

食品中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗 (二)
Method of Test for Heavy Metals in Foods –Test of Lead (2)

- 1.適用範圍：本檢驗方法適用於食品中鉛之檢驗。
- 2.檢驗方法：石墨爐式原子吸收光譜法(graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)

2.1 裝置：

- 2.1.1. 石墨爐式原子吸收光譜儀(Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer)：具有波長 283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)、適當之背景校正裝置及自動注射器。
- 2.1.2. 粉碎機(Mill)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之收集盤及孔徑 1 mm 之篩網。
- 2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。
- 2.1.4. 加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。
- 2.1.5. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，溫差在 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ 以內者。
- 2.1.6. 去離子水製造器(Deionized water generator)：製造之去離子水，其電阻係數可達 $18\text{ m}\Omega\text{-cm}$ 以上。

2.2 試藥：

鹽酸、硝酸及基質修飾劑(matrix modifier，含磷酸二氫銨 $10000\text{ }\mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ 之混合溶液)均採用重金屬超微量分析級，鉛標準品 ($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用 ICP 分析級。

2.3. 器具及材料：

- 2.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。
- 2.3.2. 容量瓶^(註)：25 mL、100 mL，pyrex 材質。
- 2.3.3. 漏斗^(註)：pyrex 材質。
- 2.3.4. 石墨管。

註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 6 M 鹽酸溶液：

量取鹽酸 500 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.2. 0.1 M 硝酸溶液：

量取硝酸 7 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.3. 0.05 M 硝酸溶液：

量取 0.1 M 硝酸溶液 500 mL，加去離子水使成 1000 mL。

2.5. 標準溶液之配製：

精確量取鉛標準品 10 mL，以 0.05 M 硝酸溶液定容至 100 mL，作為標準原液，再以 0.05 M 硝酸溶液稀釋，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取檢體約 100 g 均質後^(註)，取約 5 g，精確稱定，置於坩堝中。於加熱板上先以低溫乾燥，再以高溫碳化後，移入灰化爐中。先以 200°C 加熱 2 小時，再升溫至 450°C，加熱 8 小時，冷卻後取出。若未完全灰化，則加入硝酸 1 mL 溼潤，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。冷卻至室溫，取出坩堝，以 6M 鹽酸溶液 5 mL 溶解，再置於加熱板蒸乾。加入 0.1 M 硝酸溶液 15 mL，加蓋靜置 1~2 小時，移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水洗滌坩堝蓋及坩堝內壁二次，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一坩堝，置於加熱板上，先以低溫乾燥，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

註：檢體為固體時應以粉碎機均質。

2.7. 含量測定：

精確量取空白檢液 20 μ L 及基質修飾劑 2 μ L，注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長 283.3 nm 處參照下列條件測定吸光值，檢液及標準溶液依序按上述空白檢液同樣操作。將檢液吸光值扣除空白檢液吸光值後與標準溶液所得之吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)。

$$\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(μ g/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

石墨爐式原子吸收光譜儀測定條件^(註)：

| 條件 步驟 | 溫度(°C) | 升溫時間(sec) | 持續時間(sec) | 氣體流量(mL/min) | 氣體類別 |
|----------|--------|-----------|-----------|--------------|------|
| 乾 燥 | 110 | 5 | 30 | 250 | 氫氣 |
| | 130 | 15 | 30 | 250 | 氫氣 |
| 灰 化 | 450 | 10 | 20 | 250 | 氫氣 |
| | 650 | 10 | 20 | 250 | 氫氣 |
| 原子化 | 1600 | — | 5 | — | — |
| 清 除 | 2450 | 1 | 3 | 250 | 氫氣 |

註：若無法依表內測定條件分析，則參照所使用儀器之適合條件設定。

備註：1.本檢驗方法之最低檢出限量為 0.002 ppm。

2.食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。