二氯甲烷/甲醇中 檢量線範圍：(1)0.110 18.3 mg/mL (2)0.163 27.2 mg/mL 可量化最低量：(1)0.110 mg/sample (2)0.163 mg/sample 分析變異係數(CV _a)：(1)2.67% (2)2.52%
準 確 度 [1]	
範圍：未研究 偏差：未研究 總變異係數(CV _T)：未研究 準確度：未研究	

適用範圍[1]：以10 L的空氣為樣本時，本方法之研究範圍分別為丙二醇甲醚0.041~10 ppm (0.154~36.9 mg/m³)，丙二醇甲醚醋酸酯0.030~6.83 ppm(0.151~36.9 mg/m³)。

干擾[1]：未確認。

安全衛生注意事項：二氯甲烷為致癌物，甲醇為有毒的易燃液體。丙二醇醚類為具刺激性之危害化合物，使用時需在通風良好的排煙櫃中進行，並穿戴適當的防護衣及手套。

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：二氯甲烷(分析級)。
- 1.2 脫附劑：甲醇(分析級)。
- 1.3 分析物：丙二醇甲醚(分析級)。
- 1.4 分析物：丙二醇甲醚醋酸酯(分析級)。
- 1.5 氮氣。
- 1.6 氫氣。
- 1.7 空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管 (100 mg/50 mg) , 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之採樣介質 [3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率 100 200 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 1.8 mL及5 mL玻璃小瓶，備聚四氟乙烯(PTFE)內襯的蓋子。
- 2.5 10 μ L到50 μ L的微量注射針筒；1 mL的注射針筒。
- 2.6 振盪器。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連結活性碳管，進行流率校正，見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之採樣。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為 100 200 mL/min。應採集的空氣體積約3 18.8 L。
- 3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣品脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之脫附效率。
- 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 以微量注射針筒取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上。添加量分別為丙二醇甲醚：0.917 3.67 mg/sample，丙二醇甲醚醋酸酯：1.36 5.43 mg/sample。

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 樣品脫附

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 1.8 mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個 1.8 mL 的玻璃小瓶中。

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 以振盪器振盪 30 分後，進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管。

5.1.2 以注射針筒將標準品直接注入含有 1 mL 脫附劑的玻璃小瓶中。所建立之檢量線濃度範圍約添加量分別為丙二醇甲醚：0.110 18.3 mg/mL，丙二醇甲醚醋酸酯：0.163 27.2 mg/mL。(註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)

5.1.3 將樣品標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.4 以分析物波峰面積(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「作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇」之檢量線製作與品管。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

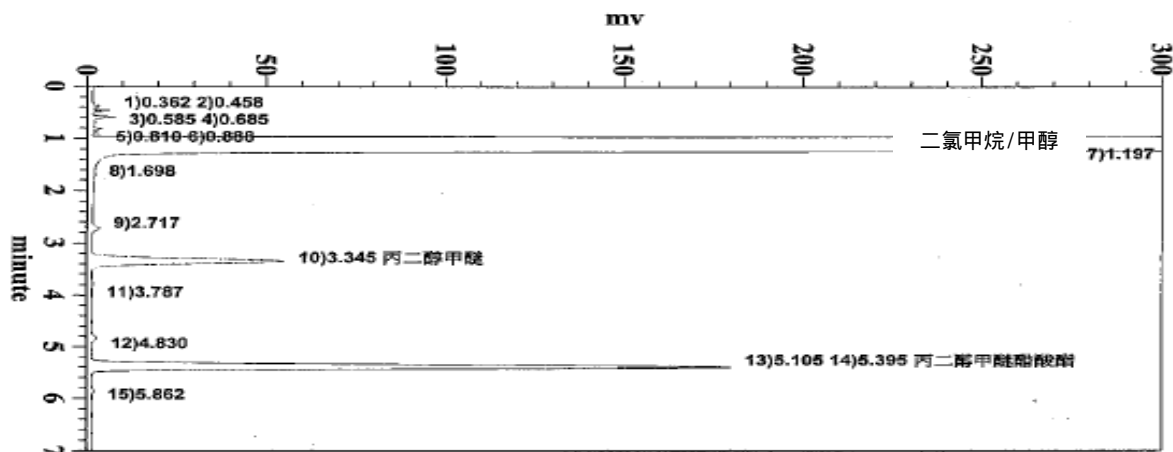
		條	件
儀器		GC/FID	
管柱		DB-WAX 30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm	
流率 (mL/min)			
空氣		410	
氫氣		38	
氮氣		18	
溫度()			
注入口		230	
偵檢器		250	
管柱		10 /min	
		62 (6min)	→ 135 (5min)

註：以SHIMADZU GC-14B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)
二氯甲烷/甲醇	1.20
丙二醇甲醚	3.35
丙二醇甲醚醋酸酯	5.40

6.3 分析圖譜



6.4 脫附效率*

化合物	容許濃度 (ppm) **	相當採樣體積 (L)	脫附量 (mg/sample)		平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CVa (%)
丙二醇甲醚	100	2.45~9.79	0.917	3.67	104	2.67
丙二醇甲醚醋 酸酯			1.36	5.43	106	2.52

*採樣介質為SKC226-01 活性碳管(100 mg/50 mg)

**民國92年12月，勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準。

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) —利用10 μL 之注射針筒先以溶劑沖刷數次，濕潤針管與活塞，取1 μL溶劑後，吸入0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入1 μL 樣品後，在空氣中後退1.2 μL，以減少針頭樣品蒸發之機會，檢視注射針筒之針管樣品佔0.9~1.1 μL實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二氯甲烷/甲醇稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

由檢量線濃度所求得之濃度乘以脫附溶液的體積(以mL為單位)，得到每個樣品分析物的質量(W)。

$$C = \frac{(W_f \cdot B_f + W_b \cdot B_b) \times 10^3}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/m³)

V：採集氣體體積 (L)

W_f：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

W_b：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

B_f：現場空白樣品前段的平均質量 (mg)

B_b：現場空白樣品後段的平均質量 (mg)

註：如(W_b) > (W_f/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 (SHIMADZU GC-14B)	GC/FID (Agilent 6890)
分析條件		
溫度 ()		
注入口	230	250
偵檢器	250	280
管柱	10 /min 62 (6min) → 135 (5min)	5 /min 80 (6min) → 130 (4min)
流率(mL/min)	410	400
空氣	38	33
氫氣	18	3
氮氣	不分流	不分流
分流比	DB-WAX	DB-WAX
管柱	30 m × 0.53 mm (ID), 1 μm	30 m × 0.25 mm (ID), 0.25 μm
檢量線範圍	(1)PGME : 0.110 18.3mg/mL (2)PGMEA : 0.163 27.2mg/mL	(1)PGME : 0.0921 18.4mg/mL (2)PGMEA : 0.0968 27.1 mg/mL
線性相關係數	(1)0.9996 (2)0.9994	(1)1.0000 (2)1.0000
平均脫附效率(%)	(1)104 (2)106	(1)102 (2)103
分析變異係數(%)	(1)2.67 (2)2.52	(1)2.26 (2)3.32
滯留時間(min)	(1)3.35 (2)5.40	(1)2.20 (2)3.09

9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射泵驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30℃，80% RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；測試濃度為分別為丙二醇甲醚：100.7 ppm，丙二醇甲醚醋酸酯101.2 ppm，

採樣流率為100 mL/min，經282分鐘後，出現破出現象產生，故建議最大採樣體積為18.8L。

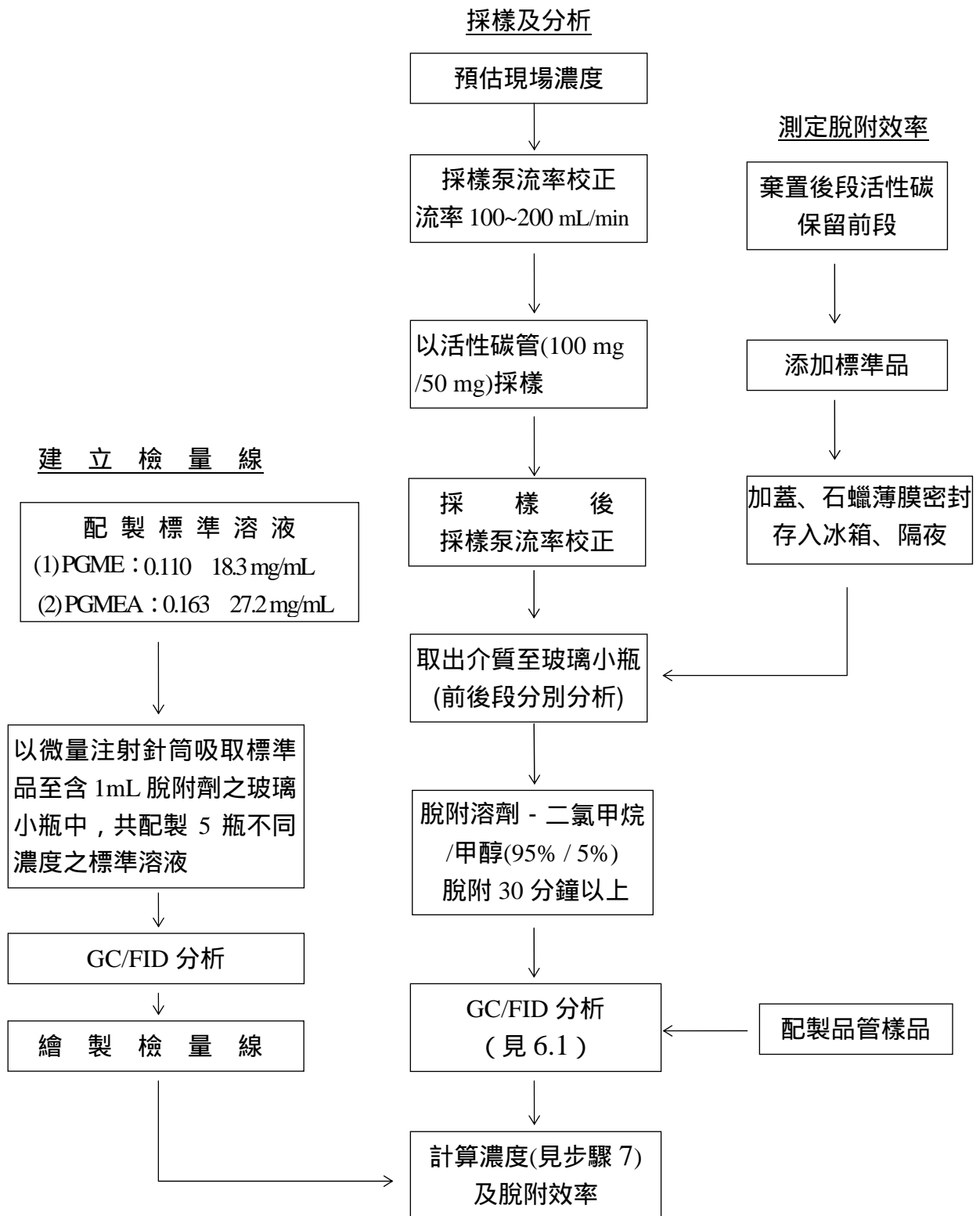
10. 樣本貯放穩定性測試

以添加方式分別於室溫及冷藏條件下進行樣品貯放穩定性測試，測試結果如表五、表六。

10. 參考文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2th ed. Method 1004, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH), 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92年12月。
- [3] 作業環境空氣中有害物標準分析參考方法通則篇，行政院勞工委員會，民國80年6月。
- [4] U.S. Department of Labor OSHA Organic Method #99, 1993.

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第二版分析方法2554及OSHA分析方法#99而成。

2. 儀器分析條件：

NIOSH 2554

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL二氯甲烷/甲醇(85% / 15%)，超音波振盪30分鐘。

注射量：1 μ L

溫度 — 注入口：195

— 偵檢器：240

— 管 柱： 10 /min
90 (1min) \longrightarrow 200

載流氣體：氫氣，2.8 mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.32 mm (ID)，100% PEG-DA, Stabilwax或同性質管柱。

標準樣品：丙二醇甲醚、二丙二醇甲醚、丙二醇甲醚醋酸酯溶於二氯甲烷/甲醇。

測試範圍：丙二醇甲醚：1.5 369 μ g

丙二醇甲醚醋酸酯：1.5 369 μ g

平均精密度(S_r)：丙二醇甲醚：0.013

丙二醇甲醚醋酸酯：0.016

預估偵測極限：丙二醇甲醚：0.5 μ g

丙二醇甲醚醋酸酯：0.5 μ g

OSHA 99

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL二氯甲烷/甲醇(95% / 5%)，超音波振盪30分鐘。

注射量：1 μ L

溫度 — 注入口：175

— 偵檢器：200

— 管 柱：95 (恒溫)

載流氣體：氫氣，3.0 mL/min

管 柱：毛細管柱，30 m \times 0.32 mm (ID)，1 μ m df, Stabilwax-DA或同性質管柱。

標準樣品：丙二醇甲醚、丙二醇甲醚醋酸酯溶於二氯甲烷/甲醇。

平均精密度(S_r) : 丙二醇甲醚 : 0.0025

丙二醇甲醚醋酸酯 : 0.0025

可信賴偵測極限 : 丙二醇甲醚 : 0.73 μg

丙二醇甲醚醋酸酯 : 1.1 μg

表一 容許濃度資料

化合物	容許濃度 (ppm)				1 ppm=mg/m ³ @NTP
	勞工委員會	OSHA	NIOSH	ACGIH	
丙二醇甲醚	100	--	100	100	3.75
丙二醇甲醚醋酸酯	--	--	--	--	5.40

表二 基本物性資料

化合物	分子量	分子式	別名	CAS No./ RTECS No	沸點 ()	蒸氣壓		密度 @20 (g/mL)
						mmHg	Kpa	
丙二醇甲 醚	90.12	CH ₃ OCH ₂ CHOHCH ₃	propylene glycol monomethyl ether, 1-methoxy-2-propanol, 2-methylethanol-1-methylethanol, propylene glycol methyl ether	107-98-2/UB7700000	120.1	12	1.6	0.9234
丙二醇甲 醚醋酸 酯	132.16	CH ₃ OCH ₂ CH(CH ₃)COOCH ₃	propylene glycol monomethyl ether acetate, propylene glycol methyl ether acetate, 1-methoxy-2-propyl	108-65-6/AI8925000	145.8	--	0.5	0.9700

表三 丙二醇甲醚脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量：0.917 mg		添加量：1.83 mg		添加量：3.67 mg		
	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	
	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	
1	0	0.932	102	1.86	102	3.95	108
2	0	0.950	104	1.97	108	3.91	106
3	0	0.994	108	1.83	100	3.77	103
4	0	0.938	102	1.97	108	3.97	108
5	0	0.927	101	1.92	105	3.77	103
6	0	0.950	104	1.87	102	3.82	104
平均脫附效率(%)			103		104		105
變異係數(%)			2.54		3.11		2.32

三個添加量的平均脫附效率：104%

分析變異係數：2.67%

表四 丙二醇甲醚醋酸酯脫附效率

介質空白 (mg/sample)	添加量：1.36 mg		添加量：2.72 mg		添加量：5.43 mg		
	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	分析量	脫附效率	
	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	(mg/sample)	(%)	
1	0	1.40	103	2.81	103	5.92	109
2	0	1.43	105	2.95	108	5.86	108
3	0	1.49	110	2.76	101	5.66	104
4	0	1.41	104	2.98	110	5.94	109
5	0	1.40	103	2.91	107	5.69	105
6	0	1.43	105	2.83	104	5.74	106
平均脫附效率(%)			105		106		107
變異係數(%)			2.37		3.01		2.08

三個添加量的平均脫附效率：106%

分析變異係數：2.52%

表五 丙二醇甲醚儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率*			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	1.83	100	1.83	100
7	3	1.87	102	1.81	98.9
14	3	1.82	99.5	1.73	94.5
21	3	1.77	96.7	1.81	98.9
28	3	1.74	95.1	1.70	92.9

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 丙二醇甲醚添加量 1.83 mg

表六 丙二醇甲醚醋酸酯儲存穩定性

儲存天數	樣本數	相對回收率 *			
		冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)	前段平均分析量 (mg)	相對百分比(%)
0	3	2.72	100	2.72	100
7	3	2.81	103	2.69	98.9
14	3	2.72	100	2.59	95.2
21	3	2.66	97.8	2.68	98.5
28	3	2.64	97.1	2.58	94.9

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 丙二醇甲醚醋酸酯添加量 2.72 mg