

行政院勞工委員會採樣分析建議方法

2302

鎘

Cadmium

容許濃度(mg/m ³)	參考資料：NIOSH 7048 (8/15/87)[1]
勞委會：0.05	分子式：Cd
OSHA：0.05	分子量：112.40 (Cd)
NIOSH：0.04；STEL 0.2/STEL(致癌物)	128.40 (CdO)
ACGIH：0.05(粉塵，鹽類)：	別名：依化合物之不同而不同
C. 0.05(煙煙)	CAS No.：7440-43-0 (Cd)
基本物性：	1306-19-0(CdO)
軟金屬	RTECS No.:EU9800000 (Cd)
沸點：765°C	EV1930000 (CdO)
熔點：320.9°C	

採	樣	分	析
---	---	---	---

採樣介質：纖維素酯之濾紙(0.8 μm)	方法：Flame AAS
流率：1~3 L/min	分析物：Cd
採樣體積：最小 25 L @0.1 mg/m ³	消化：濃硝酸 5 mL
最大 1500 L	最終溶液：加0.5N HCl稀釋至10 mL
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：228.8 nm
現場空白樣品：每批樣品數的10%，或至少需二個以上	背景校正：D2 燈管
準確度 [1]	標準樣品：Cd ²⁺ 溶於 0.5N HCl溶液
範圍：0.12~0.98 mg/m ³	檢量線範圍：0.03~5 μg/mL
總變異係數值(CVT)：6%	可量化最低濃度：0.03 μg/mL
	分析變異係數(CVa)：5.7%

適用範圍：25 L 空氣樣品，本方法的有效分析範圍為 0.04~0.8mg/m³。250 L 空氣樣品的適用範圍為 0.01~0.2 mg/m³，對100 L的空氣樣品，本方法的有效分析範圍是 0.01~0.5 mg/m³。本方法為元素總量分析方法，並不能區分鎘的煙煙(fume)或粉塵(dust)。

干擾：可利用 D2 燈管背景校正方法，以區別原子吸收或背景吸收。鐵離子濃度 20 倍於鎘離子濃度時亦不會干擾鎘的測定。

安全衛生注意事項：1.鎘化合物是一種劇毒物質並有致癌可能，處理時務必小心。

2.消化過程需在氣櫃中進行。

1.試藥

1.1 濃硝酸：65% HNO₃，分析級。

1.2 濃鹽酸：37% HCl，分析級。

1.3 0.5N 鹽酸：於200 mL的蒸餾水中，加入約 20mL 的37%濃鹽酸，稀釋至 500 mL。

1.4 檢量儲備溶液：1000 μg Cd/mL，市售標準溶液。

1.5 經過濾之壓縮空氣。

1.6 乙炔(acetylene)。

1.7 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37mm，見通則之採樣介質。

2.2 個人採樣泵：流率約 1~3 L/min。

2.3 原子吸收光譜儀：採用空氣－乙炔之燃燒頭。

2.4 鎘中空陰極管或無電極燈管(hallow cathode lamp，HCL)或無電極放電管(electroless discharge lamp,EDL)。

2.5 50 mL燒杯，附錶玻璃。

2.6 10 mL及50 mL量瓶。

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1~3 L/min。應採集的空氣體積約 25~1500 L。

3.3 每張濾紙上的總粉塵量不得超過 2 mg。

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 0.5~2.0 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 3 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 2 mL濃硝酸，重覆步驟4.2.3、4.2.4兩次以上。(註：避免溶液蒸乾，消化過程需在氣櫃中進行。)

4.2.5 以 3~5 mL 0.5N HCl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 0.5N HCl溶液稀釋至其刻度。(用少許 0.5N HCl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，如此 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 $\mu\text{g Cd/mL}$ 元素的標準溶液，以0.5N HCl溶液稀釋10倍，即配成 100 $\mu\text{g/mL}$ 的鎘溶液，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 加已知量的鎘儲備溶液於盛有含0.5N HCl溶液的 10mL 量瓶中，再稀釋至其刻度。所建立之檢量線濃度範圍約為0.03~5 $\mu\text{g Cd/mL}$ 。

(註：至少應配製 5 種不同濃度的標準溶液的測試分析，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。

5.1.4 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，亦即添加已知量的鎘於空白濾紙上(如加入 50 μL 的 400 $\mu\text{g/mL}$ 鎘標準溶液)，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 儀器分析條件

儀器：Flame AAS
波長：228.8 nm
燈管：鎘中空陰極管(HCl)或無電極放電管(EDL)
燈管電流：5 mA
光隙 slit)：0.7 nm
背景校正：D2 燈管
火焰：空氣-乙炔，氧化焰

氣體流率：

助燃劑：6.0 L/min

乙炔：1.5 L/min

註：以Perkin Elmer 5100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0.5N HCl溶液稀釋之並重新測定，計算濃度時，需乘以稀釋倍數。

6.3 回收率*

	添加量	平均回收	分析變異
化合物	(μg)	效率(%)	係數CVa(%)
鎘	0.5~2.0	101.8%	1.7%

*採樣濾紙為SKC 批號9082810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/m³)

V：採集氣體體積(L)

C_s：樣品濃度($\mu\text{g/mL}$)

C_b：平均空白樣品濃度($\mu\text{g/mL}$)

V_s：樣品溶液體積(mL)

V_b：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	100.8%	99.1%
CVa	2.3%	2.6%

*採樣濾紙為SKC批號 0031304，0.8 μm ，37mm 纖維素酯濾紙

9.文獻

[1] NIOSH Manual of Analytical Method, 4th Ed. NIOSH, Cincinnati, Ohio, Method 7048.1987.

[2] Criteria for a Recommended Standard...Occupational Exposure to Cadmium, Appendix II, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ.(NIOSH) 76-194(1976).

[3] Current Intelligence Bulletin 42 : Cadmium.U.S. Department of Health and Human Services, Publ.(NIOSH) 84-116 (Sept.27, 1984).

[4] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S312 and S313 U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185(1977).

[5] User check, UBTL, NIOSH Seq. #3990-P (unpublished,November 29,1983).

[6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V.5, P&CAM 173, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 74-141 (1979).

[7] Ibid, v. 3, Method S312, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).

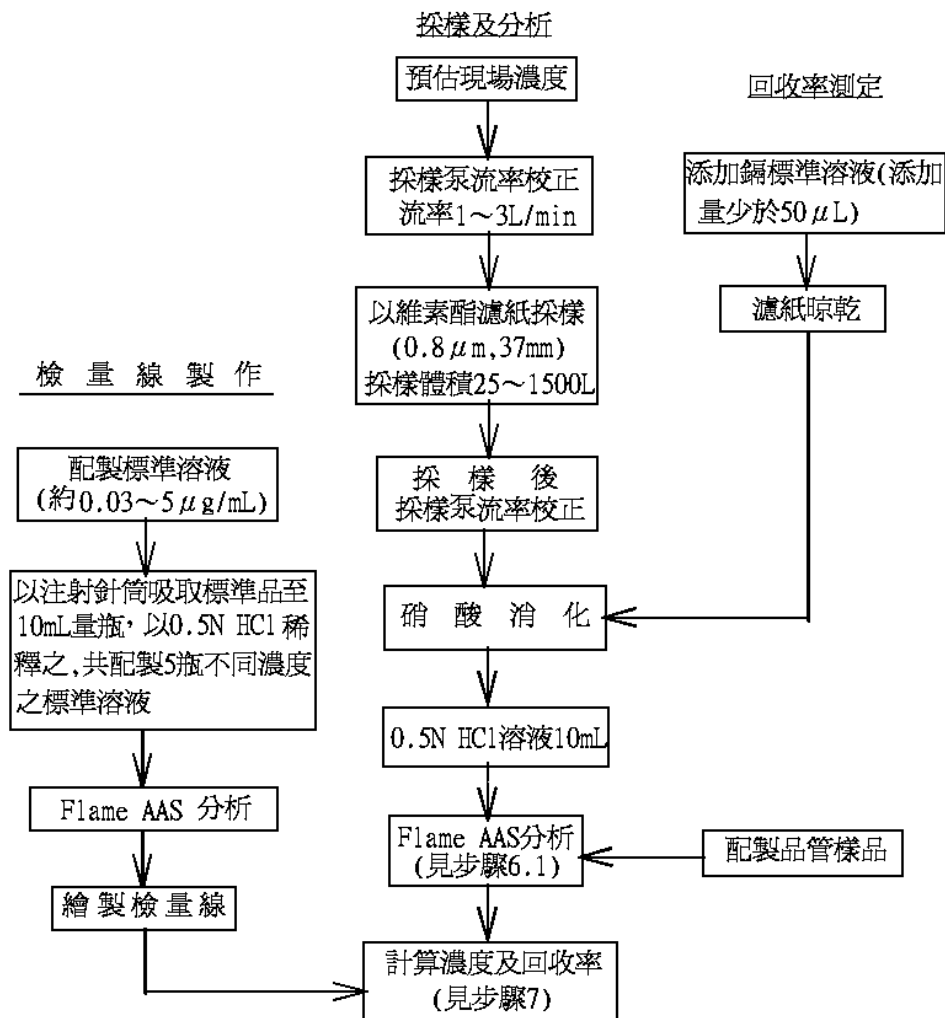
[8] Ibid,Method S313.

[9] 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。

[10] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazard, U.S. Department of Health and Humm Services, Publ. (NIOSH) 68-69(1987),available as Stock #PB83-154609 from NTIS,Springfield,VA 22161.

[11] 蔣本基、張怡怡，"作業環境污染物分析方法建立"，臺大慶齡中心計畫編號 78-S-23,民國 79年2月。

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. 本分析方法是參照 NIOSH 7048 分析方法而成。