

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA2303

錳

Manganese

容許濃度
勞委會：5 mg/M³ (ceiling)
OSHA：5 mg/M³ (ceiling)
NIOSH：1 mg/M³，3mg/M³ (STEL)

ACGIH：5 mg/M³ (dust), 1 mg/M³
基本物性：
固態，質脆銀白色金屬，英氏硬度：5
價位：+2, +3, +4, +6, +7
沸點：2097°C
熔點：1244°C

參考資料：OSHA ID121 8/29/90[1]
分子式：Mn
分子量：54.94 (Mn)

別名：依化合物之不同而不同

CAS No.：7439-36-5
RTECS No.：009275000

採	樣	分	析
採樣介質：纖維素酯濾紙 (0.8 μm) 流 率：1-3 L/min 採樣體積：最小 5 L @ 5 mg/M ³ 最大 200 L 樣品運送：例行性 樣品穩定性：穩定 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		方 法：Flame AAS 分析物：錳 消化：濃硝酸，約140℃ 最終溶液：加 4%(w/v) HNO ₃ 至 25mL 火焰：空氣—乙炔之氧化焰 波長：279.5nm 標準樣品：分析物溶於 4% (w/v) HNO ₃ (酸) 中	
準 確 度 [1]		檢量線範圍：0.1~2 μg/樣品	
範 圍：100~150 μg/樣品 偏 差：極微 總變異係數(CVT)：4.4% 準 確 度：未測定		可量化最低濃度：0.1 μg/mL 分析變異係數(CVa)：0.7%	
適用範圍：若以 100L 空氣樣品，本方法的有效分析範圍是0.1~0.5 mg/M ³ 。本方法為錳元素分析方法，並不能分析特定的錳化合物。分析方法所配製溶液也適用於溶液中錳以外之待測元素的分析。			
干 擾：可利用背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收。磷酸根、過氯酸根、鐵、鎳及鈷的干擾皆可被校正。			

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 稀釋溶液：4% HNO₃。
- 1.4 檢量儲備溶液：1000 μg Mn/mL 市售標準溶液。
- 1.5 經過濾壓縮空氣。
- 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37 mm，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 錳中空陰極管或無電極燈管。
- 2.5 50 mL燒杯，附錶玻璃。
- 2.6 25 mL 量瓶。
- 2.7 5~500 μL 之微量吸管。

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 1~3 L/min，應採集的空氣體積約 5~200 L。

3.3 每張濾紙上的總粉塵塵量不得超過 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 10~50 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，蓋上錶玻璃。試藥空白 (reagent blank) 樣品也從此步驟開始處理。

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，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 加入 1mL 濃硝酸和 1~2 滴濃鹽酸，溶液微微加熱並攪動，以溶解殘餘。

4.2.6 放冷後，用少許去離子水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。將溶液倒入 25mL的量瓶中，以去離子水稀釋至其刻度。

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 $\mu\text{g mg/mL}$ 元素的標準溶液，以4% (w/v) HNO_3 溶液稀釋10倍，即配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的錳溶液作為儲備溶液，儲備溶液儲存於 100 mL 的玻璃瓶中，每週更新。

5.1.3 加已加量的錳儲備溶液於 4% HNO_3 的 25mL量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 0.1~2.0 $\mu\text{g/mL}$ 。
（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，亦即添加已知量的錳於空白濾紙上，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	279.5nm
燈管	錳中空燈管 (HCL 或 EDL)
燈管電流	5 mA
光隙(slit)	0.2 nm
背景校正	D2燈管
火焰	空氣－乙炔之氧化焰
氣體流率	C2H2/Air：2.2/11.7(L/min)

註：以 Varian AA30 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 4%(w/v) HNO₃ 稀硝酸稀釋之並重新測定，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 回收率*

化合物	容許濃度 (mg/M ³)	相當採樣 體 積 (L)	添 加 量 (μ g)	平 均 回 收 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
錳	5	20-100	10-50	98.9	0.7

* 採樣濾紙為 Gelman GN-4批號0021603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)

C_s：樣品濃度 (μ g/mL)

C_b：平均空白樣品濃度 (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

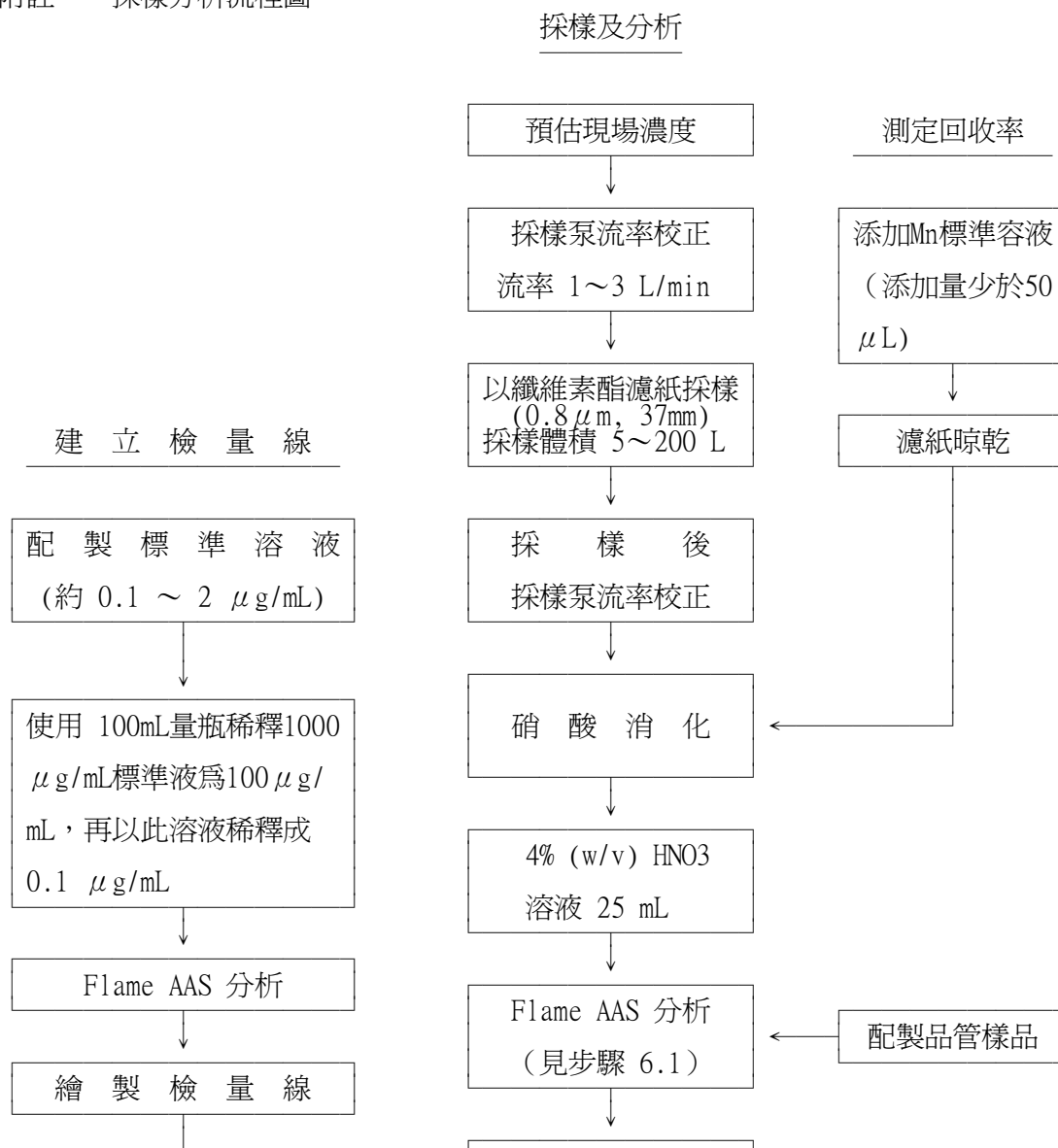
	測 試 1 *	測 試 2 *
儀器	Flame AAS (PE 5100)	Flame AAS (PE 5100)
平均回收率	98.9 %	96.3 %
CVa	1.0 %	1.5 %

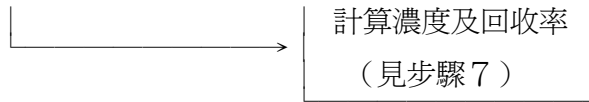
* 採樣濾紙為 SKC 批號 0031304, 0.8 μ m, 37mm 纖維素酯濾紙。

9. 文獻

- [1] "Method for the Analysis of Metal Particulates in Workplace Atmospheres by Atomic Spectrophotometry" Method ID-121. Inorganic Section, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, Utah, 1990.
- [2] "The Determination of Atomic Absorption Detection Limits by Direct Measurement", Atomic Absorption Newsletter, Vol. 2, No. 2, (1972).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., Val. 5, P&CAM 173, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 74-141, 1979.
- [4] Ibid, V, 2, S5 (Manganese), U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 74-157-B, 1977.
- [5] Atomic Absorption Methods Manual, Instrumentation Laboratory Inc., Wilmington, MA, December, 1975.
- [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





附註二 所參考分析方法之主要數據

本分析方法是參照 OSHA ID121 分析方法而成。