

以高壓分解法前處理之重金屬分析方法探討

童陳美 張碧秋 周蕙修

第四組

食品檢體中重金屬元素的分析，一般均需經過分解，消化成水溶液，再利用各種儀器方法作目的元素之測定。常採用的分解方法有乾式灰化法及濕式消化法，其中屬於後者之一的高壓分解法¹是在高壓高溫下，使密閉於鐵氟龍容器中之試樣，在少量酸劑和氧化劑之作用下，達到分解目的，兼具快速、簡單特性，不會造成汞及砷等元素之逸失，且會降低由試藥及容器所導入的背景值，符合微量分析的要求。因此，本計畫擬用高壓分解法消化食品檢體，再分別以離子耦合感應電漿 (ICP-AES) 測定食品中鉛、銅和鎘含量；以氫化原子吸光分光光譜儀 (HAAS) 測定食品中汞和砷含量。

精確稱取適量檢體 (米、太白粉、麵粉各 0.3 g，豬肝約 1g)，依分析元素種類採用下列分解條件^{2,3}。①鉛、銅和鎘：加 1ml 硝酸及過氧酸混合溶液 (2:1)，在壓力 1kpm，溫度 170°C，加熱 3 小時放冷後以去離子水定容至 10ml。②汞：加 1ml 硝酸和 1ml 過氧酸，在 1kpm，170°C 加熱 3 小時，放冷後以去離子水定容至 10ml。③砷：依汞同樣處理步驟所得的檢液，再加入 1ml 硫酸，慢慢加熱蒸乾至約 2ml，再以去離子水定容至 10ml。鉛於 220.353nm，銅於 304.754nm，鎘於 214.438nm，以 ICP-AES 檢測定量之；汞於 253.7nm，砷於 193.7nm，以 AAS 檢測定量之。實驗結果顯示：鉛、銅、鎘、汞及砷之標準溶液加至麵粉及豬肝的回收率約在 87~114% 之間 (如表一、表二)，其偵測極限分別為 101ppb、3.39ppb、5.91ppb、30ng 及 20ng。但由於高壓分解法僅能處理少量的檢體，且所配合儀器的偵測極限有限，因此目前本方法僅適合銅的檢測。

表一 麵粉中鉛、銅、鎘、汞和砷檢測之回收率

元素名稱	添加量 μg	回收率		平均值 %
		平均回收率 Mean%	變異係數 C.V.%	
鉛	1	74	41	87
	10	100	4	
銅	0.1	80	61	100
	1	113	4	
	10	108	1	
鎘	0.1	83	51	105
	1	120	8	
	10	111	10	
汞	0.1	88	3	90
	0.2	92	6	
砷	0.05	90	18	92
	0.1	93	11	

表二 豬肝中鉛、銅、鎘、汞和砷檢測之回收率

元素名稱	添加量 μg	回收率		平均值 %
		平均回收率 Mean%	變異係數 C.V.%	
鉛	10	107	1	-
銅	1	78	24	88
	10	98	1	
鎘	1	116	5	114
	10	112	1	
汞	0.1	81	12	89
	0.2	96	3	
砷	0.1	88	15	-

以高壓分解法前處理之重金屬分析方法探討

參考文獻

1. Kotz L., G. Henze, G. Kaiser, S. Pahlbe, M. Veber. and G. To'lg, 1979 Wet Mineralization of Organic Matrices in Glassy Carbon Vessels in a Pressure Bomb system for Trace Element Analysis. *Talanta*.
2. 楊末雄. 1987. 以感應耦合電漿原子發射光譜法及氫化原子吸收光譜法建立環境及生

物樣品中微量元素之準確分析技術。中國化學會, 45, 97.

3. Welz B. and M. Melcher, 1985, Decomposition of Marine Biological Tissues for Determination of Arsenic Selenium, and Mercury Using Hydride-Generation and Cold-Vapor Atomic Absorption Spectrometry. *Anal. Chem.* 57, 427-431.

DETERMINATION OF HEAVY METAL BY HIGH PRESSURE BOMB DIGESTION METHOD FOR PRETREATMENT

CHERNG-MEI TUNG, BIH-CHIOU CHANG AND SHIN-SHOUN CHOY

DIVISION OF FOOD CHEMISTRY

ABSTRACT

The pretreatment of food by high pressure bomb digestion method for heavy metal analysis was studied. The amount of cadmium, copper and lead were determined by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrophotometry (ICP-AES), while mercury and arsenic were determined by Atomic Absorption Spectro-

photometry. The recoveries of lead, copper, cadmium, mercury and arsenic added to human and swine liver samples were 87-114%, the detection limit of heavy metals which mentioned above were 101 ppb, 3.39ppb, 5.91 ppb, 30ng and 20ng respectively. This method was most suitable for copper analysis.