

1. 試藥

- 1.1 脫附劑：95/5(v/v) 二氯甲烷/甲醇，可含合適的內標定品，如 1 μ L/mL 2-庚醇及乾燥劑
(125mg 無水硫酸鎂；或 400mg 20~40mesh Drierite)
- 1.2 分析物：單甲基醚丙醇(試藥級)
- 1.3 無水硫酸鎂或 20~40mesh Drierite(無水硫酸鈣)；試藥級。
- 1.4 二氯甲烷(層析分析級)。
- 1.5 甲醇(層析分析級)。
- 1.6 氫氣(層析分析級)。
- 1.7 氮氣(層析分析級)。
- 1.8 經過濾壓縮之空氣(層析分析級)。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管（100mg/50mg），見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣介質”[3]。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 100mL/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 10 μ L 之注射針筒。
- 2.6 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“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之採樣”[3]。
- 3.2 以正確且已知的流率，採集空氣，採樣泵流率為 100mL/min。應採集的空氣體積約 12L。

3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜（parafilm）加封後運送。

4. 脫附效率測定與樣品脫附

4.1 脫附效率測定

4.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之脫附效率”[3]。

4.1.2 將活性碳管兩端切開，將斷口打開，使開口與管徑同大，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，添加量為 1.84～7.36mg。

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。

4.2 樣品脫附

4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，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。取出分隔之聚甲醯胺甲酯(PU)泡綿，後段之活性碳倒入另一個 2 mL 的玻璃小瓶。

4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入乾燥劑(125 mg 無水硫酸鎂)及 1mL 脫附劑(95/5 CH₂Cl₂/CH₃OH)，立即蓋上瓶蓋。

4.2.3 放置 30 分後，偶爾搖動。

4.2.4 若使用乾燥劑為無水硫酸鎂，則靜置較長時間；或將玻璃小瓶離心，使乾燥劑粉末沉至瓶底，以樣品注射針取適量上清液注入氣相層析儀進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見“勞委會有害物採樣分析建議方法通則篇之檢量線製作與品管”[3]。

6.2 大約滯留時間

化合物	滯留時間 (min)
甲醇	2.7
二氯甲烷	2.9
單甲基醚丙二醇	6.8

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/sample)	平均脫附效率(%)	分析變異係數 CVa(%)
單甲基醚丙二醇	100	5 - 20	1.84~7.36	101.29	1.0

* 採樣介質為 SKC 226-01 批號 120 活性碳管 (100 mg/50 mg)。採樣介質亦可使用其他廠牌之同級品。

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)—10 μ L 之注射針筒先以脫附劑(CS₂)沖刷數次濕潤針管與活塞，取 3 μ L 脫附劑後，吸入約 0.2 μ L 空氣，以分開脫附劑與樣品，針頭再浸入樣品中吸入 1 μ L 樣品後，在空氣中後退約 1.2 μ 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 0.9~1.1 μ 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

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

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算術平均質量(mg)

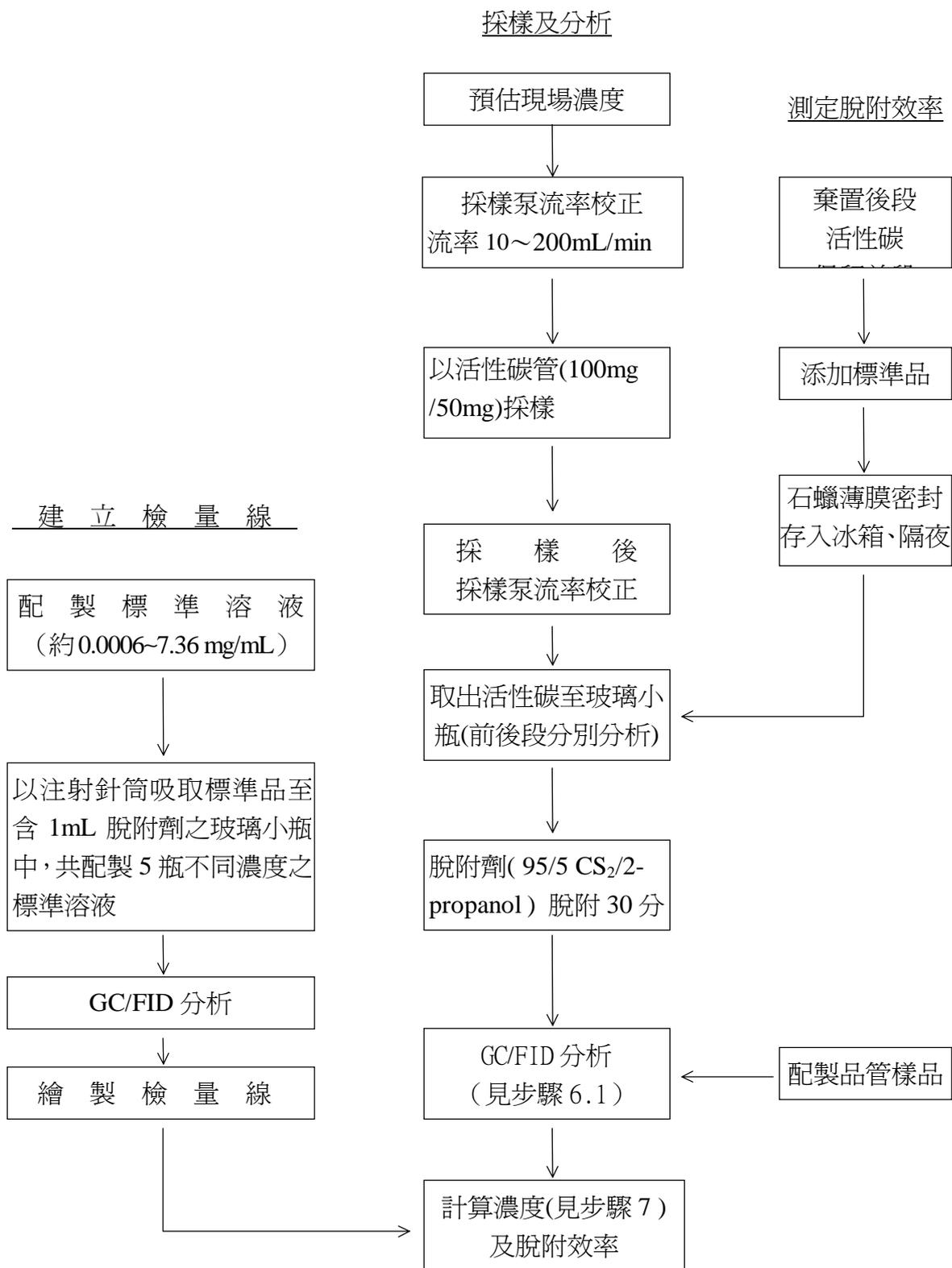
B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量(mg)

註：如(W_b)> (W_f/10)即表破出，樣品可能有損失。

10. 參考文獻

- [1] OSHA Method 99, “Propylene Glycol Monomethyl Ethers/Acetates”, Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Salt Lake Technical Center, April 1993.
- [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] 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。
- [4] “Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices”, ACGIH, 1993~1994.

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 OSHA 99 分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：GC/FID

脫 附：1 mL 95/5 CH₂Cl₂/CH₃OH 和 125 mg 無水硫酸鎂

注射量：1.0μL (15:1 split)

溫 度 - 注入口：175°C

- 偵檢器：200°C

- 管 柱：95°C

載流氣體：氬氣 3.0mL/min(60kPa head pressure)

氬氣(輔助氣體，make-up gas)37mL/min

氬氣(火焰 FID)33mL/min

空氣(火焰 FID)390mL/min

管 柱：fused silica, Stabilwax-DA, 1μm, 30 m× 0.32 mm ID

標準樣品：分析物溶於 95/5(v/v) CH₂Cl₂/CH₃OH

測試範圍：1.815~7.26mg/樣品

分析偵測下限：0.73μg/樣品

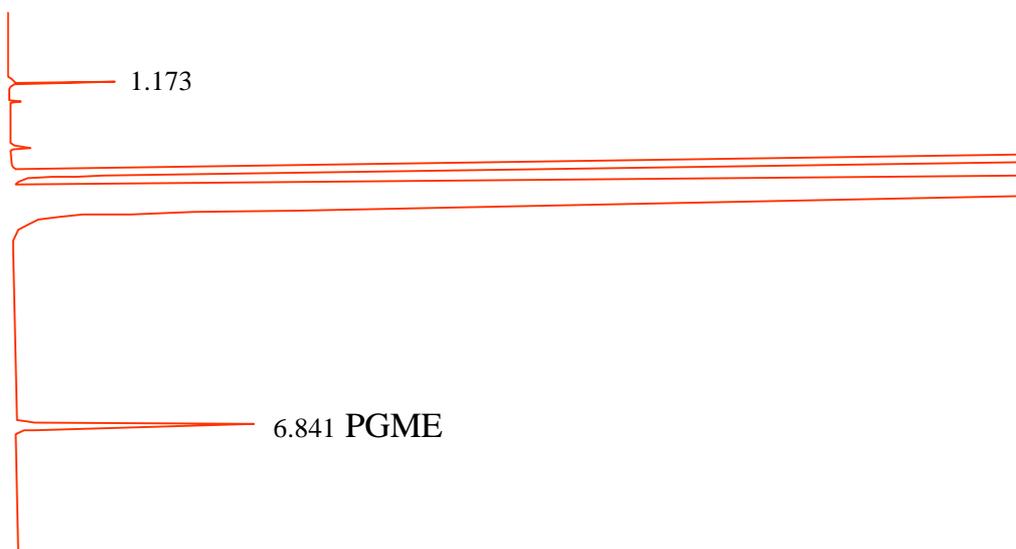
分析變異係數 (CVa)：0.25%

表一 分析方法驗證

		方法製訂單位		協同覆驗單位一		協同覆驗單位二	
分析儀器		GC/FID		GC/FID		GC/FID	
分析條件							
溫度							
注入口		175°C		175°C		175°C	
偵檢器		200°C		250°C		200°C	
管柱		40°C $\xrightarrow{1^\circ\text{C}/\text{min}}$ 85°C (3min) (1.5min)		70°C (5 min)		50°C $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$ 85°C (3min) (0.5min)	
流率(mL/min)							
空氣		400		400		400	
氫氣		33		40		33	
氮氣		6.5		6.5		5(split 13.3:1)	
管柱		DB-FFAP, 1.0 μm 30 m× 0.53 mm ID		DB-FFAP, 1.0 μm 30 m× 0.53 mm ID		DB-FFAP, 1.0 μm 30 m× 0.53 mm ID	
檢量線範圍(mg/樣品)		0.011-7.360		0.011-7.360		0.458-7.2205	
線性相關係數		1.0000		1.0000		0.9998	
平均脫附效率(%)		101.3		100.5		99.2	
分析變異係數(%)		1.0		2.8		0.9	
盲樣 測試	配製值 (mg/樣品)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)	測定值 (mg/樣品)	偏差 (%)
樣品一	1.840	1.904	-2.0	1.836	-0.2	1.862	+1.2
樣品二	2.760	2.606	-5.6	2.795	+1.3	2.784	+0.9
樣品三	3.680	3.799	+3.2	3.601	-2.1	3.768	+2.4

二、分析圖譜及分析條件

1. 圖譜



2. 分析條件

	條	件
儀器	GC/FID	
管柱	fused silica, DB-FFAP 30 m× 0.53 mm ID, 1 μ m	
流率(mL/min)		
空氣	400	
氫氣	40	
氮氣	6.5	
溫度(°C)		
注入口	175°C	
偵檢器	200°C	
管 柱	40°C (3min) $\xrightarrow{10^\circ\text{C}/\text{min}}$ 85°C (1.5min)	

表二 單甲基醚丙二醇脫附效率

	介質空白 (mg/樣品)	0.5 PEL			1 PEL			2 PEL		
		添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)	添加量 (mg/樣品)	分析量 (mg/樣品)	回收率 (%)
1	0	1.840	1.828	99.3	3.680	3.712	100.9	7.360	7.572	102.9
2	0	1.840	1.845	100.3	3.680	3.703	100.6	7.360	7.468	101.5
3	0	1.840	1.827	99.3	3.680	3.682	100.0	7.360	7.467	101.4
4	0	1.840	1.846	100.3	3.680	3.748	101.8	7.360	7.688	104.5
5	0	1.840	1.843	100.2	3.680	3.742	101.7	7.360	7.462	101.4
6	0	1.840	1.844	100.2	3.680	3.791	103.0	7.360	7.649	103.9
平均值				99.9			101.3			102.6
變異係數				0.49			1.05			1.34

三個濃度之平均回收率 = 101.3%

分析變異係數 (CV_a) = 1.0%

RM014A-12

表三 儲存穩定性

天數	單甲基醚丙二醇相對回收率* (%) (添加量 = 3.96 mg/樣品)					
	冷 藏			室 溫		
0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
4	104.3	107.9	113.3	104.8	104.0	104.1
7	105.4	105.8	105.8	107.3	115.9	110.9
10	101.2	101.8	100.9	100.0	100.7	99.9
14	97.1	97.9	96.7	99.2	100.8	101.1
18	102.1	99.2	99.3	97.8	99.2	99.3

* 指相對於第一天分析結果之回收率