

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA5021

碘

Iodine

容許濃度

勞委會：0.1 ppm (ceiling)

OSHA：0.1 ppm (ceiling)

NIOSH：0.1 ppm (ceiling, Group I 殺蟲劑)

ACGIH：0.1 ppm (ceiling)

(1 ppm = 10.38 mg/M³)

基本物性：

固態：密度4.93g/mL @25°C

沸點：185.2°C

熔點：113.6°C

蒸氣壓：0.04kPa(0.305mmHg, 395ppm) @25°C

參考資料：NIOSH 6005 8/15/94[1]

分子式：I₂

分子量：253.81

CAS No.：7553-56-2

RTECS No.：NN 1575000

採	樣	分	析
採樣介質：活性碳管(鹼處理之活性碳，100 mg/50mg)		方 法：IC/ECD	
流 率：500-1000 mL/min		分析物：碘	
採樣體積：最小 15 L (0.05ppm)		注射量：50 μ L	
樣品運送：例行性		管柱：Dionex HPIC NG-1,4mm× 5cm保護管	
樣品穩定性：8天@室溫		AG-5,4mm× 5cm預分離管	
現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上		AS-5,4mm× 20cm分離管	
		AMMS抑制管	
		流洗液：含3.4mM Na ₂ CO ₃ ，4.3mM NaHCO ₃ 和0.8mM p-cyanophenol；1.5mL/min	
		再生液：0.005M H ₂ SO ₄	
準 確 度 [1]		計量範圍：10 μ s	
範圍：0.74~2.1mg/M ³ [15L空氣樣品]		標準樣品：KI溶液	
偏差：5.7%		檢量線範圍：0.6-24 μ g I ₂ /mL	
總變異係數 (CV _T)：8.5 %		可量化最低濃度：0.6 μ g I ₂ /mL	
準確度：22.4 %		分析變異係數(CV _a)：0.8%	

適用範圍：15L之空氣樣品，其有效分析濃度範圍為0.05~5ppm (0.5~50mg/M³)。

干 擾：粒狀碘鹽，HI或有機碘化物可引起正干擾，但此類干擾物是否會採集到採樣介質上，則尚未研究。碘酸鹽 (Iodate)、其他鹵化物、硝酸鹽、磷酸鹽、硫酸鹽不會有干擾。

安全衛生注意事項：碘對眼睛及呼吸系統有強刺激性，對皮膚亦輕微刺激性[7]。

1. 試藥

- 1.1 去離子蒸餾水，並以 0.45 μ m 濾膜過濾，比導電度值 $\leq$ 10 μ s/cm。
- 1.2 Na₂CO₃，試藥級。
- 1.3 NaHCO₃，試藥級。
- 1.4 p-cyanophenol，試藥級。
- 1.5 KI，試藥級。
- 1.6 I₂，試藥級。
- 1.7 甲苯，以玻璃容器二次蒸餾後使用。
- 1.8 流洗液：溶解 0.7208g Na₂CO₃，0.7224g NaHCO₃ 和 0.1904g p-cyanophenol於 2L (步驟1.1) 之去離子水。
(相當於3.4mM Na₂CO₃，4.3mM NaHCO₃，0.8mM p-cyanophenol)
- 1.9 再生液：0.005M H₂SO₄，溶解 1.1mL 濃硫酸於 4L (步驟1.1) 之去離子水。

2. 設備

- 2.1 採集設備：鹼處理之活性碳管 100 mg/ 50 mg，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 500~1000 mL/min。

- 2.3 離子層析儀：備有電導度偵檢器 (ECD) 、積分器，以及管柱。
- 2.4 10 mL 玻璃小瓶，備有聚四氟乙烯 (PTFE) 內襯的蓋子。
- 2.5 0.05~3 mL 定量吸管和吸球。
- 2.6 5 μ L 之微量針筒。
- 2.7 10 mL PE材質之吸管。
- 2.8 10, 50, 100 mL量瓶。
- 2.9 超音波振盪器。
- 2.10 PE瓶，100mL。
3. 採樣
 - 3.1 個人採樣泵連結經鹼處理之活性碳管，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 500~1000 mL/min 。
 - 3.3 密封採樣介質。
4. 脫附效率測定與樣品前處理
 - 4.1 脫附效率
 - 4.1.1 見通則之脫附效率。
 - 4.1.2 配製標準脫附溶液，50 μ g I₂/ μ L。溶解 500 mg I₂於甲苯中，使最後體積為 10mL。
 - 4.1.3 將活性碳管兩端切開，倒出後段的活性碳，丟棄之。
 - 4.1.4 以微量注射器取適量的分析物，直接注入前段的活性碳上，添加量每樣品約為15.6~62.4 μ g。
 - 4.1.5 以塑膠蓋封管，並以石蠟薄膜 (parafilm) 加封，靜置過夜。
 - 4.1.6 以脫附劑脫附後，與標準品一起進行分析。
 - 4.2 樣品前處理
 - 4.2.1 打開活性碳管塑膠蓋，將斷口切開，使開口與管徑同大，前端之玻璃綿拿出丟棄，前段之活性碳倒入 10mL 的玻璃小瓶中。取出分隔之聚甲醯胺甲酯 (PU) 泡綿，後段之活性碳倒入另一個 10mL 的玻璃小瓶。
 - 4.2.2 每一玻璃小瓶中，加入脫附劑 5 mL，立即蓋上瓶蓋。
 - 4.2.3 於室溫將樣品置於超音波振盪器，振盪三分鐘使脫附。
 - 4.2.4 將樣品萃取液以 5mL PE製注射筒通過樣品過濾器 (備25mm PEF膜片) 過濾之，以免系統阻塞。
 - 4.2.5 取足量的樣品注入 IC分析。
5. 檢量線製作與品管
 - 5.1 檢量線製作
 - 5.1.1 配製檢量線標準儲備溶液，1000 μ g I₂/mL。溶解 0.1308g KI 於 100 mL 去離子蒸餾水中。
 - 5.1.2 取適量之標準品置於 10 mL量瓶中，以流洗液稀釋至刻度。儲存於 PE瓶中，每週配製標準樣品。所建立檢量線濃度範圍約為 0.5~20 μ g I₂/mL (相當於 0.6 ~ 24 μ g I₂/mL) 。
 - (註：至少應配製 5 種不同濃度，以建立檢量線。)
 - 5.1.3 將樣品與空白樣品一起分析。
 - 5.1.4 以波峰面積 (或高度) 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。
6. 儀器分析
 - 6.1 儀器分析條件

儀器	IC/ECD
管柱	Dionex HPIC NG-1,4mm× 5cm 保護管 AG-5,4mm× 5cm 預分離管 AS-5,4mm× 20cm 分離管 AMMS 抑制管
流洗液	3.4mM Na ₂ CO ₃ ; 4.3mM NaHCO ₃ ; 0.8mM p-cyanophenol
流率 (mL/min)	1.5mL/min
再生液	0.005mM H ₂ SO ₄
計量範圍	10 μs

註：以Dionex 4000i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 大約滯留時間 (retention time)

化 合 物	滯留時間 (分鐘)
I2	6.2

6.3 脫附效率*

化合物	容許濃度** (ppm)	相當採樣 體 積 (L)	脫附濃度 (mg/mL)	平均脫附 效 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
碘	0.1	150-600	15-60	98.7	0.8

* 採樣介質為SKC NO 226-67 活性碳管。

6.4 注射樣品進入離子層析儀。

6.5 以電子積分器或其他適當方法計算面積 (或高度) 計算方法，分析結果自檢量線上求出。

7. 計算

$$C = \frac{1.2 (W_f - B_f + W_b - B_b) \times 10^3}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/M³)

V：採集氣體體積 (L)

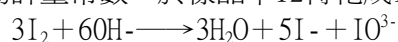
W_f：前段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

W_b：後段活性碳管所含分析物之質量 (mg)

B_f：現場空白樣品前段的算術平均質量 (mg)

B_b：現場空白樣品後段的算術平均質量 (mg)

1.2為計量常數，於樣品中I₂轉化成I⁻而來，反應式如下：



註：如(W_b)(W_f/10)表破出，樣品可能有損失。

8. 方法驗證

	測 試 1	測 試 2
儀 器	IC/ECD (Dionox 4000)	IC/ECD (Dionex 2000i)
分析條件 管柱 預分離管 分離管 抑制管	HPIC AG-5 HPIC AS-5 HPIC AMMS	HPIC AG-5 HPIC AS-5 HPIC AMMS II
流洗液	4.3 mM NaHCO ₃ / 3.4 mM Na ₂ CO ₃ / 0.8 mM p-cyanophenol	4.3 mM NaHCO ₃ / 3.4 mM Na ₂ CO ₃ / 0.8 mM p-cyanophenol
流 率	2.0 mL/min	1.5 mL/min
計量範圍	10 μs	10 μs
平均脫附效率	100.1%	97.6%
CVa	2.5%	1.9%

9. 文獻

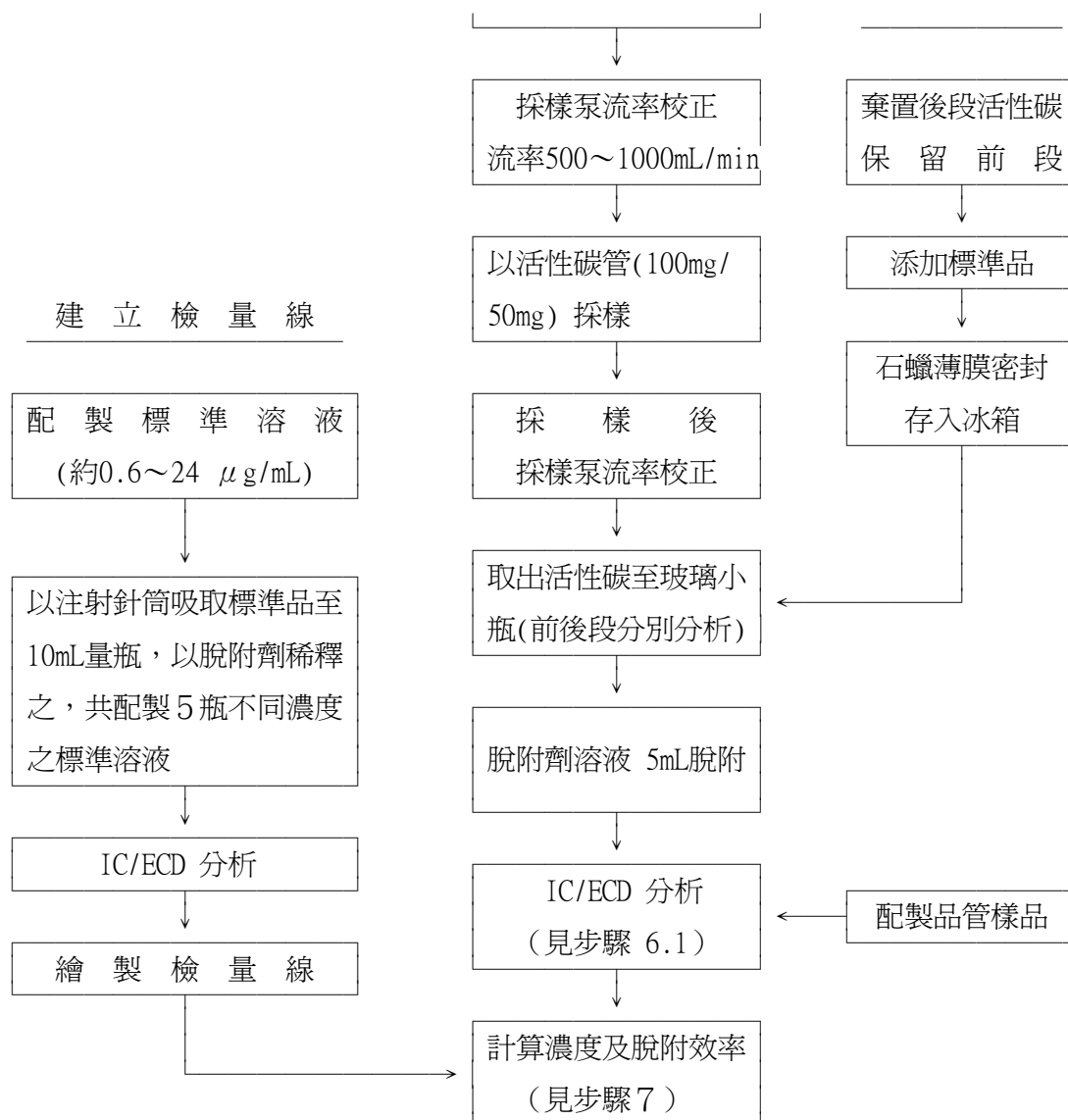
- [1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 6005, 1994.
- [2] “勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準”，行政院勞工委員會，民國84年6月。
- [3] Criteria for a Recommended Standard.. Occupational Exposure During the Manufacture and Formulation of Pesticides, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-174 1978, available as PB81-227001 from NTIS, Springfield, VA 22161, 1978.
- [4] Dillon H. K., M.L. Bryant and W. K. Fowler. Methods Development for Sampling and Analysis of Chlorine, Chlorine Dioxide, Bromine and Iodine: Research Report for Iodine, Contract 210-80-0067, Southern Research Institute, Birmingham, AL, available as PB83-246595 from NTIS, Springfield, VA 22161, 1980.
- [5] The Determination of Iodide by Ion Chromatography, Application Note 37, Dioex corporation, Sunyvale, CA, 1982.
- [6] Han, K., W. F. Koch and K. W. Pratt. Improved Procedure for the Determination of Iodide by Ion Chromatography with Electrochemical Detection, Anal. Chem. 59, 731-736, 1987.
- [7] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123, 1981.
- [8] Kim, W. S., J. D. McGlothlin and R. E. Kupel. Sampling and Analysis of Iodine in the Industrial Atmosphere, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 43. 187-190, 1981.

附註一 採樣分析流程圖

採樣及分析

預估現場濃度

測定脫附效率



附註二 所參考分析方法之主要數據

本分析方法是參照 NIOSH 6005分析方法而成。

1. 儀器分析條件：

方 法：IC

注射量：100 μ L

管 注：AS 3 陰離子分析管柱，快速分析；

AG 3 陰離子預分離管柱，快速分析；

陰離子抑制管（串聯）；

ASC-2 (6mm ID $\times$ 250mm)；

ASC-1 (6mm ID $\times$ 75mm)

流洗液：10mM Na_2CO_3

流 率：3 mL/min

標準樣品：標準KI溶液

測試範圍：0.008~0.2 mg I₂/樣品

分析變異係數 (CVa)：7.1% @ 0.01~0.03mg I₂/樣品

2. 方法評估

本方法是依據Kim及其同僚們[8]所發展的方法而來，曾在 Southern Research Institute [4] 作方法評估，經精心編纂而成。本方法曾評估於 15L 空氣樣品中，iodine含量範圍在 0.74~2.11mg/M³，依統計任意取樣方

式，得到分析變異係數為 6.2%，吸附管前段 100mg 活性碳之容量至少有 6mg 碘蒸氣。包含抽氣泵偏差在內之總變異係數 CV_T 為 8.5%。於三種不同濃度，每個濃度 6 個樣品，共 18 個樣品之分析，平均回收率為 90.8%。若以脫附效率校正後（依 0.0088g~0.03 mg I₂/樣品，脫附效率為 96.2%），則回收率為 94.3%，此表示偏差不顯著。樣品保存於室溫下 8 天，仍然穩定，其回收率可達 101.6%。若樣品在第一天就分析，其精密度偏差為 10.3%。