

# 總目錄

摘要.....	i
總目錄.....	iii
表目錄.....	vi
圖目錄.....	viii

## 第一章 前言

一、鈹 (Be) 的性質與用途.....	1
二、鈹的污染來源與對人體的傷害.....	2
三、鈹的相關法令規定.....	3
四、研究動機.....	4

## 第二章 文獻回顧

一、橄欖葉中鈹的分析方法.....	6
二、選用石墨式原子吸光法的理由.....	6
三、石墨式原子吸收光譜儀(GFAAS)的基本原理.....	7
1. 中空陰極燈管.....	7
2. Zeeman 背景校正系統.....	8
3. 基質修飾劑.....	10
4. 合適的加溫程式.....	10
(1) 乾燥.....	10
(2) 灰化.....	10
(3) 原子化.....	11
(4) 清除.....	11



四、適當的前處理步驟 .....	12
1. 微波消化 .....	12
2. 固相萃取 .....	13
五、選用 acetylacetonone ( acac ) 作為 Be( )之螯合劑 .....	15
第三章 實驗部份	
一、儀器設備及材料 .....	18
二、藥品與試劑 .....	21
三、玻璃器皿之清洗 .....	23
四、實驗步驟 .....	24
1. 藥品和溶液之配製 .....	24
2. 橄欖葉樣品之來源、保存及添加已知量鉍於橄欖葉樣品中之配製 .....	25
3. 橄欖葉中鉍的測定方法 .....	26
4. 直接將鉍配製在甲醇中之檢量線 .....	30
5. 橄欖葉中鉍經 Oasis cartridge 之固相濃縮步驟 .....	30
6. 石墨式原子吸光儀之設定條件 .....	33
7. 以添加回收率和標準添加法檢量線之斜率作為本方法可行性之評估 .....	33
第四章 結果與討論	
一、實驗各項參數之探討 .....	35
1. 比較有添加與未添加 acac 時對鉍測定的影響 .....	36
2. 微波消化條件之建立 .....	37
(1) 濃 HNO <sub>3</sub> 用量的選擇 .....	37
(2) H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 用量的選擇 .....	38

(3)微波消化溫度及時間的選擇.....	39
(4)一階段和二階段微波效果之的比較.....	41
3. 乙醯丙酮和醋酸鉍緩衝溶液用量之探討.....	40
(1) 醋酸鉍緩衝溶液用量之選擇.....	40
(2) 乙醯丙酮 ( acac ) 用量之選擇.....	42
(3) 醋酸鉍緩衝溶液 pH 值之探討 .....	43
4. 比較不同的固相濃縮材質和沖提體積.....	44
5. 石墨式原子吸光儀加溫程式之探討.....	45
(1) 乾燥步驟的探討.....	45
(2) 灰化步驟的探討.....	46
(3) 原子化步驟的探討 .....	48
二、檢量線、方法偵測極限和回收率.....	49
1. 檢量線.....	49
2. 方法偵測極限 ( method detection limit, MDL ) .....	55
3. 回收率測試 .....	56
第五章 結論與建議.....	60
參考文獻 .....	62
附錄一 Summary of certified values for olive leaves.....	70
附錄二 直接將鉍配製在甲醇中之檢量線〔數據範例〕 .....	71
附錄三 使用標準添加法所得之檢量線〔數據範例〕 .....	74
附錄四 如何求得 MDL 之範例 .....	82

## 表目錄

表 2-1.	溶劑極性強度.....	14
表 2-2.	鉍在 pH 值 4 至 6 的物種分布(以%表示).....	17
表 3-1.	使用石墨式原子吸光儀測定橄欖葉中 $\text{Be}^{2+}$ (濃縮於 甲醇後) 的加溫程式.....	30
表 3-2.	使用石墨式原子吸光儀測定鉍之設定條件.....	33
表 4-1.	直接將鉍配製於甲醇中所得之檢量線.....	50
表 4-2.	標準添加法檢量線及橄欖葉中 ( BCR No. 62 ) 之含 量.....	53
表 4-3.	標準添加法檢量線及橄欖葉中 ( 東大附小 ) 鉍之含量 .....	53
表 4-4.	標準添加法檢量線及橄欖葉中 ( 新竹寶山 ) 鉍之含量 .....	54
表 4-5.	標準添加法檢量線及橄欖葉中 ( 彰化田尾 ) 鉍之含量 .....	54
表 4-6.	標準添加法檢量線及橄欖葉中 ( 桃園大溪 ) 鉍之含量 .....	55
表 4-7.	使用本方法測得橄欖葉中鉍的方法偵測極限 ( MDL ) 值.....	56
表 4-8.	添加 $\text{Be}^{2+}$ 於橄欖葉參考樣品 BCR NO. 62 (20 mg) 之 回收率.....	57

表 4-9.	添加 $\text{Be}^{2+}$ 於東大附小橄欖葉樣品(20 mg)之回收率.....	57
表 4-10.	添加 $\text{Be}^{2+}$ 於新竹寶山橄欖葉樣品(20 mg)之回收率 .....	58
表 4-11.	添加 $\text{Be}^{2+}$ 於彰化田尾橄欖葉樣品(20 mg)之回收率.....	58
表 4-12.	添加 $\text{Be}^{2+}$ 於桃園大溪橄欖葉樣品(20 mg)之回收率 .....	59
表 5-1.	所測試五種橄欖葉中(20 mg)鉍的濃度.....	61

## 圖目錄

圖 2-1. 中空陰極燈管之構造圖.....	8
圖 2-2. 以 Zeeman 效應為基礎作為原子吸收光譜的背景校正系統.....	9
圖 2-3. Oasis HLB 固相萃取吸附劑的結構式.....	14
圖 2-4. 鈹與 acac 螯合物之結構圖.....	16
圖 2-5. acac 形成 enol form 的形式.....	16
圖 3-1. 微量樣品鐵氟龍消化瓶.....	26
圖 3-2. 鎖瓶工具圖.....	27
圖 3-3. 實驗流程圖.....	28
圖 3-4. 固相萃取濃縮步驟裝置圖.....	32
圖 4-1. 有無添加 acac 對鈹吸光度之的影響.....	37
圖 4-2. 濃 HNO <sub>3</sub> 用量對鈹吸光度之影響.....	38
圖 4-3. H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 用量對鈹吸光度之影響.....	39
圖 4-4. 微波消化的溫度對鈹吸光度之影響.....	40
圖 4-5. 微波加熱時間對鈹吸光度之影響.....	41
圖 4-6. 醋酸銨緩衝溶液用量對鈹吸光度之影響.....	42
圖 4-7. acac 用量對鈹吸光度的影響.....	43
圖 4-8. 醋酸銨緩衝溶液之 pH 值對鈹吸光度之影響.....	44
圖 4-9. GFAAS 測定 20 μL 甲醇溶液中含有 7 pg 鈹之示範圖譜.....	46
圖 4-10. 灰化溫度對鈹吸光度之影響.....	47
圖 4-11. 灰化時間對鈹吸光度之影響.....	47

圖 4-12. 原子化溫度對鈹吸光度之影響.....	48
圖 4-13. 原子化時間對鈹吸光度之影響.....	49
圖 4-14. 比較直接將鈹配製於甲醇中之檢量線與標準添加法 之檢量線 .....	51