

食品中重金屬之檢驗方法——鉛之檢驗

Methods of Test for Heavy Metals in Food-Test of Lead

代碼： FDBRMPBD 20

鍵語：食品、Food、重金屬、Heavy metal、鉛、Lead、原子吸光、Atomic absorption

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於除油脂(註一)外其他食品中鉛之檢驗。

2. 檢驗方法：

2. 1. 裝置：

2. 1. 1. 電熱板：附有自動溫度調節器，其溫差在 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2. 1. 2. 灰化爐：附有自動溫度調節器，其溫差在 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2. 1. 3. 原子吸光分光光譜儀 (Atomic Absorption Spectrophotometer)：具有波長 283.3 nm 及 324.7 nm，並附有鉛、銅之中空陰極射線管者。

2. 1. 4. 蒸餾水製造器：全部為派勒克斯 (Pyrex) 玻璃製者，或製造之水不影響本檢驗方法者。

2. 2. 試藥：

硝酸、鹽酸、氫氟酸、檸檬酸、醋酸銨、檸檬酸銨、溴麝香草藍 (Bromothymol blue，簡稱為 BTB)、乙醇、氫氧化銨 (氨水)、硫酸銨均採用試藥特級；二乙基一二硫基胺基甲酸鈉 (Sodium diethyldithiocarbamate 簡稱 DDC)、甲基異丁基酮 (Methyl isobutyl ketone，簡稱 MIBK) 採用原子吸光分析級。

2. 3. 水：本檢驗方法所用之水應先經離子交換處理，再以 2. 1. 4 節蒸餾之水。

2. 4. 器具及材料 (註二)：

2. 4. 1. 坩堝：瓷製者及白金製者，並附蓋。

2. 4. 2. 玻璃過濾器 (G3 Glass filter)。

2.5. 標準溶液之調製：

精確量取適量原子吸光分析用之鉛標準原液，其濃度為 $1000 \mu\text{g}/\text{ml}$ ，以 3N 鹽酸溶液稀釋至 $20 \mu\text{g}/\text{ml}$ 或 $1.0 \mu\text{g}/\text{ml}$ 供作標準溶液，臨用時調製。

2.6. 檸檬酸銨溶液之調製：

稱取檸檬酸銨 250g 溶於水使成 1000ml 。

2.7. 10% 二乙基—二硫基胺基甲酸鈉溶液之調製：

稱取二乙基—二硫基胺基甲酸鈉 10g 先溶於 80ml 水，如有不溶物時，須先行過濾（濾紙以 1N 鹽酸溶液洗滌，以水完全洗淨），再加水使成 100ml ，臨用時調製。

2.8. 甲基異丁基酮飽和溶液之調製：

取甲基異丁基酮加少量水，激烈振盪使成飽和狀態靜置分層後取甲基異丁基酮層備用。

2.9. 0.1% 溴麝香草藍指示劑之調製：

稱取溴麝香草藍 0.1g 溶於乙醇溶液（ $1 \rightarrow 2$ ） 100ml ，必要時過濾。

2.10. 檢液之調製：

2.10.1. 皮蛋及一般檢體：

精確稱取相當於乾燥物 $5 \sim 20\text{g}$ 之檢體於坩堝中，以電熱板乾燥，碳化後，移入 250°C 之灰化爐中，徐徐增溫至 $450 \sim 500^\circ\text{C}$ ，使灰化完全，若 24 小時後尚未灰化完全時，加入硝酸溶液（ $1 \rightarrow 2$ ） $2 \sim 5\text{ml}$ 潮濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。冷卻至室溫後取出坩堝，以水潤濕灰分，加鹽酸 $2 \sim 4\text{ml}$ 置於電熱板上蒸乾，再加 3N 鹽酸溶液 10ml ，加熱溶解並移入 50ml 之容量瓶中，每次以 3N 鹽酸溶液 5ml 洗滌坩堝蓋及坩堝內壁二次，洗液併入容量瓶中，加水定容後供作檢液。若有不溶物時，應使用玻璃過濾器過濾，玻璃過濾器上之殘留物依次以鹽酸、加熱之鹽酸、 50% 檸檬酸溶液（ $1 : 1$ ）及加熱之 40% 醋酸銨溶液各 $0.5 \sim$

1.0ml洗滌，洗液併入容量瓶中加水定容後供作檢液。若不溶物過多時，將其移入白金坩堝，加氫氟酸5ml，於電熱板上蒸乾分別加入水及鹽酸數滴溶解，併入容量瓶中加水定容後供作檢液。

2.10.2. 煉乳：

精確稱取檢體25g於坩堝中，以120°C烘乾碳化後，移入灰化爐中，溫度從250°C徐徐增溫至350°C（每次增溫50°C），維持此溫度至無煙產生後，再徐徐增溫至500°C（每次增溫75°C），繼續灰化16小時後取出，若灰化不完全時，以水潤濕，再滴加硝酸0.5~3ml後，置於電熱板上蒸乾，移入250°C之灰化爐中，徐徐增溫至500°C，灰化1~2小時，反覆操作至灰化完全，以下步驟依2.10.1.節。

2.10.3. 魚類：

精確稱取檢體25g於坩堝中，以135~150°C乾燥2小時，移入未加溫之灰化爐中，徐徐增溫至500°C，灰化16小時，冷卻至室溫後，取出，徐徐加入硝酸2ml，於電熱板上微溫加熱至乾涸，再移入未加溫灰化爐中，徐徐增溫至500°C，灰化1小時，反覆操作至灰化完全，以下步驟依2.10.1.節。

2.11. 定量：

精確量取適量（含量約5μg）之2.10.節檢液於容量瓶中，加檸檬酸銨溶液5ml及1.0%溴麝香草藍指示劑2滴，以氨水中和至呈綠色後，先加入40%硫酸銨溶液5ml，充分混合，次加10%二乙基一二硫基銨基甲酸鈉溶液5ml激烈振盪1分鐘，靜置至分層，並加水使上層液升至瓶頸，以原子吸光分光光譜儀於波長283.3nm處測定上層液之吸光度，並依溶媒萃取之測定所得檢量線求出檢體中之含鉛（銅）量。其計算式如下：

$$\text{含鉛量 (ppm)} = B \times \frac{50}{V \times W}$$

V：含量測定時所量取之檢液體積 (ml)

B：由檢液 V 之吸光度依檢量線求得之含鉛量 (μg)

W：檢體重量 (g)

2.12 檢量線之製成：

精確分別量取濃度為 $1.0 \mu\text{g}/\text{ml}$ 之標準溶液 0、5.0、10.0、15.0、20.0ml 於坩堝中，以下步驟依處理檢體之方法操作，惟於溶媒萃取時應取全量，就所得吸光度與含量 (μg)，繪製檢量線。

參考文獻：

日本藥學會 · 1980 · 日本衛生試驗法註解。