

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

1216

乙二醇單丁醚

<p>分子式：HOCH₂CH₂OC₄H₉</p> <p>分子量：118.17</p>	<p>Ethyleneglycol monobutyl ether</p> <p>參考資料：NIOSH (2/14/75)</p> <p>編輯日期：25/9/92</p>
<p>容許濃度標準(TLV)</p> <p>OSHA：50 ppm (皮膚)</p> <p>NIOSH：25 ppm (皮膚)</p> <p>ACGIH：25 ppm</p> <p>勞委會：50 ppm (皮膚)</p> <p>(1 ppm=4.83 mg/m³)</p>	<p>基本物性：</p> <p>液體</p> <p>密度：0.902 g/mL (20°C)</p> <p>沸點：171°C</p> <p>蒸氣壓：0.6 mmHg (0.08 KPa, 20°C)</p>
<p>化合物別名：2-Buthoxyethanol; Butyl cellosolve; CAS #111-76-2</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：一最小 1 L 一最大 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：乙二醇單丁醚</p> <p>脫附：CH₂Cl₂ (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：110°C 持續 17 分鐘</p>
<p>準 確 度</p>	

<p>範圍：124-490 mg/m³ (1-5L)[1,4]</p> <p>偏差：不顯著 [1,2]</p> <p>全精密度偏差(CV_T)：0.060</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 (含 5% Methanol)</p> <p>檢量線範圍：0.04 ~5.4 mg/樣品</p> <p>預估偵測極限：0.04 mg/mL</p> <p>分析精密度偏差(CV₁)：1.2%</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，主即蓋上瓶蓋。
- 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 0.4~5.4 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-Butoxyethanol 的添加量約為 0.04~5.4 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數繪製圖形。

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-WAX

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 110°C 持續 17 分鐘

6.2 大約滯流時間 (retention time)

化 合 物 分 鐘

5% Methanol in CH₂Cl₂ 3.80

2-Butoxyethanol 10.50

6.3 分析圖譜

CH₂Cl₂ + Methanol

2-Butoxyethanol 6 μ L

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-Butoxyethanol	50	1~5	0.181~0.726	99.19	1.20

* 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：145°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 100/120

mesh 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 S76 (2-Butoxyethanol) 發佈於 1975 年 2 月 14 日[4]。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 _r)	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-Butoxyethanol	S76	0.060	124~490	1~5	>44 L*	99%	0.9%

* 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	200 °C
偵測器	250 °C	250 °C
管柱	110 °C	
速度(mL/min)		
空氣	400	400
氫氣	40	44
氮氣	10	12
管柱	fused silica WCOT DB-Wax, 30m×0.53mmID	fused silica WCOT DB-Wax, 30m×0.53mmID
平均脫附效率	94.67%	92.89%
平均 CV _i 值	2.48%	2.53%

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毒物質容許濃度標準，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：郭珍蘭

驗證人：黃灶生、郭錦堂、洪玉英、張純、高添成

乙二醇單丁醚
採樣及分析流程圖

