

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1215

乙二醇單甲醚

| | |
|--|--|
| <p>分子式：HOCH₂CH₂OCH₃</p> <p>分子量：76.09</p> | <p>Ethyleneglycol monomethyl ether</p> <p>參考資料：NIOSH 1403 (2/15/75)</p> <p>編輯日期：25/9/92</p> |
| <p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：25 ppm (皮膚)</p> <p>NIOSH：—</p> <p>ACGIH：5 ppm</p> <p>勞委會：25 ppm (皮膚)</p> <p>(1 ppm=3.11 mg/m³)</p> | <p>基本物性：</p> <p>液體</p> <p>密度：0.966 (@ 20°C)</p> <p>沸點：124°C</p> <p>蒸氣壓：0.6 mmHg (0.8 KPa, 20°C)</p> |
| <p>化合物別名：2-Methoxyethanol; Methyl Cellosolve, CAS #109-86-4</p> | |
| <p>採 樣</p> | <p>分 析</p> |
| <p>採樣介質：活性碳管 (100 mg/50 mg)</p> <p>流速：10~50 mL/min</p> <p>採樣量：—最小 1 L</p> <p>—最大 10 L</p> <p>樣品運送：例行性</p> <p>樣品穩定性：冷藏貯存，並盡速分析</p> <p>現場空白樣品：樣品數的 10%</p> | <p>方法：GC/FID</p> <p>分析物：乙二醇單甲醚</p> <p>脫附：二氯甲烷 (內含 5% 甲醇)</p> <p>注射量：2μL</p> <p>溫度—注射器：200°C</p> <p>偵測器：250°C</p> <p>管柱：80°C 持續 11 分鐘</p> |
| <p>準 確 度</p> | |

| | |
|---|---|
| <p>範圍：44-160 mg/m³ [1,4]</p> <p>偏差：不顯著 [1,2]</p> <p>全精密度偏差(CV₁)：0.068</p> | <p>載流氣體：氮氣，8 mL/min</p> <p>管柱：fused silica WCOT, DB-WAX</p> <p>30 m×0.53 mmID</p> <p>標準樣品：分析物溶於 1 mL CH₂Cl₂</p> <p>(含 5% Methanol)</p> <p>檢量線範圍：0.01 ~ 0.02 mg/mL</p> <p>預估偵測極限：0.01 ~ 0.02 mg/mL</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：0.9%</p> |
| <p>適用範圍：藉改變分析條件 (如 temperature programming) 的設定，可同時測兩種或兩種以上之分析物。在高濕環境下活性碳的吸附能力和破出體積都會大大降低。</p> | |
| <p>干擾：高濕度下，樣品會損失。若有干擾時可考慮改用 10% FFAP 在 Chromosorbw-AW；或是解析度更好之毛細管柱。</p> | |
| <p>其它方法：本方法參考 NIOSH 1403 分析方法及 S79 [4], S361 [5], S76 [4] 分析方法。</p> | |

1· 試藥

- 1.1 脫附劑：CH₂Cl₂，層析分析級，含 5% (V/V) Methanol 助脫附劑或 0.2% (V/V) 1-heptanol, 0.1% (V/V) ethyl benzene 及其它合適之內標定品。
- 1.2 分析物：試藥級。
- 1.3 純化的氮氣。
- 1.4 預先純化的氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

註：準備樣品及標準品時，需在通風效果良好的煙櫃 (hood) 中進行。

2· 設備

- 2.1 捕集設備：活性碳管 100 mg/50 mg，見採樣介質通則。
- 2.2 個人採樣流速約 10~50 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 小瓶 (vials)，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 0.1, 10 μL 及 1 mL 之注射針筒。
- 2.6 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。

3.2 以正確且已知的流量採集空氣，採樣泵流量是 10~50 mL~min 總採集空氣量約 1~10 L。

3.3 以塑膠蓋封蓋，並以石臘薄膜 (parafilm) 加封後運送。

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 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 放置 1 小時以上，並偶爾搖動。

4.4 取適量樣品打入 GC 分析。

5· 檢量與品管

5.1 檢量線製定

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 10mL 脫附劑的量瓶中，再稀釋至其刻度。檢量線濃度範圍為 0.02~8 mg/mL。

注意：至少應配製 5 種不同濃度的準溶液測試分析。

5.1.3 樣品與空白樣品一起分析。

5.1.4 分析物的波峰面積對分析物的濃度，繪製檢量線圖。

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。每樣品 2-Methoxyethanol 的添加量約為 0.02~8 mg/mL。

5.2.4 以塑膠蓋及石臘薄膜 (parafilm) 封管，靜置過夜。

5.2.5 以脫附劑脫附後，進行分析。

5.2.6 以脫附效率 (D.E.) 相對於分析物回收毫克收繪製圖形。

5.3 品質管制

5.3.1 見檢量與品管通則

6· 儀器分析

條件

儀器 GC/FID

管柱 fused silica WCOT, DB-WAS

30m×0.53mm ID, 3.0 μ m

流速(mL/min)

空氣 400

氫氣 33

氮氣 8

溫度(°C)

注射器 200

偵測器 250

管柱 80°C持續 11 分鐘

6.2 大約滯流時間 (retention time)

| 化合物 | 分鐘 |
|--|------|
| 5% Methanol in CH ₂ Cl ₂ | 1.19 |
| 2-Methoxyethanol | 3.41 |

6.3 分析圖譜

5% CH₃OH in CH₂Cl₂

2-Methoxy-ethanol

6.4 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 ₁ (%) |
|------------------|--------------|--------------|-----------------|--------------|------------------------|
| 2-Methoxyethanol | 25 | 2~8 | 0.1159~0.463 | 97.19 | 3.36 |

* SKC 批 120 活性碳管

6.5 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 μ L 之注射器先以溶劑沖刷數次濕潤針管與活塞, 取 3 μ L 溶劑後, 吸入 0.2 μ L 空氣, 以分開溶劑與樣品, 針頭再浸入樣品中吸入 4 μ L 樣品後, 在空氣中後退 1.2 μ 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 μL 。

注意：假如波峰面積超過配製標準溶液的線性範圍，則以脫附劑稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 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)

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

W_f: 前段活性碳管所含分析物濃度 (mg/mL)

W_b: 後段活性碳管所含分析物濃度 (mg/mL)

B_f: 現場樣品空白前段之算術平均濃度 (mg/mL)

B_b: 現場樣品空白段之算術平均濃度 (mg/mL)

註：如 W_b > W_f / 10 即表破出，樣品可能有損失

8· NIOSH 1403 分析方法

8.1 本分析方法是綜合下列諸方法而成 S79, S361, S76。

8.2 儀器分析條件

方法：GC/FID

脫附：1 mL CH₂Cl₂(含 5% Methanol)，靜置 30 min

注射量：5 μL

溫度：注射器：200~225°C

偵測器：250~300°C

管柱：95°C

載流氣體：氮氣或氦氣 30 mL/min

管柱：不鏽鋼管，3 m×2 mm，10% sp-1000 on 100/120mesh Chromosorb

WHP

範圍：0.02~8 mg/樣品

預估偵測極限：0.02 mg/mL [3]

分析精密度偏差(CV₁)：2% [2]

8.3 方法評估

方法 S79 (2-Methoxyethanol) 發佈於 1975 年 2 月 14 日以 50 L, 6 L 及 10 L

空氣樣品進行驗證分析，其精密度及脫附效率如下：（分析方法均無顯著偏差存在）

分析精密度偏差及脫附效率

| 化合物 | 方法 | 全精密度偏差 (CV _T) | 測試範圍 | | 乾燥空氣破出量 @2X OSHA | 平均脫附效率 | 分析精密度偏差 (CV _I) |
|------------------|-----|------------------------------|-------------------|-------|---------------------|--------|-------------------------------|
| | | | mg/m ³ | mg/樣品 | | | |
| 2-Methoxyethanol | S79 | 0.068 | 40~16 | 2~8 | 128 L* | 98% | 0.8% |

* 乾燥空氣中

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 | 200 °C | 125 °C |
| 偵測器 | 250 °C | 250 °C |
| 管柱 | 80°C 持續 20 分 | 80°C 持續 6 分 |
| 速度(mL/min) | | |
| 空氣 | 400 | 400 |
| 氫氣 | 40 | 40 |
| 氮氣 | 6.9 | 10 |
| 管柱 | fused silica WCOT DB-Wax, 30m×0.53mmID | fused silica WCOT DB-Wax, 30m×0.53mmID |
| 平均脫附效率 | 98.52% | 97.72% |
| 平均 CV _I 值 | 2.10% | 2.39% |

9. 文獻

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S76 and S79, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ.(NIOSH) 77-185 (1977).
- [2] Backup Data, S361, available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 6", Order No. PB 288-629 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [3] User check, UBTL, NIOSH Sequence #3990-Z (unpublished, November 3, 1983).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.2., S76 and S79, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [5] Ibid, V.5, S361, U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 79-141 (1979).
- [6] NIOSH Research Report, Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Dept. of Health and Human Services Publ.(NIOSH) 80-133 (1980).
- [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。
- 方法校訂參考：George Williamson, NIOSH/DPSE; methods originally validated under NIOSH contracts 99-74-45 and 210-76-0123.

測試撰寫人：王錦緞

驗證人：謝素桂、林維炤、李俊璋、楊淑瑤

乙二醇單甲醚
採樣及分析流程圖

