

| 鈹  |   | Beryllium  |   |
|--|---|--|---|
| 勞委會：2 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ (瘤)<br>OSHA：2 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ ; 5 $\mu\text{g}/\text{M}^3$<br>NIOSH：0.5 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ [2]<br>ACGIH：2 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ (疑似致癌物)<br>基本物性：<br>固態、硬、輕金屬，密度：1.85 $\text{g}/\text{M}^3$<br>熔點：1284~1300 $^{\circ}\text{C}$<br>價位：+2 (鹽類) |   | 參考資料：NIOSH 7102 (8/15/94) [1]<br>分元素：Be<br>原子量：9.01<br>別名：依化合物之不同而不同<br>CAS No.：7440-41-7<br>RTECS No.：DS1750000   |   |
| 採  | 樣 | 分  | 析 |
| 採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8 $\mu\text{m}$ )<br>流率：1-4 L/min<br>採樣體積—最小25 L @ 2.00 $\mu\text{g}/\text{M}^3$<br>—最大1000 L<br>樣品運送：例行性<br>樣品穩定性：穩定<br>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)<br>分析元素：鈹<br>消 化：(1/1) $\text{HNO}_3$ , 6 mL , 140 $^{\circ}\text{C}$<br>最終溶液：0.2% $\text{HNO}_3$ , 10 mL<br>石 墨 爐<br>溫 度：150 $^{\circ}\text{C}$ 乾燥<br>800 $^{\circ}\text{C}$ 灰化<br>2500 $^{\circ}\text{C}$ 原子化 |   |
| 準 確 度 [3]  |   | 注射體積：20 $\mu\text{L}$  |   |
| 範圍：2.7~11.8 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ (40L樣品)<br>誤差：0.39%<br>總變異係數(CVT)：6.4%<br>準確度：12.42%  |   | 波 長：234.9 nm<br>背景校正：Zeeman或 D2 燈管<br>標準溶液：Be <sup>2+</sup> 溶液 0.2% $\text{HNO}_3$<br>檢量線範圍：0.5 ng/mL - 10 ng/mL<br>可量化最低濃度：0.5 ng/mL<br>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 $\mu\text{g}/\text{M}^3$ 。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。過氧酸，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%  $\text{H}_2\text{O}_2$  [w/v])：分析級
- 1.4 檢量儲備溶液：1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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  $\mu\text{m}$ ，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H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，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% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，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% HNO<sub>3</sub>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 % HNO<sub>3</sub>溶液稀釋至其刻度。（用少許0.2 % HNO<sub>3</sub> 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  $\mu$ g Be/mL元素的標準溶液，以 1%HNO<sub>3</sub>溶液稀釋1000 倍，即配成1  $\mu$ 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%HNO<sub>3</sub> 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 $\mu$ 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 $\mu$ g/L ; 波峰面積(peak area) : 0.098<br>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% HNO<sub>3</sub>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<br>( $\mu$ g/M <sup>3</sup> ) | 相當採樣<br>體 積<br>(L) | 添 加 量<br>(ng) | 平均回收<br>率<br>(%) | 分析變異<br>係數 CVa<br>(%) |
|-------|------------------------------------|--------------------|---------------|------------------|-----------------------|
| 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

$$C = \frac{C_s V_s - C_b V_b}{V}$$

C : 空氣中有害物濃度( $\mu$  g/M<sup>3</sup>)

V : 採集氣體體積(L)

C<sub>s</sub> : 樣品濃度 ( $\mu$  g/mL)

C<sub>b</sub> : 平均空白樣品濃度 ( $\mu$  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        | 鍍中空陰極管         |
| 燈管電流      | 30mA           |
| 光隙(slit)  | 0.7nm          |
| 背景校正      | Zeeman         |
| 注射體積      | 20 $\mu$ L     |
| 積分時間      | 5 秒            |
| Tube Site | platform       |

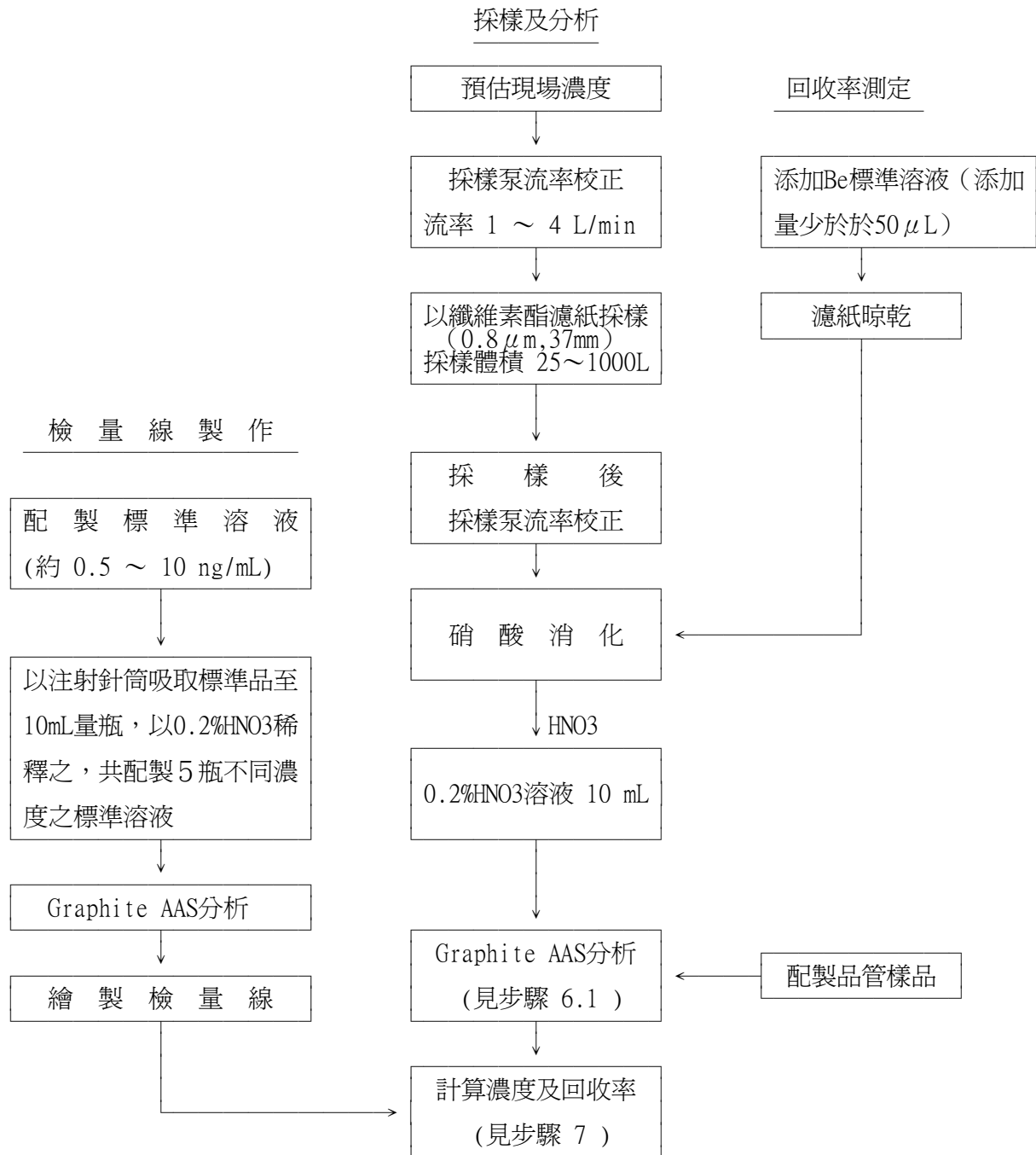
| 石墨爐溫度：溫度 (°C) | ramp(秒) | hold(秒) | 氣體流率(mL/sec) |
|---------------|---------|---------|--------------|
| 150           | 15      | 45      | 300          |
| 800           | 30      | 30      | 300          |
| 20            | 15      | 15      | 300          |
| 2500          | 5       | 5       | 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：HNO<sub>3</sub>, 10mL, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 1mL  
最終溶液：2% Na<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>, 3% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; 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  $\mu$ L  
波          長：234.9 nm  
背景校正    ：D2連續光譜  
檢量線範圍：0.05~1  $\mu$  g/樣品  
偵測極限    ：0.005  $\mu$  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  $\mu$  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  $\mu$ g/M<sup>3</sup> 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，不適用於鈹的偵測。