

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA3009

鉛

Lead

容許濃度

勞委會：0.1 mg/M³

OSHA：0.05 mg/M³

NIOSH：0.1 mg/M³

ACGIH：0.15 mg/M³

基本物性：

固態：密度11.3g/cm³ 軟金屬

熔點：3275℃，價位：+2，+4

參考資料：NIOSH 7082 8/15/94 [1]

元素式：Pb

原子量：207.19 (Pb)

別名：依化合物之不同而不同

CAS No.：7439-92-1 (Pb)

RTECS No.：OF7525000 (Pb)

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：鉛	
採樣體積：最小 200 L @ 0.05mg/M ³		消化：5 mL 濃硝酸，加熱至約140℃	
最大 1200 L		最終溶液：加 10% HNO ₃ 至 10mL	
樣品運送：例行性		火焰：空氣—乙炔之氧化焰	
樣品穩定性：穩定		波長：283.3nm 或 217.0nm	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		標準樣品：分析物溶於10% (HNO ₃) 中	
		檢量線範圍：1~20 μg/mL	
準	確	度	[1]
範 圍：0.13~0.4 mg/M ³		可量化最低濃度：1 μg/mL	
0.15~1.7 mg/M ³ (煙煙)		分析變異係數(CV _a)：1.1% (283.3nm)	
偏 差：-3.1%		1.5% (217.0nm)	
總變異係數(CV _T)：7.2%，6.8% (黃煙煙)			
準 確 度：17.6%			
適用範圍：200L空氣樣品，本方法的有效分析範圍是0.05~1.0mg/M ³ 。本方法是元素分析方法，並不能分析特定的鉛化合物。分析方法所配製溶液也適用於溶液中Pb以外之待測元素的分析及鉛煙煙和其它含鉛氣膠的分析。			
干 擾：可利用背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收。高濃度的鈣、硫酸根、碳酸根、磷酸根、碘離子、氟離子或醋酸根的干擾，皆可被校正。			

1. 試藥

- 1.1 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。
- 1.2 稀釋溶液：1 % (w/v) 硝酸於 200 mL 的去離子水中加入 8 mL 的 65% 濃硝酸，以去離子水稀釋至500 mL。
- 1.3 過氧化氫 (30%，H₂O₂ [w/v])，分析級。
- 1.4 檢量儲備溶液：1000 μg Pb/mL 市售標準溶液。
- 1.5 經過濾之壓縮空氣。
- 1.6 乙炔。
- 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：採用空氣—乙炔之燃燒頭。
- 2.4 鉛中空陰極管或無電極燈管。
- 2.5 50mL燒杯，附錶玻璃。
- 2.6 10, 50 mL 量瓶。
- 2.7 吸管。
- 2.8 加熱板：可加熱至400℃。

※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。採樣泵流率為 1~4 L/min，應採集的空氣體積約 200~1200 L。
- 3.3 每張濾紙上的總粉塵重量不得超過 2mg。
- 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 5 ~20 μg 。
- 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 打開每個濾紙匣，取出樣品與空白樣品，分別放至乾淨的燒杯中。
 - 4.2.2 加入 5mL 濃鹽酸及 1mL 30% 之 H_2O_2 ，蓋上錶玻璃。試藥空白 (reagent blank) 樣品也從此步驟開始。
 - 4.2.3 置於加熱板上加熱近溶液沸騰。
 - 4.2.4 待溶液蒸發近乾，加入 2 mL 濃硝酸及 1 mL 30% 之 H_2O_2 ，重覆步驟 4.2.3、4.2.4 兩次以上。（註：消化過程需在氣櫃中進行，並避免溶液蒸乾。）
 - 4.2.5 以 1 % 硝酸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 1% HNO_3 溶液稀釋至其刻度。（用少許 1% HNO_3 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）。
- 註：如果溶液中所含 CO_3^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 I^- 、 F^- 、 CH_3COO^- 等離子濃度可能超過鉛濃度10倍或更高，則在稀釋之前，可加入 1mL 1M Na_2EDTA 。
- 如果溶液中所含 Ca^{2+} 或 SO_4^{2-} 濃度超出鉛濃度的10倍時，則樣品及標準溶液皆要添加 La^{2+} (w/w)，使 La^{2+} 濃度成為1%。

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 $\mu\text{g Pb/mL}$ 元素的標準溶液，以1% HNO_3 溶液稀釋10倍，即配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的鉛溶液，作為儲備溶液，儲備溶液儲存於 100 mL 的玻璃瓶中，每週更新。
- 5.1.3 加已加量的 Pb 儲備溶液於 1 % 硝酸的 10 mL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 $\mu\text{g/mL}$ 。（註：至少應配製5種不同濃度，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，亦即添加已知量的鉛於空白濾紙上（如加入 50 μL 的 400 $\mu\text{g/mL}$ 標準溶液），經消

化後之溶液，以檢查回收率。

5.2.4 必要時可使用標準添加法，作基質干擾校正。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

	條 件
儀器	Flame AAS
波長	248.3 nm 或 217.0 nm
燈管	鉛燈管 (HCL 或 EDL)
燈管電流	10 mA/9W
光隙(slit)	0.7 nm
背景校正	無
火焰	氧化焰，空氣－乙炔 (6.0/1.6 [L/min])

註：以Perkin Elmer 5100為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件需另定之。

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1% HNO₃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 (μ g)	回 收 率 (%)		CVa (%)	
	217.0 nm	283.3nm	217.0 nm	283.3nm
5 - 20	103.1	99.1	1.5	1.1

* 模擬採樣濾紙為 SKC 批號 8524807 纖維素酯濾紙。

* 此參考方法建立之初，是以添加各不同已知量之Pb標準溶液 (Pb2+) 於空白濾紙上晾乾後經消化分析所得。

7. 計算

$$C = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/M³)

V：採集氣體體積 (L)

C_s：樣品中鉛的濃度 (μ g/mL)

C_b：平均空白樣品鉛的濃度 (μ g/mL)

V_s：樣品溶液體積 (mL)

V_b：空白樣品溶液體積 (mL)

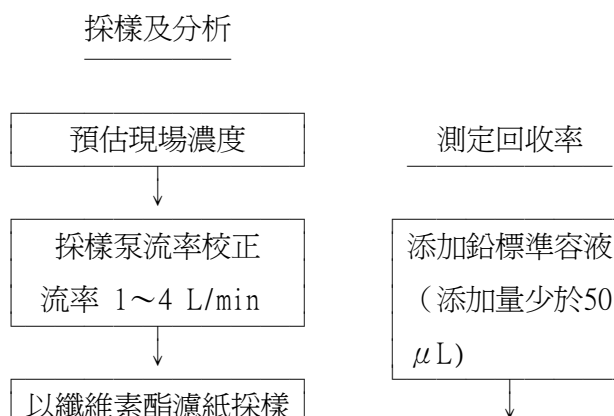
8. 方法驗證

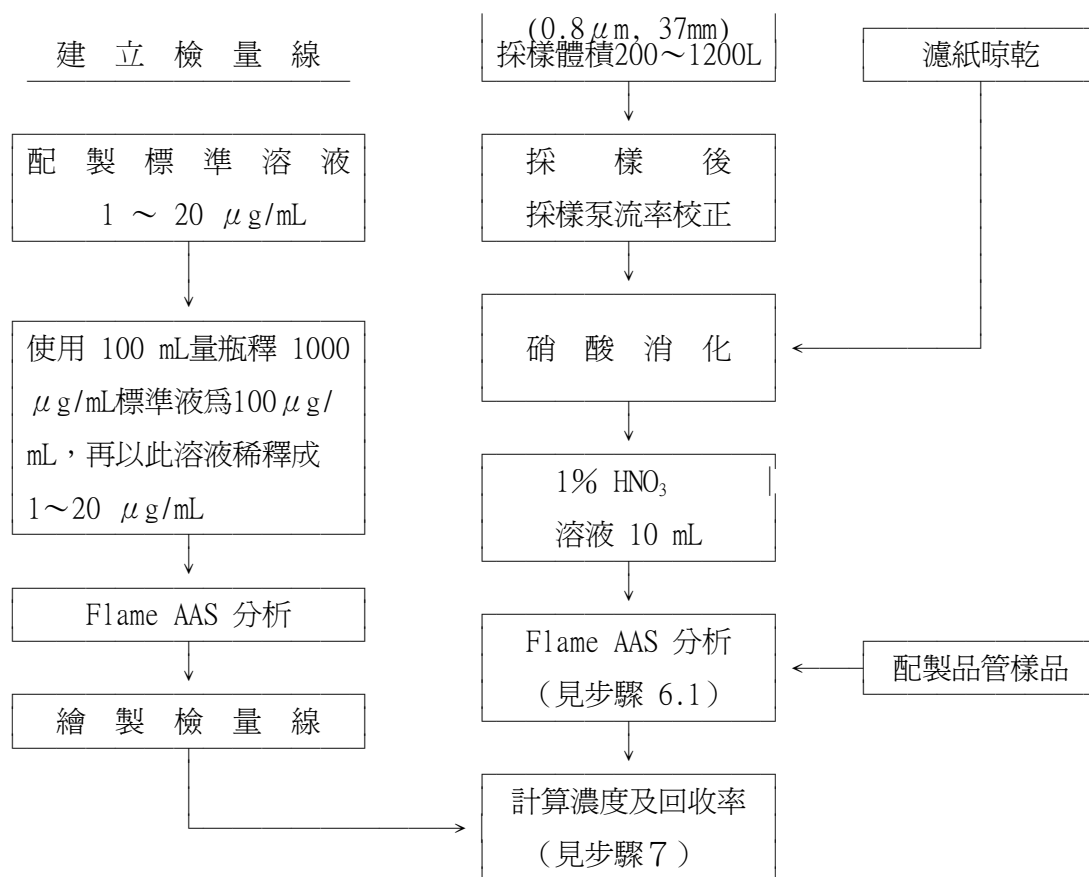
	測 試 1		測 試 2
儀器	Flame AAS (Varian 30)		Flame AAS (PE 5100)
濃度 (μg)	217.0nm 5~20	283.3nm 5~20	217.0nm 5~20
回收率	102.0	104.0	98.9
CVa (%)	1.3	1.3	1.4

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7082, 1994.
- [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] Criteria for a Recommended Standard-Occupational Exposure to Hydroquinone, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-158, 1978.
- [4] Documentation of the NIOSH Validation Tests. U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, 1977.
- [5] Heavy Metal Aerosols: Collection and Dissolution Efficiencies, Final Report of NIOSH Contract 210-79-0058, W.F. Gutknecht, M.H. Ranade, P.M. Grohse, A. Damle, and D. O'Neal, Research Triangle Institute; available as Order No. PB 83-106740 from NTIS, Springfield, VA 22161, 1981.
- [6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2, S57, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [7] Ibid, P. &, CAM 191.
- [8] Ibid, P. &, CAM 214.
- [9] Ibid, V. 3, P S341, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [11] Ibid, V. 7, S341, (revised 325/81), U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 82-100, 1982.
- [12] Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry Perkin-Elmer, 1976.
- [13] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazard, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 146-149, 1987.

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

NIOSH 7082分析方法是沿用P&CAM 173 [10]和 S34 [9,11]所建立，NIOSH 7300 (ICP-AES)也可作為鉛的分析；NIOSH 7505則專為Pbs 的分析方法。下列諸方法並未被評估：NIOSH P&CAM 102 [6] (dithizone 方法)，NIOSH P&CAM 191[7]；和NIOSH P&CAM 214 (graphite furnace-AAS) [8]。

NIOSH 分析方法 S241 [9] 於1975年10月24日發行，當時方法的認證是對濃度0.13~0.4 mg/M³的硝酸鉛氣膠[4]，採樣 180 L，作為精密度的評估。樣品含鉛量從 18至 72 μg，測定回收率為 98%；以孔徑 0.8 μm 的纖維素酯濾紙對氣膠的採集效率為 100%。以下數個研究，每個樣品含鉛量200 μg，分析回收率如下[5,11]。

樣 品	消化方法	分析回收率(%)
Pb metal	HNO ₃ only	92%± 4%
Pb metal	HNO ₃ +H ₂ O ₂	103%± 3%
PbO	HNO ₃ only	93%± 4%
PbS	HNO ₃ only	93%± 5%
PbO ₂	HNO ₃ only	82%± 3%
PbO ₂	HNO ₃ +H ₂ O ₂	100%± 1%
*		
Pb in paint	HNO ₃ only	95%± 6%
*		
Pb in paint	HNO ₃ +H ₂ O ₂	95%± 6%

* 美國NBS標準品 SRM # 1579

Gelman GN-4 filter的採集效率也曾被評估 其方法是以0.15~4.0 L/min的流量，採集幾何平均直徑 0.1 μm 的鉛燻煙，共採24次，平均採集效率大於97 $\pm$ 2%。硝酸鉛氣膠的總變異係數 (CV_T) 是 7.2%，鉛燻煙的總變異係數是6.8%。

—