

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

3007

氧化鐵

Iron Oxide

容許濃度

勞委會：10 mg/M³

OSHA：10 mg/M³

NIOSH：5 mg/M³

ACGIH：5 mg/M³

基本物性：

固態：密度5.24g/mL，軟金屬 (Fe₂O₃)

熔點：1565°C

參考資料：OSHA 366 11/26/76[1]

分子式：FeO, Fe₃O₄

分子量：72(FeO), 232(Fe₃O₄)

CAS No.：1309-37-1

| 採 | 樣 | 分 | 析 |
|--|---|---|---|
| 採樣介質：纖維素酯濾紙 (0.8 μm) 流率：1-1.5 L/min 採樣體積：150 -480 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：鐵 (Fe) 消化：3mL 濃鹽酸 1mL 35% H2O2, 3mL 濃硝酸，140°C 最終溶液：25mL之 5% (HNO ₃) 火焰：空氣—乙炔之氧化焰 波長：248.3nm 標準樣品：分析物溶於5%(HNO ₃) 中 | |
| 準確度 [1] | | 檢量線範圍：7~120 μg/mL 可量化最低濃度：7 μg/mL 分析變異係數(CVa)：1.0% | |
| 範圍：3.9~18.2 mg/M ³ 偏差：極微 總變異係數 (CV _T)：6.7% 準確度：未測定 | | | |
| 適用範圍：對145L空氣樣品，本方法的有效分析範圍是 3.87-18.19 mg/M ³ 。(溫度23°C，大氣壓力 760mm Hg)。本方法估計的範圍可達到 1.3-35.7 mg/M ³ 。 | | | |
| 干擾：本方法分析氧化鐵中之鐵元素，但氧化鐵之外的含鐵物質會對本方法造成正偏差，採樣時若有這些干擾的疑慮應加以記錄。 | | | |

1. 試藥

- 1.1 濃硝酸：65% HNO₃
- 1.2 濃鹽酸：37% HCl
- 1.3 雙氧水：35% H₂O₂
- 1.4 5% (w/v) 硝酸：以 65% 濃硝酸以去離子水配製至 1L。
- 1.5 檢量儲備溶液:1000 μg Fe/mL 市售標準溶液。
- 1.6 經過濾之空氣。
- 1.7 乙炔。
- 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 1500 mL/min。
- 2.3 原子吸收光譜儀：採用空氣—乙炔之燃燒頭。
- 2.4 鐵中空陰極管或無電極燈管
- 2.5 50mL燒杯，附錶玻璃。
- 2.6 25, 100 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。採樣泵流率為 1~1.5 L/min，應採集的空氣體積約 150~480 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 0.375~1.5 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 各自加入 3mL 濃鹽酸及 1mL 35% 之 H₂O₂，蓋上錶玻璃。同時執行試藥空白 (reagent blank) 試驗。
 - 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 5 mL 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 5% HNO₃ 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 25mL 的量瓶中，以 5%HNO₃溶液稀釋至其刻度。(用少許 5% HNO₃ 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 μg Fe/mL 元素的標準溶液，以5% HNO₃溶液稀釋10倍，即配成 100 μg/mL 的鐵溶液，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 加已加量的儲備溶液於盛有 5% HNO₃ 的 25 mL量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 7~120 μg/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，亦即添加已知量的鐵於空白濾紙上，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，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 | |

| | |
|----------|----------------------------|
| 燈管 | 鐵中空陰極管 (HCL) 或無電極放電管 (EDL) |
| 燈管電流 | 20 mA/W |
| 光隙(slit) | 0.2 nm |
| 背景校正 | Zeeman |
| 火焰 | 空氣 / 乙炔：氧化焰 |
| 氣體流率 | |
| 空氣 | 8.7 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 5% 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*

| 化合物 | 容許濃度 (ppm) | 添加量 (mg) | 回收率 (%) | 分析變異 係數CVa (%) |
|-----|---------------|-------------|------------|----------------------|
| Fe | 10 | 0.375~1.50 | 100.2 | 1.0 |

* 採樣濾紙為 Gelman GN-4 纖維素酯濾紙。

7. 計算

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b) \times 304 (\text{FeO}, \text{Fe}_3\text{O}_4)}{V \times 224 (4\text{Fe})}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/M³)

V：採集氣體體積 (L)

C_s：樣品中鐵的濃度 (μg/mL)

C_b：平均空白樣品中鐵的濃度 (μg/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

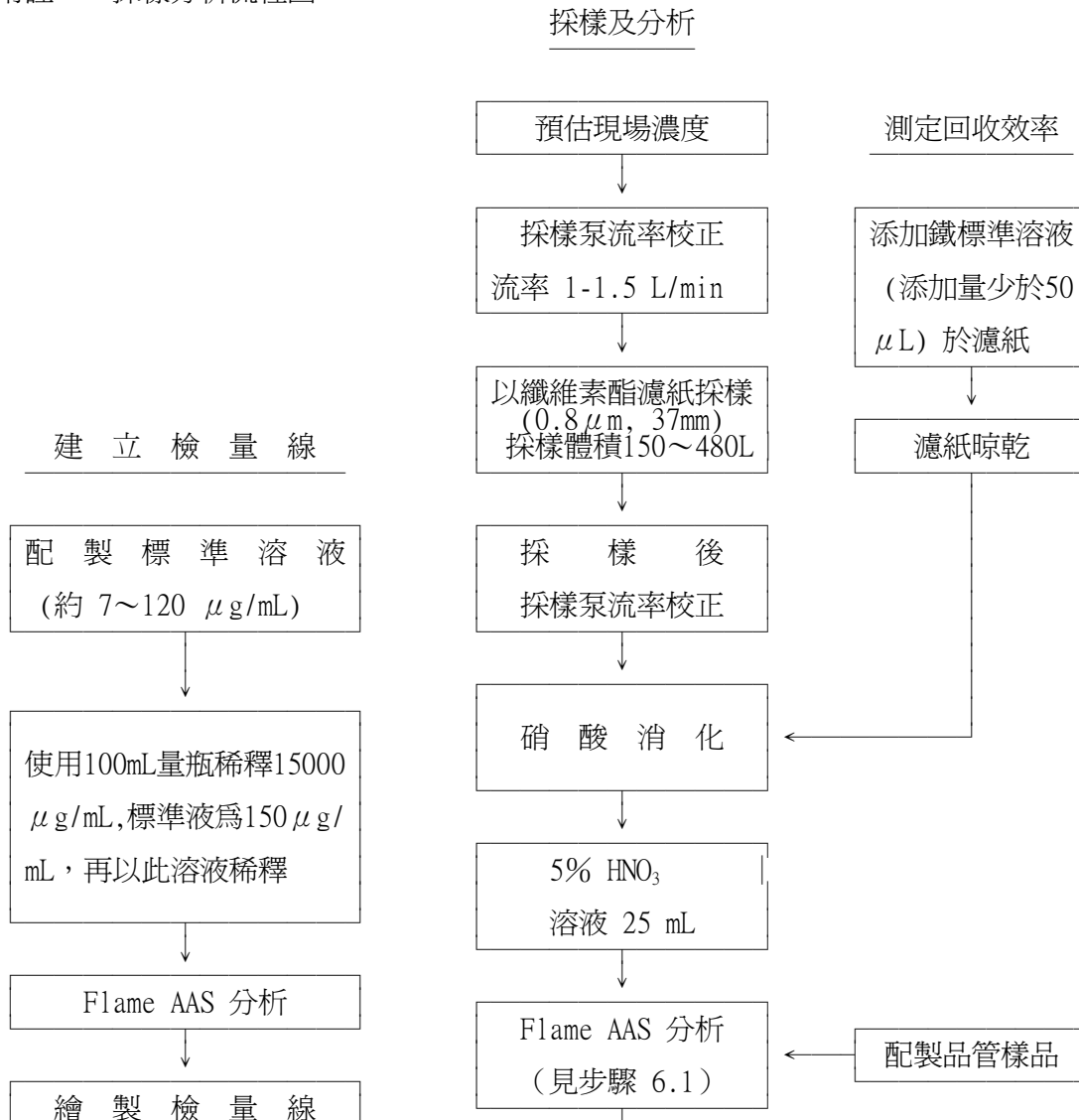
| | 測 試 1 * | 測 試 2 * |
|----------|---------------------|---------------------|
| 儀器 | Flame AAS (PE 5100) | Flame AAS (PE 5100) |
| 溫度 (°C) | | |
| 波長 | 248.3 nm | 248.3 nm |
| 燈管 | HCL 或 EDL | HCL 或 EDL |
| 燈管電流 | 20 mA/W | 20 mA/W |
| 光隙(slit) | 0.2 nm | 0.2 nm |
| 背景校正 | Zeeman | Zeeman |

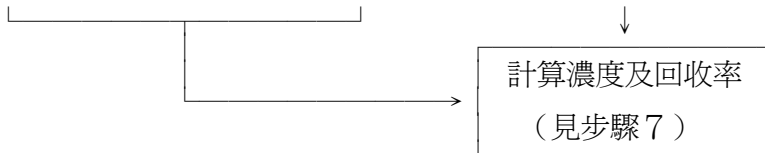
| | | |
|------------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 火焰 氣體 助燃劑 乙炔 流率(L/min) | 空氣-乙炔，氧化焰 8.7 1.5 | 空氣-乙炔，氧化焰 8.7 1.5 |
| 平均回收率 | 95.4 % | 96.5 % |
| CVa | 1.3 % | 1.6 % |

9. 文獻

- [1] OSHA Analytical Method 366, Salt Lake City Laboratory, 1976.
- [2] Analytical Methods for Flame Spectrophotometry, Varian Associates, 1972.
- [3] Methods for Emission Spectrochemical Analysis, ASTM Committee E-2, Philadelphia, 1971.
- [4] Documentation of NIOSH Validation Tests, Contract No. CDC-99-74.45, 1974.
- [5] Backup Data Report for Iron Oxide Fume, prepared under NIOSH Contract No. 210-76-0123, 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





附註二 所參考分析方法之主要數據

本分析方法是參照 OSHA 366 分析方法而成。

式儀器分析條件：

方法：Flame AAs

分析物：三氧化二鐵 (Fe_2O_3)

消化：濃HCl，濃 HNO_3

最終溶液：加 5% HNO_3 至25mL

火焰：空氣—乙炔之氧化焰

波長：248.3nm

標準樣品：分析物溶於 5% (HNO_3) 中

分析變異係數 (CVa)：6.7%