

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

CLA3001

銻

Antimony

容許濃度
勞委會：0.5 mg/M³
OSHA：0.5 mg/M³
NIOSH：無
ACGIH：無
基本物性：
銀白色金屬
熔點：630.5°C
價位：+3,+4,+5
可燃，半導體

參考資料：OSHA ID121 (1984) [1]
元素：Sb
原子量：121.75
分子量：291.5 (Sb2O3); 323.5 (Sb2O5)

CAS No.：7440-36-0

採	樣	分	析
採樣介質：纖維素酯濾紙(0.8 μm) 流率：1~2 L/min 採樣體積—最小：250L @ 0.5 mg/M ³ —最大：1200L 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%或至少二個以上		方法：Flame AAS 分析元素：銻 消化：濃硝酸，5mL，140°C 最終溶液：10(v/v)，1.2N HCl，25mL 火焰：空氣—乙炔、氧化焰 波長：217.6 nm 背景校正：D2燈管 標準樣品：加 Sb 於10% HCl溶液 範圍：1~25 μg/mL 可量化最低濃度：1 μg/mL	
準 確 度		分析變異係數(CVa)：2.1%	
範圍：50~75 μg [1] 誤差：極微[2] 總變異係數 (CVt)：8.9%[1] 準確度：未測定			

適用範圍：480L空氣樣品，本方法的有效分析範圍是 0.05~1.30mg/M³。本方法是元素分析方法，並不能分析特定的銻化合物。分析方法所配製溶液也適用於溶液中銻以外之待測元素的分析及銻煙煙和其它含銻氣膠的分析。

干 擾：可利用D2背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收。波長在217.6nm時，大量的鉛（波長 217.0nm）會有干擾，高濃度的銅在此波長也會吸收。此時銻可使用231.2nm。

安全衛生注意事項：1.消化過程須在氣櫃中進行。
2.銻危害性分類為第六類6.1組毒性物質。

1. 試藥

- 1.1 濃硝酸：65% NH₃
- 1.2 檢量儲備溶液(calibration stock solution) 1000 μg Sb/mL：市售標準溶液；或溶解1.000克金屬銻於100mL鹽酸及2mL硝酸中，再加220mL鹽酸，以去離子水稀釋至 1 公升。
- 1.3 經過濾之壓縮空氣。
- 1.4 乙炔 (acetylene)。
- 1.5 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37 mm。
- 2.2 個人採樣泵流率：1~2 L/min。
- 2.3 原子吸收光譜儀：採用空氣—乙炔之燃燒頭。
- 2.4 銻—中空陰極管 (hallow cathode lamp, HCL) 或無電極放電管 (electroless discharge lamp, EDL)。

2.5 50mL燒杯，附有錶玻璃。

2.6 25mL量瓶。

2.7 吸管。

2.8 加熱板：可加熱至300℃。

* 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~ 2 L/min。應採集之空氣體積約 250~1200 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準備

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 125~600mg。

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，取出樣品與空白樣品，分別放至乾淨的燒杯中。

4.2.2 加入 5 mL濃硝酸，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 1 mL濃硝酸，重覆步驟4.3、4.4兩次以上。（註：避免溶液蒸乾，消化過程在氣櫃中進行。）

4.2.5 以1mL硝酸和 2.5mL濃鹽酸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，以去離子水液稀釋至其刻度。（用少許去離子水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 $\mu\text{g/mL}$ 銻標準溶液，以 10% HCl 溶液稀釋10倍，即配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的銻溶液，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 加已知量的銻儲備溶液於盛有 10% HCl 的 25 mL量瓶中，再以10% HCl 稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 1~25 $\mu\text{g/mL}$ 。

（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，亦即添加已知量的銻標準溶液於空白濾紙上，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，以作基質干擾校正。

6. 儀器分析

6.1 原子吸收光譜儀分析條件：

波 長：217.6nm或231.2nm
燈 管：銻中空陰極管(HCL)或無電極放電管(EDL)
燈管電流：10mA
Slit：0.2nm (217.6nm) 或 0.5nm (231.2nm)
背景校正：D2燈管
火 焰：空氣－乙炔，還原焰

註：以Varian 30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 10% HCl稀釋之並重新測量，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)	相當採樣 體 積 (L)	添 加 量 (μg)	平均回收 率 (%)	分析變異 係數 CVa (%)
銻	0.5	250-1200	125-600	100.5	2.1

* 採樣濾紙為Gelman GN-4纖維素酯濾紙。

7. 計算

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

C：空氣中有害物濃度(mg/M^3)

V：採集氣體體積(L)

Cs：樣品濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

Cb：平均空白樣品濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

Vs：樣品溶液體積 (mL)

Vb：空白樣品溶液體積 (mL)

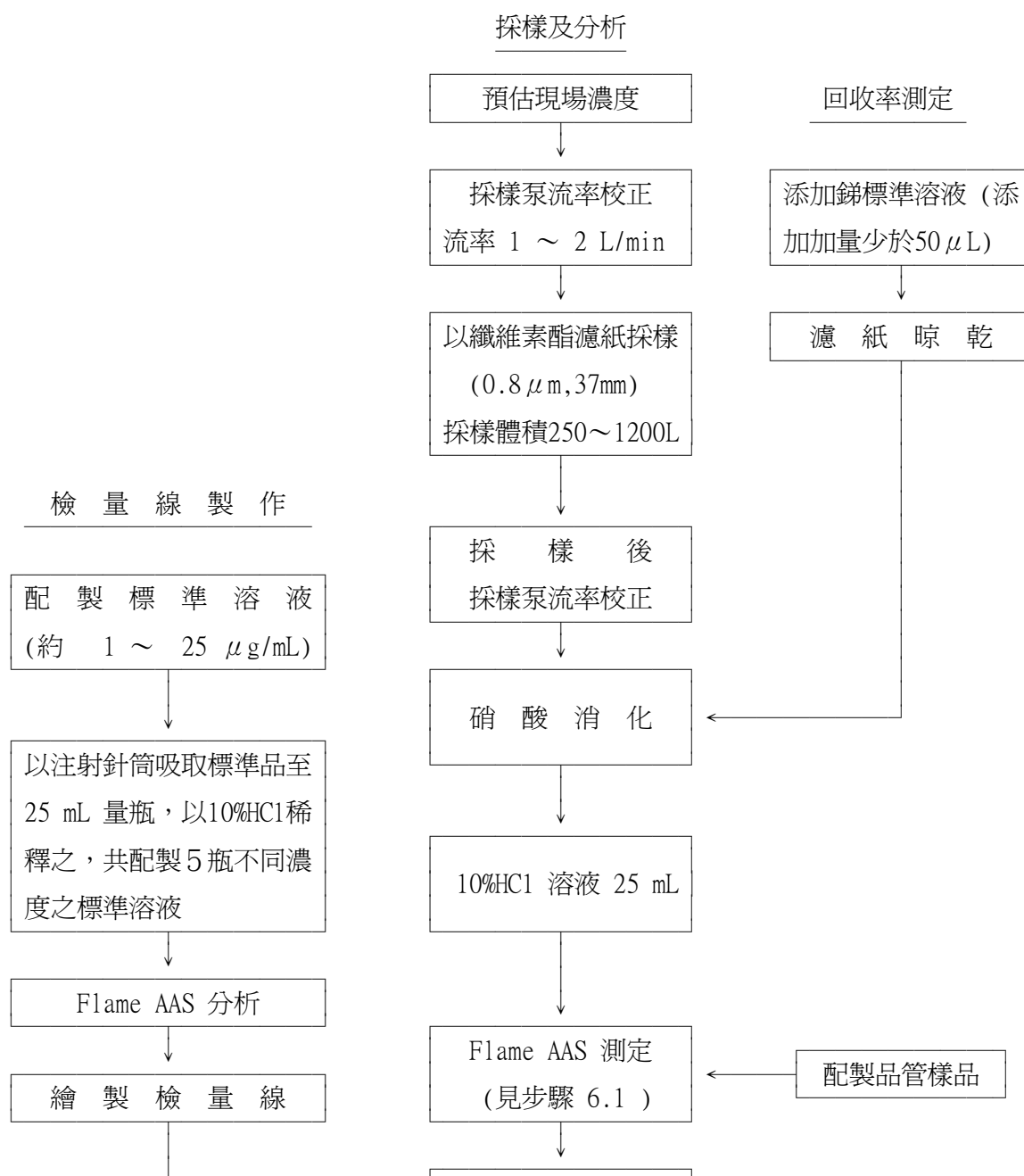
8. 方法驗證

	測 試 1	測 試 2
平均回收率	97.8%	97.9%
分析變異係數 CVa	3.0%	3.0%

9. 文獻

- [1] "Method for the Analysis of Metal Particulates in Workplace Atmospheres by Atomic Spectrophotometry". OSHA, ID-121, 1984.
- [2] "The Determination of Atomic Absorption Detection Limits by Direct Measurement", Atomic Absorption Newsletter, Vol. II, No. 2, march-april 1972.
- [3] "Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry", Perkin Elmer Corp., Norwalk, Conn., March 1973.
- [4] Atomic Absorption Methods Manual, Instrumentation Laboratory Inc., Wilmington, MA, December 1975.
- [5] “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



計算濃度及脫附效率
(見步驟 7)

-