

勞動部勞動及職業安全衛生研究所採樣分析參考方法

方法編號：5053 (等級A)

審查日期：98年6月18日

乙二醇甲醚醋酸酯

ethyleneglycol monomethyl ether acetate

容許濃度

參考資料：NIOSH 1451 8/15/1994 [1]

勞動部：5ppm (皮膚)

分子式：CH₃COOCH₂CH₂OCH₃

OSHA: 25 ppm (皮膚)

NIOSH : 0.1 ppm (皮膚)

ACGIH: 5 ppm (皮膚)

分子量：118.15

(1 ppm =4.83 mg/m³, @ NTP)

基本物性：

別名：2-methoxyethyl acetate; glycol monomethyl ether acetate; methyl cellosolve acetate

液態，密度1.005 g/mL @ 20 °C

沸點：145 °C

熔點：-65 °C

CAS No. : 110-49-6

閃火點：49 °C

RTECS No. : KL5950000

蒸氣壓：2 mmHg(1 700 mg/m³)@20 °C

採 樣	分 析
採樣介質：活性炭管(100mg/50 mg) 流率：10~200 mL/min 採樣體積：最小：0.5L@5ppm 最大：32L 樣本運送：例行性 樣本穩定性：28天，室溫 現場空白樣本：每批樣本數的10%'至少需二個以上	方法：GC/FID 分析物：乙二醇甲醚醋酸酯 脫附：1 mL二硫化碳，放置30分鐘，偶爾輕微搖動 注射量：1 µL 儀器分析條件： 溫度—注入口：230 °C —偵檢器：250 °C —管柱：75 °C (恆溫)
準 確 度 [1]	載流氣體：氦氣，20 mL/min 管柱：DB-WAX 30 m x 0.530 mm ID, 1 µm 毛細管柱
範圍：51-214 mg/m ³ (20 L)	標準樣本：分析物溶於二硫化碳中
偏差：-04%	檢量線範圍：0.0130~1.01 mg/mL
總變異係數(CVT)：7.8%	可量化最低量：0.0130 mg/mL
準確度：±13.3 %	分析變異係數(CV.)：2.36 %

適用範圍[1]：NIOSH方法是以20L的空氣為樣本時，有效分析範圍0.3~47 ppm(1.5~225 mg/m³)。使用毛細管柱替代填充管柱(packed column)可提高儀器分析感度，建議使用DB-5 30 m x 0.32 mm ID, 1 µm毛細管柱。

干擾[1]：高濕度會降低有機蒸氣之收集效率。

安全衛生注意事項[1]：二硫化碳 閃火點=30 °C)是非常易燃之物質且為有毒的易燃液體。因此，在使用時，必須是在排煙櫃中進行。

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：二硫化碳(分析級)。
- 1.2 分析物：乙二醇甲醚醋酸酯(分析級)。
- 1.3 氮氣。
- 1.4 氫氣。
- 1.5 經過濾之空氣。

2. 設備

- 2.1 採集設備：活性碳管(100 mg/50 mg)，見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 2.2 個人採樣泵：10~200 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4 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 3.2 以正確且已知的流率採集空氣。採樣泵流率為10~200 mL/min。應採集的空氣體積約0.2~32 L。
- 3.3 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜(parafilm)加封後運送。

4. 脫附效率測定及樣本脫附

4.1 脫附效率測定

- 4.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 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。添加量為0.121~0.482 mg。
- 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 樣本脫附

- 4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將管口切開，使開口與管徑同大，取出前端之玻璃綿丟棄，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 分鐘後，立即進行分析。

5. 檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

- 5.1.1 見「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。
- 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為 0.0130~1.01 mg/mL。(註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)
- 5.1.3 將標準溶液與試藥空白樣品同批一起分析。
- 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「作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序：附件3」。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

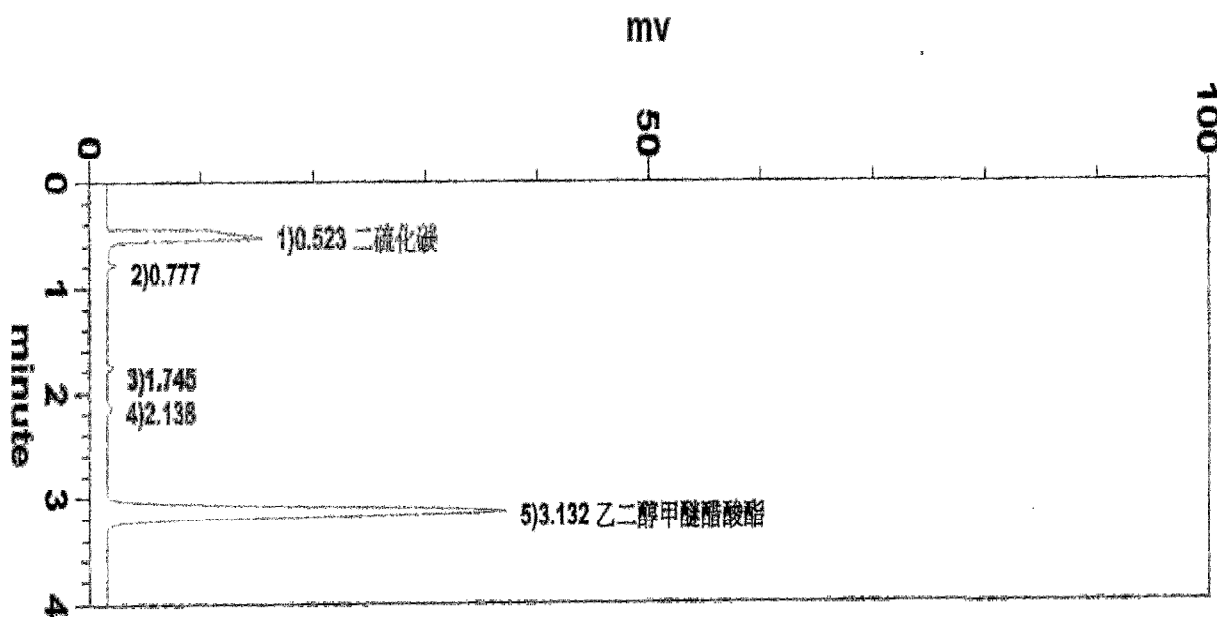
	條 件
儀器	GC/FID
管柱	DB-WAX 30 m(長)×0.53 mm(內徑),膜厚 1 μm
流率 (mL/min)	
空氣	410
氫氣	38
氮氣	20
分流比	不分流
溫度(°C)	
注入口	230
偵檢器	250
管柱	75(恆溫)

註：以SHIMADZU GC-14A爲例，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)
二硫化碳	0.523
乙二醇甲醚醋酸酯	3.13

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)	添加量 (mg/樣本)	平均脫附效率 (%)	分析變異係數 CV _a (%)
乙二醇甲醚醋酸酯	5	5.0~20.0	0.121~0.482	81.2	2.36

* 採樣介質為SKC 226-01(100 mg/50 mg) 活性碳管

6.5 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，取約3 μL溶劑後，吸入約0.2 μL 空氣，以分開溶劑與樣本，針頭再浸入樣本中吸入1 μL 樣本後，在空氣中後退約1.2 μL，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 μL實際取樣量。

註：假如波峰面積超過標準溶液的線性範圍，則以二硫化碳稀釋後再分析，計算時再乘回稀釋的倍數。

6.6 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），得到每個樣本分析物的質量(**W**)。

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

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。

	測試1	測試2
儀器	GC/FID (SHIMADZU GC-14A)	GC/FID (AGILENT GC-6890)
分析條件		
溫度 (°C)		
注入口	230	280
偵檢器	250	300
管柱	75 (恆溫)	75 (恆溫)
流率(mL/min)		
空氣	410	450
氫氣	38	45
氮氣	20	3.6
分流比	不分流	不分流
管柱	DB-WAX 30 m(長)×0.53 mm(內徑),膜厚 1 μm	DB-WAX 60 m(長)×0.25 mm(內徑),膜厚 0.25 μm
檢量線範圍	0.0130~1.01 mg/mL	0.0130~1.01 mg/mL
線性相關係數	0.999	0.999
平均脫附效率	81.2 %	81.7 %
CV _a	2.36 %	2.12 %
滯留時間	3.13 min	12.2 min

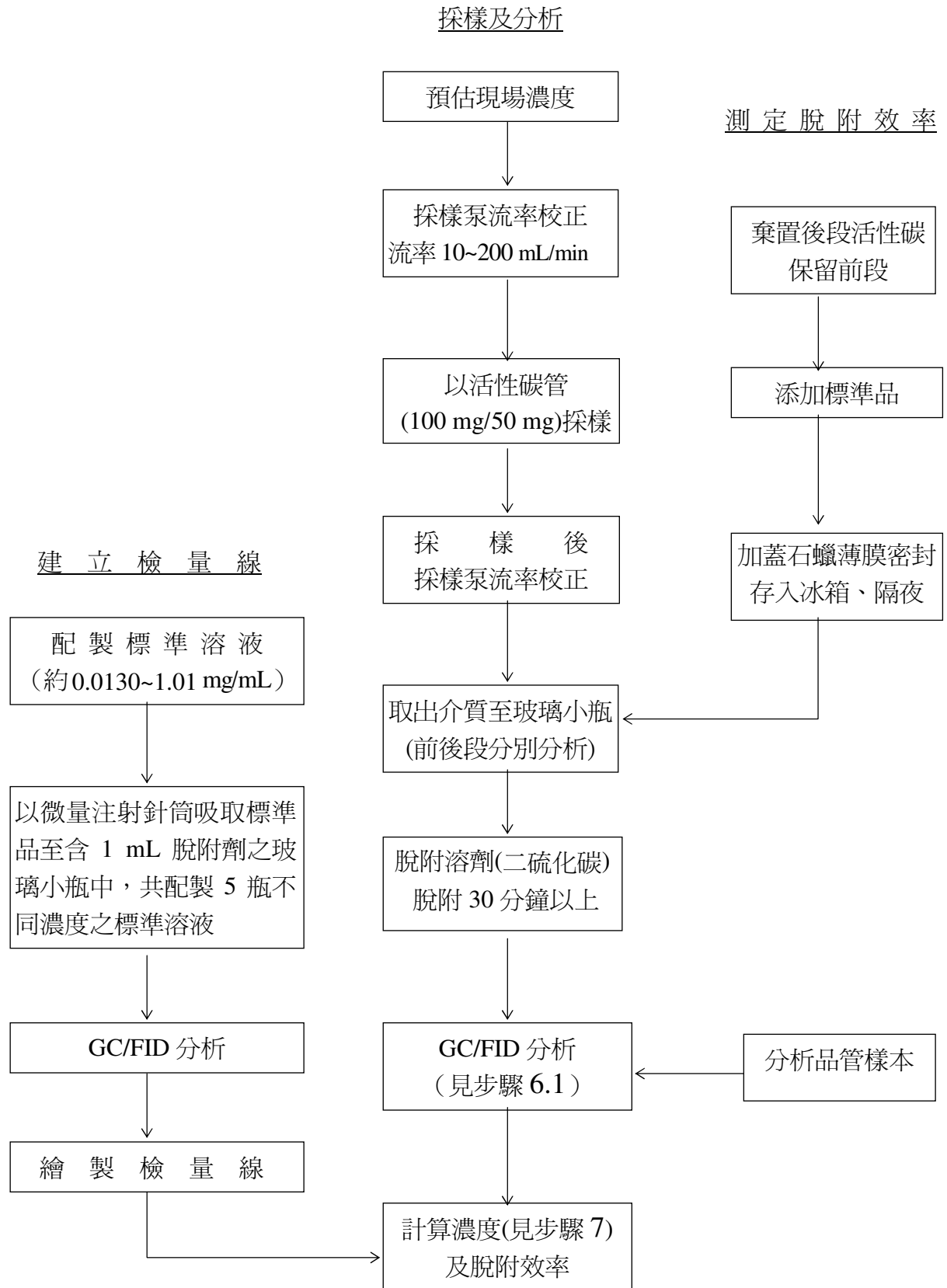
9. 高濕環境下破出測試

本方法評估是以注射驅動法 (syringe pump drive method) 產生標準氣體，並於30°C，80 %RH高濕環境下進行6個樣本之破出測試；乙二醇甲醚醋酸酯測試濃度為10.2 ppm，採樣流率為200 mL/min，經240分鐘後，無破出現象產生，故建議最大採樣體積為32L。

10. 樣本貯放穩定性測試

添加0.241 mg乙二醇甲醚醋酸酯於採樣管，共30個樣本進行樣本貯存穩定性測試。相對於配製當天，於室溫貯存7天樣本之相對回收率為103.5%，14天相對回收率為100.0%，21天相對回收率為99.1%，28天相對回收率為96.5%；於冷藏下貯存7天樣本之相對回收率為103.8%，14天相對回收率為100.0%，21天相對回收率為104.6%，28天相對回收率為98.7%，見表二。

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods , 4th ed. Method 14 51 ,U.S. Department of Health , Education ,and Welfare, Publ. (NIOSH),1994.
- [2] 勞工作業場所容許暴露標準，勞動部，民國107年3月。
- [3] 作業環境有害物採樣分析參考方法驗證程序第四版：附件3：採樣分析方法通用原則，勞動部勞動及職業安全衛生研究所，民國108年7月。



表一 乙二醇甲醚醋酸酯脫附效率

	介質空白 (mg/樣本)	添加量 : 0.121 mg		添加量 : 0.241 mg		添加量 : 0.482 mg	
		分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)	分析量 (mg/樣本)	脫附效率 (%)
1	0	0.966	80.1	1.98	82.1	4.01	83.1
2	0	1.03	85.1	2.01	83.5	3.99	82.8
3	0	0.958	79.4	1.91	79.0	4.02	83.3
4	0	0.992	82.2	1.86	76.9	3.93	81.4
5	0	0.991	82.2	1.83	75.9	3.99	82.7
6	0	0.967	80.2	1.89	78.3	3.99	82.6
平均脫附效率(%)			81.5		79.3		82.7
變異係數(%)			2.57		3.71		0.81

三個濃度的平均脫附效率 : 81.2%

分析變異係數 : 2.36%

表二 儲存穩定性

儲存天數	樣本數	冷藏		室溫	
		前段平均分析量 (mg)	相對回收率(%)	前段平均分析量 (mg)	相對回收率(%)
0	3	0.228	100	0.223	100
7	3	0.237	103.8	0.231	103.5
14	3	0.228	100.0	0.223	100.0
21	3	0.238	104.6	0.221	99.1
28	3	0.225	98.7	0.215	96.5

* 相對百分比：相對於儲存 0 天所得回收率百分比

* 乙二醇甲醚醋酸酯添加量 0.241 mg