

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

5005

鹼性粉塵

Alkaline Dust

容許濃度

參考資料：NIOSH 7401 (8/15/94) [1]

勞委會：2 mg/m³(NaOH)

分子式：(1)NaOH，(2)KOH，(3)LiOH及鹼性鹽類

OSHA：2 mg/m³ (NaOH)

分子量：(1)40.0，(2)56.11，(3)20

NIOSH：2 mg/m³/15min (NaOH)

別名：alkali; caustic soda; lye; sodiumhydroxne

ACGIH：2 mg/m³ (NaOH, ceiling)

potassium hydroxide

基本物性：

CAS No.：(1)1310-73-2(2)1310-58-3

鹼性、腐蝕性固體或凝膠體，具吸溼性，

RTECS No：(1)WB490000(2)TT2100000

蒸氣壓 (VP) 不顯著。

採 樣	分 析
<p>採樣介質：PTFE 濾紙 (1.0 μm, 37mm)</p> <p>流 率：1-4 L/min。</p> <p>採樣體積：最小 70L @ 2mg/m³ 最大 1000 L。</p> <p>樣品運送：例行性。</p> <p>樣品穩定性：至少7天@25°C。</p> <p>現場空白樣品：每批樣品數之10%或二個以上。</p>	<p>方法：酸—鹼滴定。</p> <p>分析物：OH⁻(alkalinity)</p> <p>萃取：2.00mL 0.1N HCl, 15min在氮氣系統下攪拌。</p> <p>滴定：在氮氣系統下以0.01N NaOH溶液，其滴定終點由 pH 偵檢器指示。</p> <p>檢量：以0.1N HCl標定0.01N NaOH。</p> <p>範圍：0.14-1.9mg/樣品。[4]</p>
<p>準 確 度 [1]</p>	<p>可量化最低濃度：0.03mg/樣品(如NaOH) [3](相當於0.0007 mole)。</p> <p>分析變異係數(CV_d)：3.3% @0.38-1.5mgNaOH/樣品。</p>
<p>範圍：0.76-3.9mg/m³ (360L採樣)。</p> <p>偏差：5.6%。</p> <p>總變異係數(CV_T)：6.2%。</p> <p>準確度：16.2%。</p>	

適用範圍：在360L空氣樣品，其有效分析濃度範圍是0.4-5.4mg/m³，這方法分析所有鹼性物質其含有：alkali hydroxides，碳酸鹽、硼酸鹽、矽酸鹽、磷酸鹽或其他鹼性鹽類。在此則以NaOH表示。

干 擾：本方法未作驗證測定；在空氣中的CO₂可和濾紙上的鹼性物質反應產生碳酸鹽，但當滴定時，這些都不受干擾了，這些碳酸鹽將產生等量的鹼度，而被濾紙消耗掉。

安全衛生注意事項：NaOH, KOH, LiOH腐蝕性，需小心操作。

註：NIOSH 7401方法是NIOSH S381 [5]的修訂版，以S381為基礎；並容納一些P & CAM 241 [6]之內容在一起。

1. 試劑

- 1.1 碳酸鈉 (sodium carbonate)：一級標準試藥。
- 1.2 0.1N，鹽酸儲備溶液，以一級標準碳酸鈉標定。
- 1.3 蒸餾水：通氮氣30分鐘，以去除CO₂。
- 1.4 氮氣。
- 1.5 50% w/v 氫氧化鈉(NaOH)*：溶解50g NaOH在無CO₂之蒸餾水中，並且稀釋到100mL。
- 1.6 0.1N的氫氧化鈉儲備溶液：以無CO₂的蒸餾水稀釋8 mL 50% NaOH到1.0L，同樣將其儲存。
- 1.7 0.01N氫氧化鈉溶液：0.1N NaOH儲備溶液10mL，以無CO₂之蒸餾水稀釋到100mL。
- 1.8 標準緩衝溶液，pH 4和7。

2. 設備

- 2.1 捕集設備：PTFE濾紙置於濾紙匣中，濾紙孔徑1.0 μm，濾紙直徑37mm，見通則之採樣介質。
- 2.2 個人採樣泵：流率約1~4 L/min。
- 2.3 pH偵檢器。
- 2.4 150~200 mL燒杯、燒瓶或廣口瓶等滴定容器。
- 2.5 電磁攪拌器。
- 2.6 玻璃棒，用以將濾紙浸入被滴定溶液表面下。
- 2.7 5和10 mL之吸量管。
- 2.8 100和1000 mL之量瓶。
- 2.9 25 mL，滴定管，易讀到0.025 mL。

3. 採樣

- 3.1 個人採樣泵連接內含濾紙之濾紙匣，進行流率校正，見通則之採樣。
- 3.2 採樣泵流率介於1-4 L/min，空氣採樣體積為70-1000 L，但濾紙上粉塵負載不可超過2 mg。

4. 樣品處理

- 4.1 以鑷子移取樣品濾紙到滴定容器中，並將濾紙表面朝下。
- 4.2 分析時以玻璃棒的末端壓著濾紙，以使濾紙保持在溶液之液表面之下。
- 4.3 加入5.0 mL 0.1N HCl並加蓋，起動電磁攪拌機並通氮氣（約100 mL/min）。
- 4.4 持續攪拌15 min。

5. 檢量線製作和品管

5.1 以pH 4和pH 7的緩衝標準溶液校正pH偵檢器。

5.2 以碳酸鈉標定0.1N HCl儲備溶液。

5.2.1 取試藥一級之3-5 g碳酸鈉 (Na_2CO_3)，在250°C之乾燥器中乾燥4小時，取出後放在乾燥器中冷。

5.2.2 精稱約2.5 g Na_2CO_3 ，以去除 CO_2 之蒸餾水稀釋到1 L， Na_2CO_3 溶液濃度相當於0.05 N。

5.2.3 取10.0 mL, 0.05N Na_2CO_3 溶液進到滴定容器中，並以HCl儲備溶液滴定到pH為5。

5.2.4 移出電極以蒸餾水沖洗電極，並將此沖洗液加入滴定容器中，在滴定容器中充氮氣約3-5分鐘，以去除溶解之 CO_2 。

5.2.5 再進行滴定工作以達滴定終點 (pH為5)。

5.2.6 重覆上面5.2.3至5.2.5三次步驟。

5.2.7 計算鹽酸 (HCl)儲備溶液之當量濃度(N)。

$$\text{HCl}(N_{\text{HCl}})\text{之當量濃度} = \frac{\text{使用碳酸鈉重(g. Na}_2\text{CO}_3)\times\text{滴定用之碳酸鈉溶液體積(mL)}}{52.99\times\text{使用鹽酸之溶液(mL)}}$$

5.3 標定氫氧化鈉溶液(約0.01 N)

5.3.1 將標定過之0.1 N HCl溶液稀釋十倍為0.01 N。

5.3.2 仿照5.2之步驟方法，不同的是以0.01 N HCl溶液來滴定0.01 N NaOH溶液。

5.3.3 計算NaOH溶液的當量濃度(N)：

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{(N_{\text{NHCl}})^* [\text{使用之HCl (mL)}]}{\text{使用之NaOH (mL)}}$$

6. 量測

6.1 對空白樣品和採樣樣品的溶液中以標定0.01 N NaOH溶液及以逆滴定法去除步驟4.3中多餘的HCl。

6.2 以pH偵檢器讀出滴定的終點。(pH為7)

7. 計算

$$C = \frac{(V_{\text{NaOH-b}} - V_{\text{NaOH-s}}) \cdot N \cdot 4 \times 10^4}{V}$$

V：採集氣體體積(L)

C：空氣中鹼性粉塵之濃度 (mg/m³) (以NaOH為例，分子量為40)

V_{NaOH-b}：逆滴定空白樣品所用之NaOH的體積 (mL)

V_{NaOH-s}：逆滴定樣品所用之NaOH體稱(mL)

N：NaOH滴定溶液的當量濃度 (步驟5.3.3)

8.分析方法驗證

	測 試 1	測 試 2
分析方法	酸—鹼滴定	酸—鹼滴定
添 加 量	0.4~1.6mg	1.5~5.2mg
平均回收效率	98.5%	81.1%
CVa值	5.1%	3.8%

9.文獻

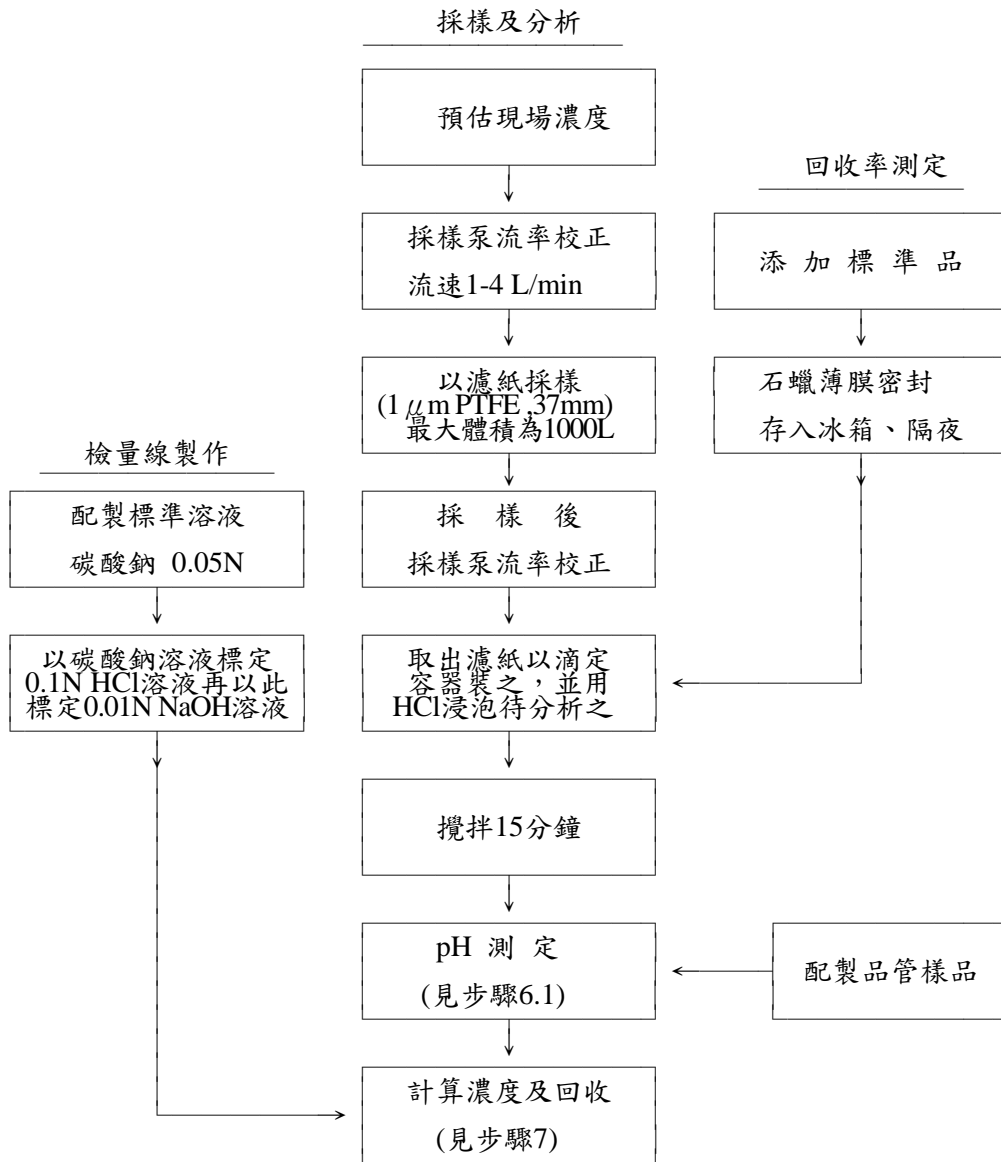
- [1]NIOSH Manual of Analytical Methods, 4nd ed., NIOSH Cincinnati, Ohio, Method 7401, 1996.
- [2]“勞工作業環境空氣中有害物容許濃度標準”，行政院勞工委員會，民國84年6月。
- [3]Criteria for a Recommended Standard ... Occupational Exposure to Sodium Hydroxide, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 76-105 (1975).
- [4]Backup Data Report No. S381, Sodium Hydroxide, prepared under NIOSH Contract No. 210-76-0123, available as Order No. PB 275-838 from NTIS, Springfield, VA 22161 (July 8, 1977).
- [5]NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 4, S381, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175 (1978).
- [6]Ibid, V. 1, P&CAM 241, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).
- [7]Standard Methods for the Examinaton of Water and Wastewater, 15th ed, American Public Health Association, American Water

Works Association and Water Pollution Control Federation (1981).

[8]NIOSH Research Report-Development and Validation of Methods for
Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S.

Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133
(1980).

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

1.本分析方法是參照NIOSH 7401分析方法而成。

2.儀器分析條件：

方 法：酸鹼滴定

分析物： OH^-

萃 取：5 mL 0.01 N HCl，15分在氮氣系統中攪拌

滴 定：0.01N NaOH在氮氣系統下，由pH偵檢器指示

檢 量：以 0.01N HCl標定 0.01N NaOH

檢量線範圍：0.14~1.9mg/樣品（以NaOH為例）

預估偵測極限：0.03mg/mL

分析變異係數（CVa）：3.3% @0.38-1.5mg

3.NIOSH 7401方法評估

方法S381是以NaOH方法驗證標準氣體進行(1977年7月8日公布)，在360L的空氣樣品，對在濃度0.76~3.9mg/m³採集360L空氣樣品 [4.8]，其全程採樣的總變異係數（CV_T）為6.2%，平均回收率為105%。NaOH 的濃度也可以用AA（原子吸收光譜儀）測定Na之添加量即可得知，以 Fluoropore 濾紙在7.5mg/m³(NaOH) 濃度範圍下採集1~360L；其平均採集效率大於99%以上。