

勞動部勞動及職業安全衛生研究所標準分析參考方法

2405

二氧化硫

分子式：SO ₂ 分子量：64.06	Sulfur dioxide 參考資料：OSHA ID107 編輯日期：05/01/92
容許濃度標準(TLV) OSHA：5ppm NIOSH：2ppm，5ppm STEL [1,2] ACGIH：2ppm 勞委會：5ppm (1ppm=2.66 mg/m ³)	基本物性： 氣態，密度：2.260g/mL@ 20°C 沸點：-10.0°C 熔點：-75.5°C 蒸氣壓：>101mmHg @ 25°C 760mmHg
別名：二氧化硫依化合物狀態不同而不同；CAS #7446-09-5 (SO ₂)	
採 樣	分 析
採樣介質：Midger Impinger (10 mL of 0.3 N H ₂ O ₂) 採樣流速：0.5~1.5 L/min 採樣量：最小—40 L 最大—200 L 採樣運送：例行性 樣品穩定性：穩定 現場空白樣品：樣品數的 10%	方法：IC 分析元素：硫酸根離子 脫附劑：流洗液 最終溶液：10mL 注射量：50 μL 管 柱：(1)分離管柱 HPIC-AS4A (2)抑制管柱 AMMS-1
準 確 度	流洗液：1.8mM Na ₂ CO ₃ /1.7mM NaHCO ₃
範圍：未測定 偏差：不顯著[1,2,3]	流 速：2.0 mL/min 偵測器：電導度偵測器

全精密度偏差(CV _T)：未評估	計量範圍：100μS full scale 1v 記錄器：Attenuation 1024 印表速度：0.5cm/min 標準樣品：Na ₂ SO ₄ 溶於流洗液中 範圍：10~170μg SO ₄ /mL 方法偵測極限：2μg/樣品 [2] 分析精密度偏差(CV ₁)：0.022
適用範圍：針對 100L 空氣樣品，適用濃度範圍為 0.5~20 mg/m ³ ，此方法亦適用於其它無機酸的同時分析。	
干 擾：在空氣中溴化物及亞硫酸鹽的存在將造成正誤差。	
其它方法：本方法是沿革 OSHA ID107 的格式[5]。	

1. 試藥

1.1 檢量儲備溶液(10000 μg/mL SO₄²⁻)：

a.Sulfate：溶解 1.4800 克之硫酸鈉(Na₂SO₄)於 0.1 升的去離子水。

b.Sulfate：溶解 1.575 克(Na₂SO₃)於 0.1 升的 0.5%(W/V)甲醛。

1.2 標準溶液之配製：

以流洗液配製 10~170 μgSO₄²⁻/mL 之標準溶液。稀釋至 4 升,0.2um 濾紙過濾後使用。

1.3 流洗液(1.8mM Na₂CO₃/1.7mM NaHCO₃)：

精確稱取 0.7632g NaCO₃與 0.5712g NaHCO₃以去離子水溶解後稀釋至 4 升，0.2um 濾紙過濾後使用。

1.4 再生液(13mM H₂SO₄)：

精確量取 98%濃 H₂SO₄2.8mL 並以去離子水稀釋至 4 升。

1.5 甲醛 Formaldehyde 0.5% (W/V) 以去離子。

1.6 0.3N 過氧化氫(H₂O₂)：

取 30% H₂O₂17mL 於 1L 的去離子水

2. 設備

2.1 捕集設備：0.3N H₂O₂10 mL 置 impinger 中。

2.2 個人採樣泵流速：0.5~1.5/min。

2.3 離子層析儀：備有電導度偵測器，記錄器以及管柱(含保護管,分離管,抑制管)。

- 2.4 3~5 mL 注射針筒(或自動注射器)。
- 2.5 量瓶(volumetric flask)：10 mL。
- 2.6 微量吸管(Micropipets):50~1000 μ L。

※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 校正個人採樣泵流速：校正時採樣泵連結捕集設備，進行流速校正。
- 3.2 採樣泵的流速調於 0.5~1.5 L/min，以正確且已知流速之採樣泵採樣，總採集空氣量 40~200 L。
- 3.3 每組需有 1~10 個現場的空白樣品。（採樣方法為將裝有濾紙之濾紙匣帶至現場，接上採樣泵，但不抽氣，此濾紙作為空白樣品）。

※模擬採樣：本方法建立之初，為評估方法的可行性，所使用樣品為模擬採樣樣品，其配製法為滴加 100 μ L 已知濃度之亞硫酸鹽的標準溶液於衝擊瓶中。

4. 樣品前處理

- 4.1 樣品注射前以 0.2 μ m 過濾模過濾。

5. 檢量與品管

- 5.1 以 1.8mM Na₂CO₃/1.7mM NaHCO₃溶液配製一系列的標準溶液，濃度範圍是 10~170 μ g SO₄²⁻/mL(由於每個樣品最終溶液體積為 10mL，故此檢量線可測定每個樣品中含 SO₄²⁻量為 5~150 μ g)。
- 5.2 建立檢量線時，至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液測試分析。
- 5.3 將樣品、標準溶液及空白樣品一同分析。
- 5.4 以分析物的波峰面積對分析物的濃度繪製檢量線。
- 5.5 每隔 10 個樣品，測試一次標準品，以檢查儀器的狀況是否穩定。
- 5.6 必要時可使用標準添加法，以為背景校正。

6. 定量

- 6.1 儀器分析方法:離子層析儀的條件如下:

條件

儀器	IC/ECD
管柱	(1)HPIC-AS4A
	(2)AMMS-1
偵測器	電導度偵測器

流洗液	1.8mM Na ₂ CO ₃ /1.7mM NaHCO ₃
流速(mL/min)	2.0
計量範圍(μS)	100
注射量(μL)	50
再生液	13mM H ₂ SO ₄
記錄器	SP 4400 Integrator
印表速度(cm/min)	0.5
Attenuation	1024

6.2 注射樣品進入離子層析儀，使用手動或自動注射進樣。

6.3 記錄標準溶液、樣品及空白樣品的波峰面積。

6.4 樣品波峰過高 (overscall)或空白樣品波峰過小時宜另選其它計量範圍 (OutputRange) 重新定量。

6.5 脫附效率*

化合物	TLV (mg/m ³)	相當採樣量 (L)	脫附濃度 (μg/mL)	脫附效率 (%)	CV ₁ (%)
SO ₃	13	20-80	32.5-130	100.3	2.3

* 依 NIOSH 6004 分析方法，所使用採集介質為纖維素脂濾紙裱敷 KOH，由於 KOH 之裱敷技術對一般工廠之實驗室而言，每批裱敷 KOH 濾紙之品質較無法控制，故在此採 OSHA 衝擊式採集瓶方式來進行添加，並測試其脫附效率。

7. 計算:

7.1 測量所得的吸收面積,以檢量線計算出相對應的濃度(μg/mL)。

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V} \times 667 \text{ mg/m}^3$$

C：計算濃度(mg/m³)

C_s：樣品濃度(μg/mL)

C_b：平均空白樣品濃度(μg/mL)

V_s：樣品的體積(mL)

V_b：空白樣品的體積(mL)

V：採的空氣量 (L)

8. OSHA ID 107 分析方法

8.1 本分析方法是參考 NIOSH 6007 及 OSHA ID107 分析方法

8.2 儀器分析條件

儀器：IS/ECD

流洗液：0.003M NaHCO₃/0.0024M Na₂CO₃

預分離管柱：3mm×150mm

分析管柱：3mm×500mm Anion.

控制管柱：6mm×250mm Anion

溫度：室溫

計量範圍：30 μS full scale.

流速：138mL/小時

8.3 方法評估

本方法在 24°C 640mmHg 下，60L 空氣樣品，其方法驗證濃度範圍為 5.45-22.1 mg/m³(2.47-9.99 ppm)，全精密偏差為 0.012，在 1/2, 1,2 倍的 OSHA-PEL 濃度範圍下之平均精密偏差為 4.7%，在 21mg/m³下進行破出測試，則於 240 分鐘後仍無破出產生。

9. 文獻

- (1) NIOSH Testimony on the OSHA proposed on Air Contaminants,Docket #H-020,August 1, 1988.
- (2) NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards,U.S. Department of Health and Human Services,Publ.(NIOSH)81-123(1981), available as Stock #PB83-154609 from Nits,Springfield,VA 22161.
- (3) Criteria for a Recommenen Standard...Occupational ExposureDuring 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.
- (4) UBIL,Inc NIOSH Sequence #4205-J (unplished,February 23,1984).
- (5) NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd.ed.,Vol.5,P&CAM 268,U.S. Department of Healthand Human Services, publ.(NIOSH)79-141(1979).
- (6) Ibid, P&CAM 204.
- (7) 勞工作業環境空氣中有害物質容許濃度標準，行政院勞工委員會，民國 77 年 6 月。

測試撰寫人：鍾 瑩、陳聯燮

二氧化硫
採樣及分析流程圖

