

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA3004

鈣及其化合物 Calcium & its Compounds

容許濃度		參考資料：NIOSH 7020 (2/15/84)[1]	
勞委會： 5 mg/m3 (CaO)		分子式：Ca	
OSHA： 5 mg/m3 (CaCO3)		分子量：40.08 (Ca) ； 56.08 (CaO)	
ACGIH： 2 mg/m3 (CaO)		別名：依化合物之不同而異	
5 mg/m3 (Ca(OH)2)		Quicklime (CaO), Limestone(CaCO3),	
10 mg/m3 (CaCO3 , CaSiO3)		Marble(CaCO3), Hydrated lime(Ca(OH)2).	
基本物性：		CAS No.：1305-79-8 (CaO)；	
軟金屬，還原性金屬，+2價位(鹽類)		1305-62-0 (Ca(OH)2)；	
沸點：1440℃		1317-65-3 (CaCO3)	
熔點：848℃		RTECS No. :EW3100000 (CaO)	
		EW2800000 (Ca(OH)2)	
		EV9580000 (CaCO3)	
採	樣	分	析
採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8 μ m)		方 法：Flame AAS	
流 率：1～3 L/min		分析物：Ca	
採樣體積：最小 20 L @5 mg/m3		消化：濃HNO3 6mL，140℃； 60% 過氧酸	
最大 400 L		2mL，400℃	
樣品運送：例行性[1]		最終溶液：加含 0.1% Cs及0.1% La之5%	
樣品穩定性：穩定		(v/v)HCl至100mL	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		火焰：空氣－ 乙炔之還原焰	
		波長：422.7 nm	
準 確 度 [1]		標準樣品：分析物溶於含 0.1% Cs及	
範 圍：2.6～10.2 mg/m3 (85 L 樣品)		0.1% La之 5% (V/V)HCl中	
偏 差：未測定		檢量線範圍：Ca 0.8～17 μ g/mL	
總變異係數值(CVT)：6.3%		可量化最低濃度：0.001 mg/mL	
總準確度：未測定		分析變異係數(CVa)：2.0%	
適用範圍：85L 空氣樣品，本方法的有效分析範圍為 1～20 mg/m3。本方法是元素分析方法，並不能分析特定的鈣化合物。			
干 擾：鈉、鉀、鋰和鎂等金屬，在燃燒過程中所引起之離子化干擾，可藉添加 1000 μ g/mL Cs 加以控制。若有矽、鋁和磷酸存在時，需要用 1% (w/w) La 來當釋放劑。			
安全衛生注意事項：消化過程需在氣櫃中進行。			

1.試藥

1.1 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。

1.2 濃鹽酸：37% HCl。

1.3 稀釋溶液：含 0.1% Cs及0.1% La之5%(v/v)鹽酸；於500mL 的去離子水中，加入73.40g CsNO₃ 與 156.32g La(NO₃)₂，溶解後再加入 50mL 的 37% 濃鹽酸，以去離子水稀釋至1 L。

1.4 檢量儲備溶液：1000 μg Ca/mL，市售標準溶液。

1.5 經過濾之壓縮空氣。

1.6 乙炔(acetylene)。

1.7 60% (w/v)過氧酸。

1.8 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 1~3 L/min。

2.3 原子吸收光譜儀：採用空氣－乙炔之燃燒頭。

2.4 鈣中空陰極管(hallow cathode lamp，HCL)。

2.5 50 mL燒杯，附錶玻璃。

2.6 25 mL及100 mL量瓶。

2.7 5～500 μ L微量吸管。

2.8 適合加熱至400℃之加熱板。

*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1～3 L/min。應採集的空氣體積約 20～400 L。

3.3 每張濾紙上的總粉塵量不得超過 2mg。

3.4 將濾紙匣加蓋封裝。

4.回收率測定與樣品前準備

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 0.1～0.4 mg。

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 5mL 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 置於加熱板上加熱直至溶液近乾。

4.2.4 加入 2mL 濃硝酸和 1mL 60% HClO₄。

4.2.5 置於加熱板 (400℃) 上加熱，直至過氯酸之濃煙都消失。

4.2.6 移開錶玻璃並以去離子水潤洗至燒杯中。

4.2.7 置於加熱板 (400℃) 上加熱，直至過氯酸之濃煙都消失。

4.2.8 燒杯冷卻後，以含 0.1% Cs及 0.1% La之 5% 鹽酸溶液，溶解殘餘物。

4.2.9 將溶液倒入 100mL 的量瓶中。

4.2.10 以含 0.1% Cs及 0.1% La之 5% 鹽酸溶液稀釋至其刻度。

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 Ca/mL元素的標準溶液，以含 0.1% Cs及0.1% La之 5% 鹽酸溶液稀釋10倍，即配成 100 μ g/mL的鈣溶液，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 加已知量的鈣儲備溶液於盛有含 0.1% Cs及 0.1% La之 5%鹽酸溶液的 10mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.8～17 μ g Ca/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，亦即添加已知量的鈣於空白濾紙上(如加入50 μ L的400 μ g/mL 鈣標準溶液)，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：422.7 nm

燈管：鈣中空陰極燈管(HCl)
燈管電流：10 mA
火焰：空氣－乙炔，還原焰
氣體流率：
助燃劑：10.0 L/min
乙 炔：3.8 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0.1% Cs及 0.1% La之 5% 鹽酸溶液稀釋之並重新量測，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 回收率*

化合物	添加量 (mg)	平均回收 效率 (%)	分析變異 係數CVa(%)
鈣	0.1~0.4	95.5 %	1.5 %

*採樣濾紙為 SKC 批號 9082810 纖維素酯濾紙。

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)

Cs：樣品濃度(μg/mL)

Cb：平均空白樣品濃度(μg/mL)

Vs：樣品溶液體積(mL)

Vb：空白樣品溶液體積(mL)

8.方法驗證

8.1

	測 試 1	測 試 2
平均回收率	99.4%	96.2%
CVa	1.5%	1.4%

8.2 以 CaO 2.44~4.84 ppm所測得的回收率是 90.5± 1.9%。

9.文獻

[1] NIOSH Manual of analytical Method, 4th Ed., NIOSH, Cincinnati , Ohio, Method 7020,1984.

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed., NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7020.1994.

[3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol.5, P&CAM 173, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-141 (1979) Education, and Welfare , Publ. (NIOSH) 78 - 127 (1978)。

[4] Ibid, V. 3, S205, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1979).

[5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S205, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ., (NIOSH) 77 - 185 (1977).

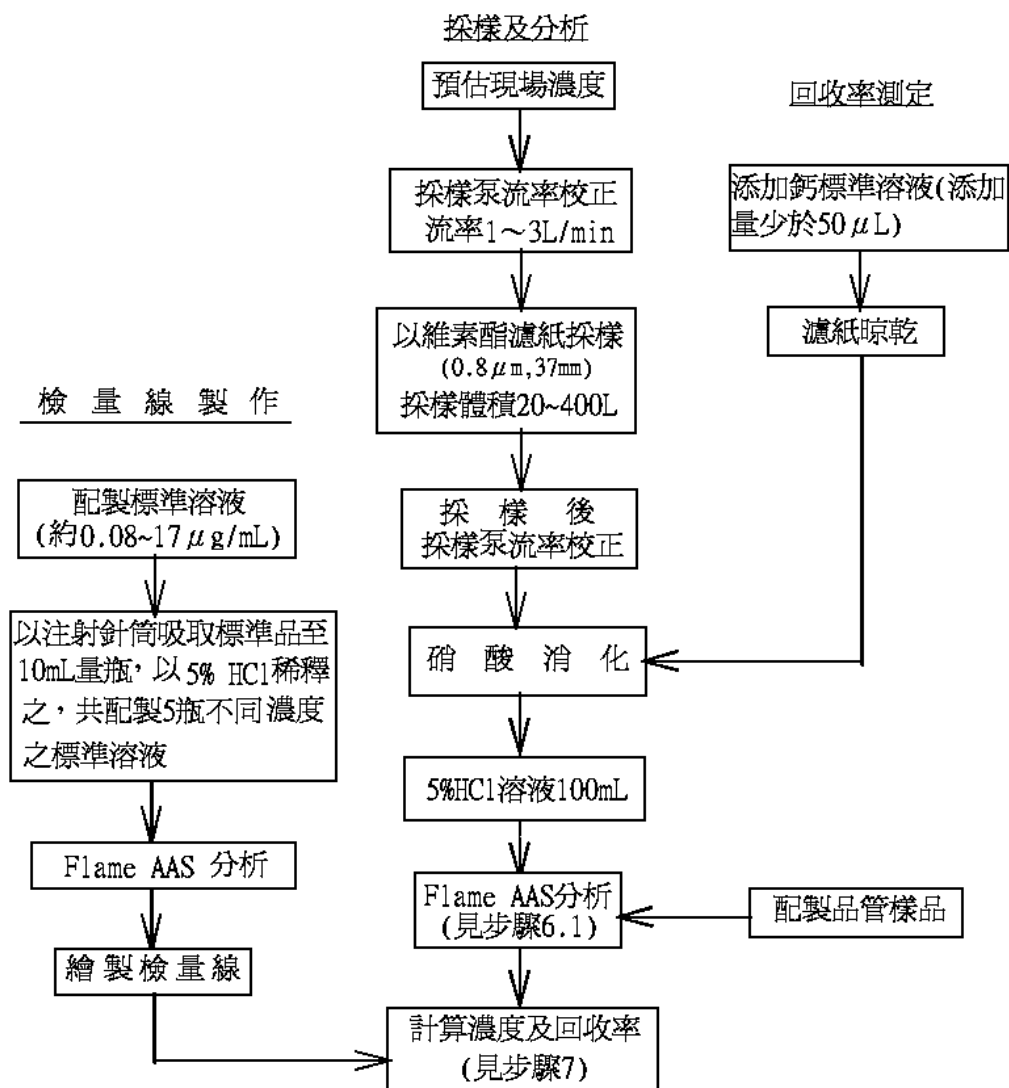
[6] Analytical Methods for Atomic Absorption Spectro- photometry, Perkin-Elmer (1976).

[7] User check, UBTL, NIOSH Seq. #3990-Q (unpub-lished,November 29,1983).

[8] 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。

[9] 蔣本基、張怡怡，"作業環境污染物分析方法建立"，臺大慶齡中心計畫編號78-S-23,民國 79 年 2月。

附註一 採樣分析流程圖



附註二 所參考分析方法之主要資料

1.本分析方法是綜合下列S205， P&CAM 173 及 NIOSH 7300 (ICP-AES)等分析方法而成。

2.方法評估

方法 S205是於1975年9月26日公佈。於 85 L空氣樣品，濃度範圍 2.6~10.2 mg/m³，以添加法(將樣品添加於濾紙上)及氧化鈣標準氣膠法方法評估。