

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

3010

氧化鎂 (煙煙)

Magnesium Oxide (Fume)

| | |
|----------------------------------|--------------------------------|
| 容許濃度 | 參考資料：NIOSH S369 (10/24/75) [1] |
| 勞委會：10 mg/M ³ | 分子式：MgO |
| OSHA：15 mg/M ³ (dust) | 分子量：40.32 |
| 5 mg/M ³ (respirable) | |
| NIOSH：10 mg/M ³ | 別名：magnesia, periclase |
| ACGIH：10 mg/M ³ | |
| 基本物性： | CAS No.：1309-48-4 |
| 固態：價位 +2 (鹽類) | RTECS No.：OM3850000 |
| 沸點：3600°C | |
| 熔點：2800°C | |

| 採 | 樣 | 分 | 析 |
|---|---|-------------------------------------|---|
| 採樣介質：纖維素酯濾紙 (0.8 μm) | | 方 法：Flame AAS | |
| 流 率：1-1.5 L/min | | 分析物：鎂 | |
| 採樣體積：最小 500L @ 10 mg/M ³ | | 消化：濃硝酸，140°C | |
| 最大 1500 L | | 最終溶液：加 10% HNO ₃ 至 10mL | |
| 樣品運送：例行性 | | 火焰：空氣—乙炔之氧化焰 | |
| 樣品穩定性：穩定 | | 波長：202.5nm | |
| 現場空白樣品：每批樣品數的10%，至少需二個以上 | | 標準樣品：分析物溶於10% (HNO ₃) 中 | |
| | | 檢量線範圍：1-20 μg/mL | |
| 準 確 度 [1] | | 可量化最低濃度：0.1 μg/mL | |
| 範 圍：7.48~28.6 mg/M ³ (150L樣品) | | 分析變異係數(CV _a)：2.0% | |
| 偏 差：極微 | | | |
| 總變異係數 (CV _T)：6.2% | | | |
| 準 確 度：未測定 | | | |
| 適用範圍：150L空氣樣品，本方法的有效分析範圍是 7.48~28.6mg/M ³ 。本方法為鎂元素分析方法，分析方法所配製之溶液也適用於溶液中鎂以外之待測元素的分析及從元素分析法所推算氧化鎂煙煙的分析。 | | | |
| 干 擾：可利用背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收，樣品中部份鎂化合物存在時所起之正干擾易影響此法之測定，若有矽、鋁及高濃度的銅存在時，樣品中需加入0.1-1.0% (w/w) La作為釋放劑而加以控制。 | | | |

1. 試藥

- 1.1 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。
- 1.2 10 % (w/w) 稀硝酸：於500 mL的蒸餾水中，加入約10 mL的65%濃硝酸，稀釋至 1000 mL。
- 1.3 檢量儲備溶液：1000 μg mg/mL 市售標準溶液。
- 1.4 經過濾之空氣。
- 1.5 乙炔 (acetylene)。
- 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 μm，濾紙直徑37 mm，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約 1.5 L/min。
- 2.3 原子吸收光譜儀：採用空氣—乙炔之燃燒頭。
- 2.4 鎂燈管—中空陰極管或無電極燈管。
- 2.5 50 mL燒杯，附錶玻璃。
- 2.6 100 mL 量瓶。
- 2.7 5~500 μL 之微量吸管。

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晾乾備用。

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 1.5 L/min，應採集的空氣體積約 500~1500 L。

3.3 每張濾紙上的總粉塵塵量不得超過 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 400~1600 μg 。

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 打開每個濾紙匣，取出樣品與空白樣品，分別放至乾淨的燒杯中。

4.2.2 加入 3mL 濃硝酸，蓋上錶玻璃。試藥空白 (reagent blank) 樣品也從此步驟開始處理。

4.2.3 置於加熱板上加熱近溶液沸騰。

4.2.4 待溶液蒸發近乾，加入 2 mL 濃硝酸，重覆步驟 4.2.3、4.2.4 兩次以上。（註：消化過程需在氣櫃中進行，並避免溶液蒸乾。）

4.2.5 以 3~5mL 去離子水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 加入 10mL 濃硝酸，並微微加熱以確定樣品完全溶解。

4.2.7 放冷後，用少許去離子水溶液沖洗燒杯壁以避免燒杯中的待測元素漏失，再將此溶液倒入量瓶，重覆 2~3 次。將溶液倒入 100mL 的量瓶中，以去離子水稀釋至其刻度。

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 μg Mg/mL 元素的標準溶液，以稀硝酸溶液稀釋10倍，即配成 100 μg /mL 的鎂溶液，作為儲備溶液力儲備溶液儲存於 100 mL 的玻璃瓶中，每週更新。

5.1.3 加已加量的鎂溶液於 10 % 硝酸的 100 mL量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為 1~20 μg /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，亦即添加已知量的鎂於空白濾紙上（如加入 40 μL 的 20000 μg /mL 標準溶液），經消化後之溶液，以檢查回收率。

5.2.4 必要時可使用標準添加法，作基質干擾校正。

6. 儀器分析

6.1 儀器分析條件

| | 條 | 件 |
|----------|----------------------------|---|
| 儀器 | Flame AAS | |
| 波長 | 202.5 nm 或 285.2 nm | |
| 燈管 | 鎂中空陰極燈管 (HCL 或 EDL) | |
| 燈管電流 | 4 mA | |
| 光隙(slit) | 0.5 nm (202.5nm 或 285.2nm) | |
| 背景校正 | D2燈管 | |
| 火焰 | 空氣－乙炔之氧化焰 | |
| 氣體流率 | C2H2/Air: 1.7/12.0 (L/min) | |

註：以 Varian AA30 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，需以稀硝酸稀釋之並重新測定，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 回收效率*

| 化合物 | 容許濃度** (mg/M ³) | 相當採樣 體積 (L) | 添加量 (μg) | 平均 回收率 (%) | 分析變異 係數 CVa |
|-----|--------------------------------|-------------------|-------------|------------------|----------------|
| 氧化鎂 | 15 | 27-108 | 400-1600 | 94.0 | 2.0 |

* 採樣濾紙為 SKC 批號 0060304 纖維素酯濾紙。

** 勞委會民國74年4月之標準。

7. 計算

$$C = \frac{(C_s V_s - C_b V_b) \times G}{V}$$

C：空氣中有害物濃度 (mg/M³)

V：採集氣體體積 (L)

C_s：樣品中濃度 (μg/mL)

C_b：平均空白樣品濃度 (μg/mL)

V_s：樣品溶液體積 (mL)

V_b：空白樣品溶液體積 (mL)

G：氧化鎂和鎂的計算因子為 1.66

8. 方法驗證

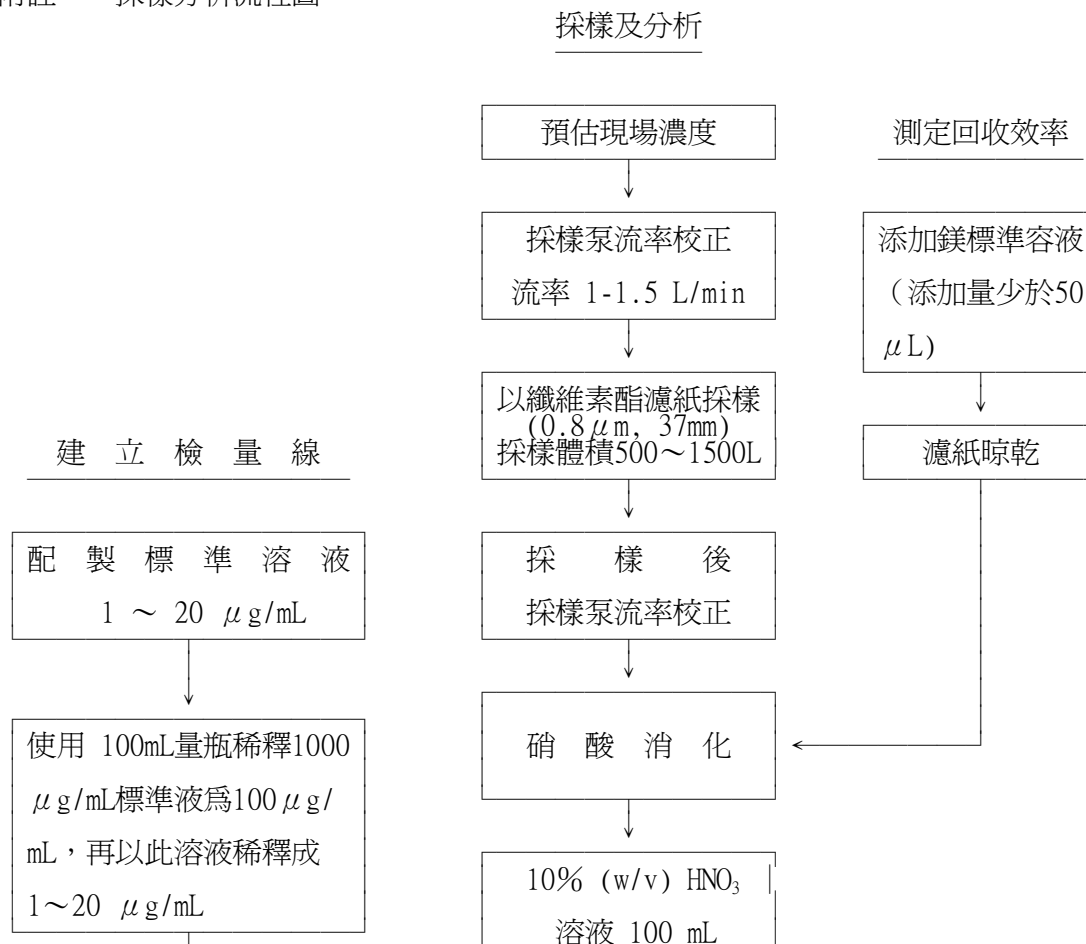
| | 測 試 1 | 測 試 2 |
|----|---------------------|---------------------|
| 儀器 | Flame AAS (PE 5100) | Flame AAS (PE 5100) |

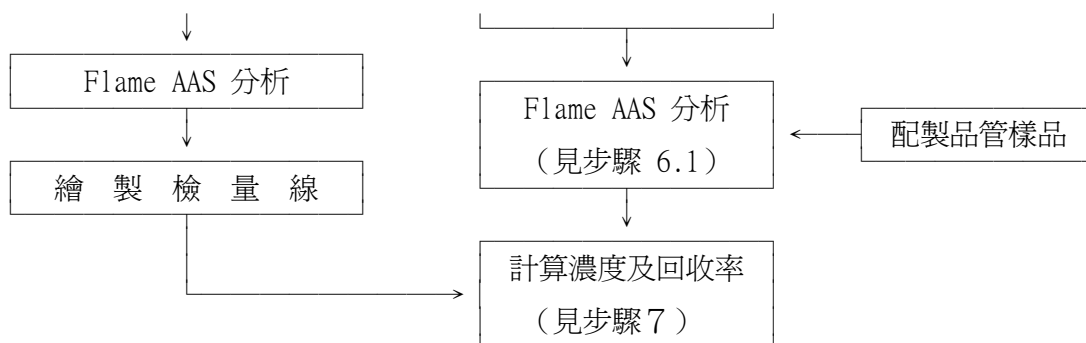
| | | |
|--|---|---|
| 分析條件 波長 燈管 燈管電流 光隙(slit) 背景校正 火焰 | 202.6 nm HCL 6 mA 0.7 D2 燈管 空氣-乙炔之氧化焰 9/2 (L/min) | 202.6 nm HCL 6 mA 0.7 D2 燈管 空氣-乙炔之氧化焰 9/2 (L/min) |
| 平均回收率 | 99.9 % | 100.6 % |
| CVa | 4.3 % | 1.6 % |

9. 文獻

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 3, Methods S369, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, publ. (NIOSH) 77-157-C, 1977.
- [2] "Method for the Analysis of Metal Particulates in Workplace Atmospheres by Atomic Spectrophotometry" Method ID-121. Inorganic Section, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, Utah, 1985.
- [3] Documentation of the NIOSH Validation Tests. Contract No. CDC-99-74-45, 1978.
- [4] Analytical Methods for Flame Spectrophotometry, Varian Techtron Ltd. Springvale, Australia, 1979.
- [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





附註二 所參考分析方法之主要數據

本分析方法是參照 NIOSH S369 分析方法而成。

1. 儀器分析條件：

方 法：Flame AAs

分析元素：鎂

消 化：濃硝酸，6mL

最終溶液：10% (w/v) HNO₃，100mL

火 焰：空氣—乙炔，氧化焰

波 長：202.5nm 或 285.2nm

背景校正：D2燈管

標準樣品：Mg²⁺溶於10% (w/v) HNO₃中

檢量線範圍：100~2000 μg/樣品

預估偵測極限：0.1 μg/mL

2. 方法評估

NIOSH S369分析方法發佈於 1975 年10月24日。在23°C，754mmHg 時，對濃度範圍7.48~28.6 mg/M³的氣體，採樣體積150 L，經驗證其平均捕集效率為100%。而其採樣及測定之分析總變異係數 (CV_T) 為 6.2%[3]，偏差極微並不顯著。