

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA3003

鋇 Barium

容許濃度	參考資料：NIOSH 7056 (2/15/84)[1]
勞委會：0.5 mg/m ³	分子式：Ba
OSHA：0.5 mg/m ³	分子量：137.34
NIOSH：無	CAS No.：7440-39-3
ACGIH：0.5 mg/m ³	RTECS No.:CQ8370000
基本物性：	
溶解度：100°C	
BaCO ₃ ：0.006 g/100 g H ₂ O	
BaCl ₂ ：59 g/100 g H ₂ O	
Ba(NO ₃) ₂ ：34 g/100 g H ₂ O	
BaO：91 g/100 g H ₂ O	

採	樣	分	析
採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8 μm)		方法：Flame AAS	
流率：1~4 L/min		分析物：Ba ²⁺	
採樣體積：最小 50 L		消化：濃硝酸 5mL	
最大 2000 L		最終溶液：加1% HNO ₃ 至10mL(含1% Cs)	
樣品運送：例行性或冷藏		火焰：一氧化二氮-乙炔之還原焰	
樣品穩定性：穩定		波長：553.6 nm	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		標準樣品：Ba ²⁺ 標準溶液於含1% Cs之1% HNO ₃ 溶液	
準確度 [1]		檢量線範圍：1~20 μg/mL	
範圍：0.28~1.08mg/m ³ (168L樣品)		可量化最低濃度：0.3 μg/mL	
偏差：未測定		分析變異係數(CV _a)：0.8%	
總變異係數(CVT)：5.4%			
總準確度：未測定			
適用範圍：200L 空氣樣品，本方法的有效分析範圍為 0.05~1mg/m ³ 。本方法適用於樣品中總鋇含量之測定。樣品中水溶性與非水溶性鋇含量的分離方法。			
干擾：鋇在火焰中離子化情形相當明顯，使樣品溶液含1% Cs，可提高靈敏度，並降低離子化干擾。樣品中鈣含量在 0.1% 以上時，將有正干擾，此時需做背景校正。			
安全衛生注意事項：1.鋇化合物是一種劇毒物質，有致癌可能，處理時務必小心。 2.消化過錳化合物是一種劇毒物質，有致癌可能，處理時務必小心。程需在氣櫃中進行。			
註：本方法是沿用NIOSH S198分析方法。			

1.試藥

- 1.1 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。
- 1.2 濃鹽酸：37% HCl，分析級。
- 1.3 含1%Cs之0.5N鹽酸：於200mL的蒸餾水中，加入7.4g CsNO₃溶液，加入約20 mL的37% 濃鹽酸，稀釋至500 mL。
- 1.4 檢量儲備溶液(calibration stock solution)1000 μg Ba/mL，市售標準溶液。
- 1.5 經過濾之壓縮空氣。
- 1.6 乙炔(acetylene)。
- 1.7 蒸餾水或去離子水。

2.設備

- 2.1 捕集設備：纖維素酯濾紙置於濾紙匣中，濾紙孔徑0.8 μm，濾紙直徑37mm，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約1~4 L/min。

2.3 原子吸收光譜儀：採用一氧化二氮(笑氣)-乙炔之燃燒頭。

2.4 鋇中空陰極管(hallow cathode lamp, HCL)。

2.5 50 mL燒杯，附錶玻璃。

2.6 10 mL及50 mL量瓶。

2.7 吸管。

2.8 加熱板：可加熱至400°C

*所有玻璃器皿皆經 1 : 1 硝酸浸泡24小時後，以蒸餾水或去離子水清洗晾乾備用。

3.採樣

3.1 個人採樣泵連結濾紙匣，進行流率校正，見通則之採樣。

3.2 以正確且已知的流率，採集空氣。針對時量平均濃度(TWA)採樣時，採樣泵流率為1~4 L/min，應採集的空氣體積約 50~2000 L，對於最高容許濃度(ceiling)採樣時，採樣泵的流率2~3 L/min，採集15分鐘採樣體積。

3.3 每張濾紙上的總粉塵量不得超過2 mg。

3.4 將濾紙匣加蓋封裝。

4.回收率測定與樣品前處理

4.1 回收率測定

4.1.1 見通則之脫附效率。

4.1.2 以微量注射針筒取適量的分析物，直接添加於濾紙上，添加量為45~180 μ g。

4.1.3 於乾淨處晾乾備用。

4.1.4 經消化後進行分析。

4.2 樣品前處理

4.2.1 打開濾紙匣，取出樣品與空白樣品，分別放至乾淨的燒杯中。

4.2.2 加入3mL濃硝酸，蓋上錶玻璃。試藥空白(reagent blank)試驗也從此步驟開始。

4.2.3 置於加熱板上加熱至溶液沸騰。

4.2.4 待溶液蒸發近乾，加入2mL濃硝酸，重覆步驟4.2.3、4.2.4兩次以上。(註：避免溶液蒸乾，消化過程需在氣櫃中進行。)

4.2.5 以3~5mL 含1% Cs之0.5N HCl溶液沖洗錶玻璃及燒杯壁，溶液微微加熱，以溶解殘餘物。

4.2.6 放冷後，將溶液倒入10mL的量瓶中，以含1% Cs 之0.5N HCl溶液稀釋至其刻度。(用少許含1% Cs 之0.5N HCl溶液沖洗燒杯壁以避免燒杯中的待測元素漏失，再將此溶液倒入量瓶，重覆2~3次。)

5.檢量線製作與品管

5.1 檢量線製作

5.1.1 見通則之檢量線製作與品管。

5.1.2 取市售1000 μ g Ba/mL元素的標準溶液，以含1% Cs 之0.5N HCl溶液稀釋10倍，即配成100 μ g/mL的鋇溶液，作為儲備溶液，儲備溶液儲存於100mL的玻璃瓶中，每週更新。

5.1.3 加已知量的鋇儲備溶液於盛有含0.5N HCl溶液的10mL量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為1~20 μ g Ba/mL。

(註：至少應配製5種不同濃度的標準溶液的測試分析，以建立檢量線。)

5.1.4 將標準溶液與試藥空白樣品一起分析。

5.1.5 以吸光度對分析物的濃度繪製檢量線。

5.2 品質管制

5.2.1 見通則之檢量線製作與品管。

5.2.2 每隔10個樣品，測試一次標準溶液，以檢查儀器的狀況是否穩定。

5.2.3 原則上每10個樣品，至少測試一次空白添加試驗，亦即添加已知量的鋇於空白濾紙上(如加入50 μ L的400 μ g/mL 鋇標準溶液)，經消化後之溶液，以此檢查回收率。

5.2.4 必要時可使用標準添加法，以作基質干擾校正。

6.儀器分析

6.1 儀器分析條件

儀器：Flame AAS
波長：553.6 nm

燈管：鋇燈管(HCL)
燈管電流：5 mA
光隙 slit)：0.7 nm
背景校正：D2燈管
火焰：笑氣－乙炔，還原焰
氣體流率：
助燃劑：6.0 L/min
乙炔：1.5 L/min

註：以Perkin Elmer 5100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 測定標準溶液、樣品、空白樣品的吸光度，並加以記錄。

註：如果樣品的吸光度，大於儀器測定的線性範圍，需以含1% Cs 之0.5N HCl溶液稀釋之並重新測定，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 回收率*

添加量(μg)	平均回收率(%)	平均CVa值(%)
45~180	94.9	0.8

*模擬採樣濾紙為SKC批號9082810纖維素酯濾紙各添加量的回率均為三~六次(每次均為不同日期)分別添加、消化並測定所得之平均值，每次分析均為三張各添加量的回收數據平均。

7.計算

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V}$$

C：計算濃度(mg/m³)

Cs：樣品濃度(μg/mL)

Cb：平均空白樣品濃度(g/mL)

Vs：樣品溶液體積(mL)

Vb：空白樣品溶液體積(mL)

V：所採空氣體積(L)

8.分析方法驗證

驗證	添加量(μg)	平均回收率(%)	平均CVa值(%)
測試1	0.045~0.18	104.8	2.5
測試2	0.045~0.18	101.6	2.8

9.文獻

[1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed., NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7056.1984.

[2] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, Pub1. (NIOSH) 81-123(1981),available as stock #PBV83-154609 from NTIS, Springfield, VA 22161.

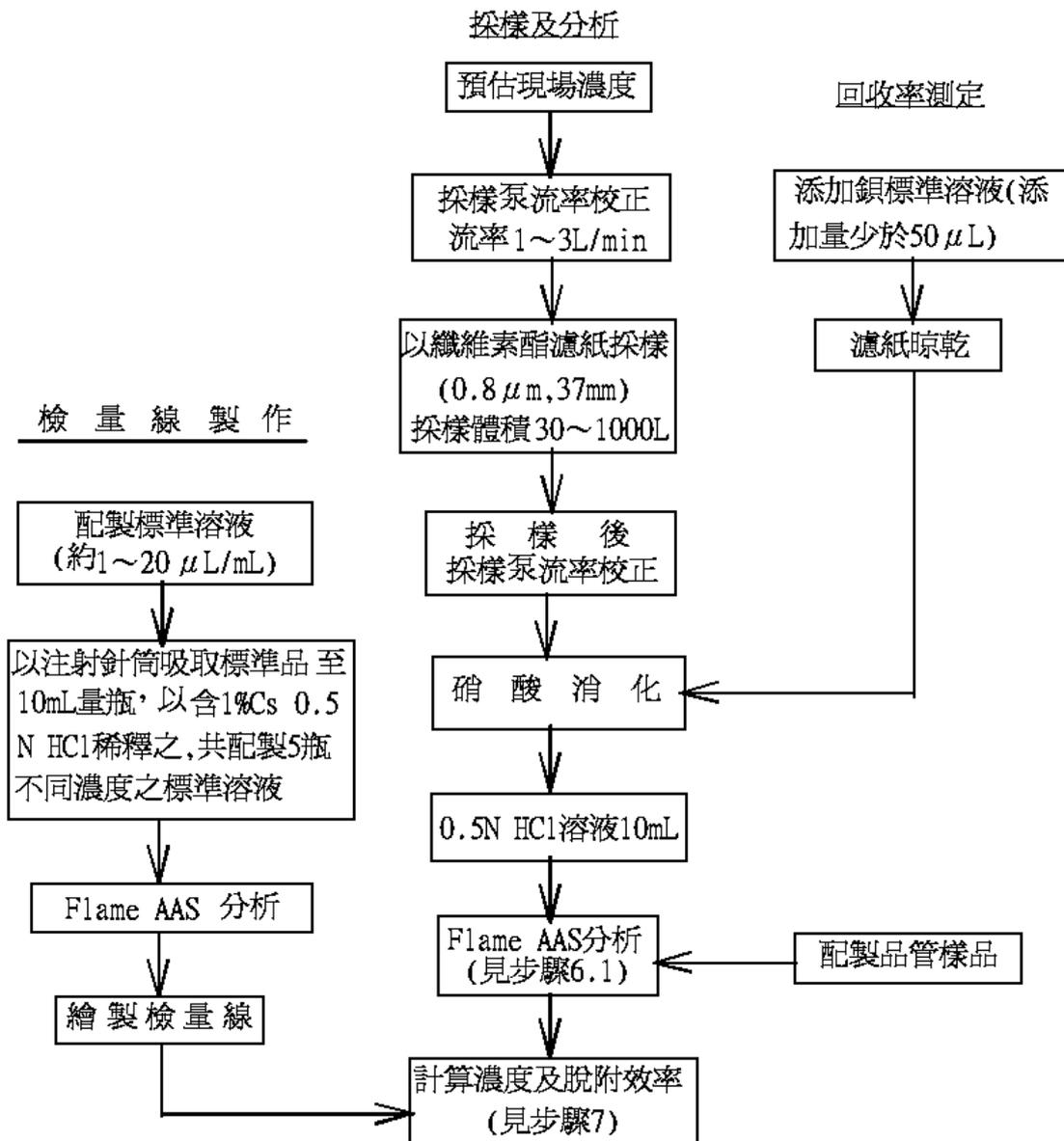
[3] Handbook of Chemistry and physics,51st de., Chemical Rubber Company, Cleveland, OH (1970).

[4] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S198, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Pub1. (NIOSH) 77 - 185 (1977).available as stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.

[5] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol.3, S198, U.S. Department of Health, Education, and Welfare Pub1.(NIOSH) 77-157-C, 1977.

[6] 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。

附註一 採樣分析流程圖



建立檢量線 4L/min 50~2000L

附註二 所參考分析方法之主要資料

1.本分析方法是沿用 S 198 分析方法。

2.方法評估

S198方法的認證是利用原子化的氯化銀溶液來產生約 $0.3 \sim 1.1 \text{ mg/m}^3$ 的氣體，樣品以 1.4 L/min 採集其效率為100%。樣品(濾紙)中銀含量為 $0.043 \sim 0.18 \text{ mg}$ 時，添加氯化銀標準液之回收率為102%，CVa為1.4%。

-