

酒類中鉛之檢驗方法（二）

Method of Test for Alcoholic Beverages – Test of Lead (2)

94年9月7日行政院衛生署授食字第0949426262號公告

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於酒類中鉛之檢驗。
2. 檢驗方法：感應耦合電漿質譜法（inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS）
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀（Inductively coupled plasma mass spectrometer）：量測之質量範圍必須涵蓋6~240 amu。
 - 2.1.2. 加熱板（Hot plate）。
 - 2.1.3. 烘箱（Oven）：循環送風式，附排氣設備。
 - 2.2. 試藥：

硝酸採用重金屬超微量級；鉛標準品（1,000 $\mu\text{g/mL}$ ）及銻標準品（1,000 $\mu\text{g/mL}$ ）均採用感應耦合電漿分析級；去離子水（電阻係數可達18 $\text{m}\Omega\text{-cm}$ 以上）。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶^(註)：25 mL、100 mL、1000 mL，pyrex材質。
 - 2.3.2. 試管^(註)：18×200 mm，pyrex材質。
 - 2.3.3. 漏斗^(註)：pyrex材質。

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，再以去離子水沖洗三次後，乾燥備用。
 - 2.4. 1%硝酸溶液之調製：

量取硝酸15 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加去離子水使成1000 mL。
 - 2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銻標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，作為內部標準原液。使用時再以1%硝酸溶液稀釋至濃度為10 ng/mL，供作內部標準溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

精確量取鉛標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，作為標準原液。使用時再以1%硝酸溶液稀釋至1~10 ng/mL，供作標準溶液。
 - 2.7. 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液10 mL及內部標準溶液 1 mL，混合均勻，

注入感應耦合電漿質譜儀中，於質量206、207或208處參照下列條件進行分析，就鉛與銻強度比與對應之鉛濃度，製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

感應耦合電漿無線電頻功率：1100 W

取樣錐及削減錐：鎳或鉑材質

電漿氬氣流速：15 L/min

輔助氬氣流速：1.3 L/min

霧化氬氣流速：0.96 L/min

註：無法依上述測定條件分析時，則參照所使用儀器之適合條件設定。

2.8. 檢液之調製：

含二氧化碳之檢體應先去除二氧化碳。精確量取檢體5 mL，置於試管中，於90°C烘箱內加熱蒸發去除酒精至約2 mL，待冷卻後加入硝酸2mL，於加熱板上以緩慢加熱方式進行消化，直至溶液澄清透明，冷卻至室溫後，移入25mL容量瓶中，以去離子水洗滌試管內壁，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容後，供作檢液。另取一空白試管依上述步驟操作，作為空白試驗。

2.9. 含量測定：

精確量取檢液10mL及內部標準溶液1mL混合均勻，注入感應耦合電漿質譜儀中，於質量206、207或208處參照2.7節測定條件進行分析，就鉛與銻強度比及標準溶液與內部標準品之強度比比較之，並依下列計算式求出檢體中鉛之含量(mg/L)。

檢體中鉛之含量(mg/L)= C × F

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(mg/L)

F：檢體稀釋倍數

附註：1. 本檢驗方法之最低檢出限量為0.001 mg/L。

2. 檢體中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。

3. 改用感應耦合電漿原子發射光譜儀(inductively coupled plasma-optical emission spectrometer, ICP-OES)時，應經適當之驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)之驗證或方法確效。