

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA2202

鈹

Beryllium

勞委會：2 μ g/M³ (瘤)
 OSHA：2 μ g/M³；5 μ g/M³
 NIOSH：0.5 μ g/M³ [2]
 ACGIH：2 μ g/M³ (疑似致癌物)
 基本物性：
 固態、硬、輕金屬，密度：1.85 g/M³
 熔點：1284~1300 °C
 價位：+2 (鹽類)

參考資料：NIOSH 7102 (8/15/94) [1]
 分元素：Be
 原子量：9.01
 別名：依化合物之不同而不同
 CAS No.：7440-41-7
 RTECS No.：DS1750000

採	樣	分	析
採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8 μ m) 流率：1-4 L/min 採樣體積—最小25 L @ 2.00 μ g/M ³ —最大1000 L 樣品運送：例行性 樣品穩定性：穩定 現場空白樣品：樣品數的10%或二個以上。		方法：Graphite Furnance-AA (石墨爐式AA) 分析元素：鈹 消 化：(1/1) HNO ₃ , 6 mL , 140°C 最終溶液：0.2% HNO ₃ , 10 mL 石 墨 爐 溫 度：150°C 乾燥 800°C 灰化 2500°C 原子化	
準 確 度[3]		注射體積：20 μ L	
範圍：2.7~11.8 μ g/M ³ (40L樣品) 誤差：0.39% 總變異係數(CVT)：6.4% 準確度：12.42%		波 長：234.9 nm 背景校正：Zeeman或 D2 燈管 標準溶液：Be ²⁺ 溶液 0.2% HNO ₃ 檢量線範圍：0.5 ng/mL - 10 ng/mL 可量化最低濃度：0.5 ng/mL 分析變異係數(CVa)：0.7%	

適用範圍：對 90L 的氣體，本方法的有效分析範圍是 0.5~10.0 μ g/M³。本方法是元素分析方法，並不能分析特定的鈹化合物。分析方法所配製溶液也適用於溶液中含鈹之待測化合物的分析。

干 擾：可利用 Zeeman 背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收。過氯酸，磷酸，氫氟酸產生的非原子吸收，可利用加熱至乾方式去除干擾加以校正。

安全衛生注意事項：鈹於危險物及有害物通識規則 屬第六類6.1組毒性物質和第四類4.1組易燃固體。

1. 試藥：

- 1.1 1：1(v/v) 硝酸：於 50mL 的去離子水中，加入 100 mL 的 65% 濃硝酸，以去離子水稀釋至 200 mL。
- 1.2 0.2% (w/v) 硝酸：於 200 mL 的去離子水中，加入 1.6 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 μ /mL標準溶液。
- 1.5 氫氣。
- 1.6 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 μ m，濾紙直徑 37mm。
- 2.2 個人採樣泵流率：1~4 L/min。

2.3 原子吸收光光譜儀：採用石墨式附Zeeman背景校正。

2.4 鉍中空陰極管(hollow cathode lamp, HCL)。

2.5 50mL 燒杯，附有錶玻璃。

2.6 量瓶(volumetric flask)：10mL 及 50mL 。

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 mL/min。
，應採集的空氣體積約 25 ~ 1000 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 ~ 40 ng。

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，取出樣品及空白樣品，放至乾淨的燒杯中。

4.2.2 加入約 5 mL 1:1 硝酸及 1 mL 濃度30% 之H₂O₂，蓋上錶玻璃。試藥空白(reagent blank) 試驗也從此步驟開始。

4.2.3 置於加熱板上加熱至溶液沸騰。

4.2.4 待溶液蒸發近乾，加入約 5 mL 1:1 硝酸和 1 mL 之 30% H₂O₂，重覆
步驟 4.3 兩次以上。（註：避免溶液蒸乾，消化過程在氣櫃中進行）。

4.2.5 5mL 0.2% 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10mL的量瓶中，以0.2 % HNO₃溶液稀釋至其
刻度。（用少許0.2 % HNO₃ 溶液沖洗燒杯壁以避免燒杯中的待
測元素漏失，再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 μ g Be/mL元素的標準溶液，以 1%HNO₃溶液稀釋1000
倍，即配成1 μ g/mL 的 Be 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 加已知量的 Be 溶液於盛有 0.2%HNO₃ 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 0.5 ng/mL ~ 10 ng/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
。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

儀 器	：GFAAS-Zeeman		
波 長	：234.9 nm		
燈 管	：鈹中空陰極管		
燈管電流	：30 mA		
光柵(slit)	：0.7 nm		
背景校正	：Zeeman		
注射體積	：20 μ L		
積分時間	：5 秒		
Tube Site	：platform		
石墨爐溫度：溫度(°C)	ramp(秒)	hold(秒)	氣體流率(ml/sec)
150	15	45	300
800	10	30	300
20(室溫)	1	15	300
2500	0	5	0
2600	1	5	300
基質修飾劑(matrix modifier)：否			
靈敏度測試(sensitivity check)：2 μ g/L；波峰面積(peak area)：0.098			
波峰高度(peak height)：0.095			

以Perkin-Elmer 5100為例，亦可使用其它廠牌同級之儀器，但分析條件另訂之。

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 0.2% 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 (μ g/M ³)	相當採樣 體 積 (L)	添 加 量 (ng)	平均回收 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
鈹	2	250~1000	16~40	102.5%	0.7%

* 採樣濾紙為SKC批號9121201纖維素酯濾紙。

7. 計算

$$C = \frac{CsVs - CbVb}{V}$$

C：空氣中有害物濃度(μ g/M³)

V：採集氣體體積(L)

Cs：樣品濃度(μ g/mL)

Cb：平均空白樣品濃度(μ g/mL)

Vs：樣品溶液體積（mL）
Vb：空白樣品溶液體積（mL）

8. 方法驗證

儀 器	GFAAS (PE5100)
分析條件	
波長	234.9
燈管	鉍中空陰極管
燈管電流	30mA
光隙(slit)	0.7nm
背景校正	Zeeman
注射體積	20 μ L
積分時間	5 秒
Tube Site	platform

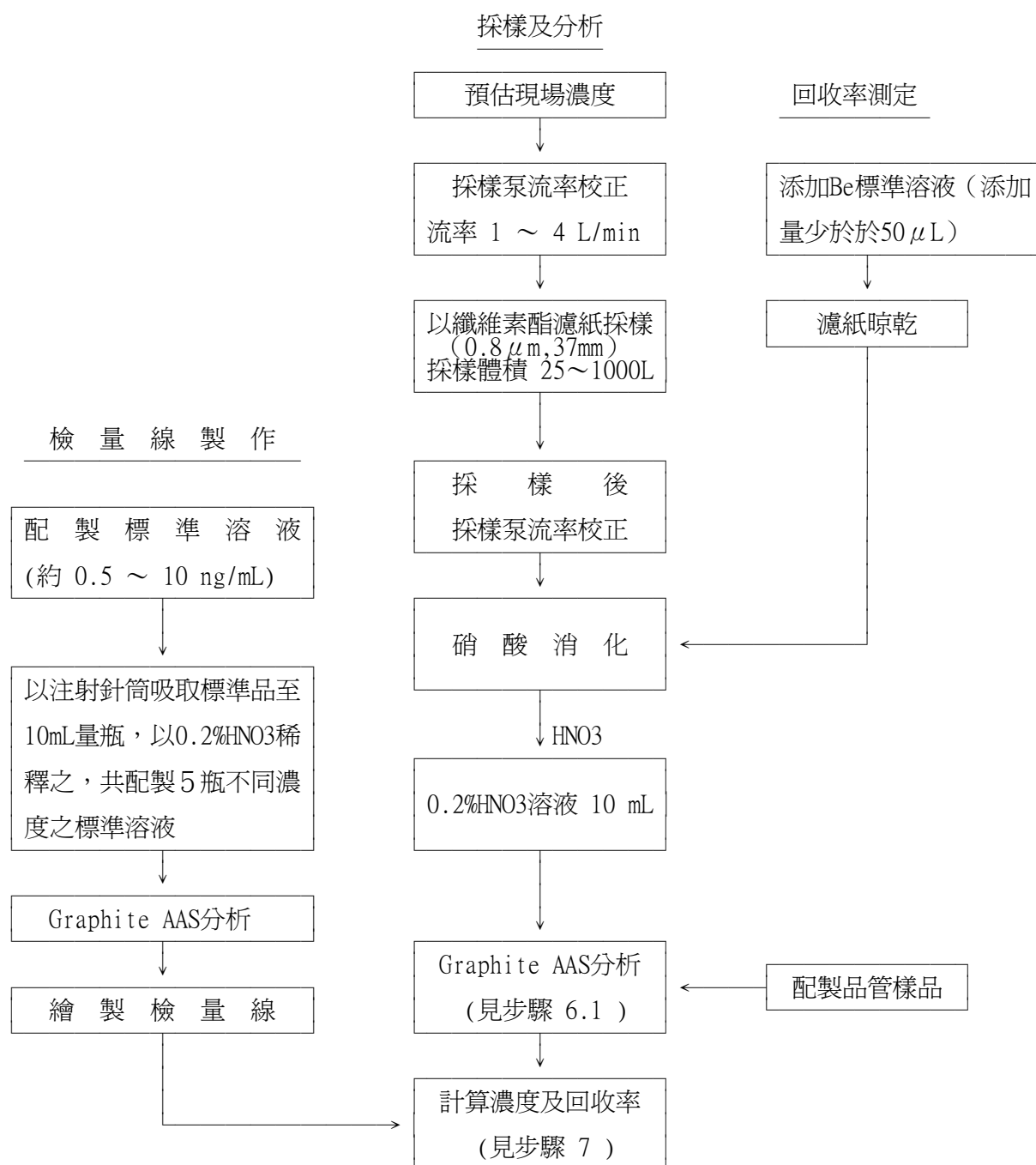
石墨爐溫度：溫度（℃）	ramp(秒)	hold(秒)	氣體流率(mL/sec)
150	15	45	300
800	30	30	300
20	15	15	300
2500	5	5	0 (read)
2600	5	5	300

添 加 量 (ng)	平均脫附效率(%)	平均分析變異係數 (%)
10-40	99.7	6.2

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7102, 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 Beryllium, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 72-10268 (1972); and as revised in August, 1977 in NIOSH testimony at OSHA hearing.
- [4] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S339, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [5] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 5, P&CAM 288, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 79-141 (1979).
- [6] Ibid., V.3,S339, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [7] Analytical Methods for Atomic Adsorption Spectrophotometry, Perkin-Elmer (1990).
- [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] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazard,

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. 本方法是參考NIOSM 7102方法而成，而NIOSH 7102方法係綜合下列諸方法：
P& CAM 288 [3] 各 S339 [4] 所建立
2. 儀器分析條件

方 法：GFAAS
消 化：HNO₃, 10mL, H₂SO₄, 1mL
最終溶液：2% Na₂ SO₄, 3% H₂SO₄; 10mL

石墨爐溫度： 110°C 乾燥 20 sec
 900°C 灰化 20 sec
 2800°C 原子化 10 sec
注射體積 ：10 μ L
波 長：234.9 nm
背景校正 ：D2連續光譜
檢量線範圍：0.05~1 μ g/樣品
偵測極限 ：0.005 μ g/mL
分析變異係數 CVa：0.8% [3]

3. 方法評估

本方法經由NIST Standard Reference Material No.2675所驗證。其方法是每在張濾紙上含有 0.1-0.4 μ g 的 Be（相當於 OSHA 0.5-2 倍的 PEL）測定回收率為 98.2%，分析變異係數為 0.8%。而本方法經由 NIOSH S339 [4] 的修改後方法的認證是對濃度 2.68-11.84 μ g/M³ 的 Be，採樣 40L，其回收率為 106.9%，總變異係數 CVT 是 6.4%。而 (Flame Atomic Absorption)和Plasma Emission (ICP-AES)，兩種方法的靈敏度較差，不適用於鉍的偵測。