

穀類中重金屬檢驗方法

Method of Test for Heavy Metals in Grains

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於米類、麥類、供直接食用之麥麩及小麥胚芽及其他穀類中砷、鎘、汞及鉛之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.2. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；砷(arsenic)、鎘(cadmium)、汞(mercury)、鉛(lead)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；鍺(germanium)、銻(rhodium)、銱(iridium)及鉍(bismuth)內部標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE材質。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸(試藥特級)蒸氣酸洗2小時後，取出，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 5% (w/w)硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 50 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加入去離子水使成1000 mL。

2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取鍺、銻、鉍及鈹內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL^(註)，分別以5% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液及金標準原液。臨用時取適量各內部標準原液混合，加入金標準原液，以5% (w/w)硝酸溶液稀釋至1 µg/mL (含金標準品10 µg/mL)，供作內部標準溶液。

註：添加金標準品之目的係與汞形成汞齊錯合物，以穩定汞元素及減少汞之記憶效應(memory effect)或跨次干擾(carryover)。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取砷、鎘、汞及鉛標準品各0.5 mL，分別以5% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量各標準原液混合，加入內部標準溶液，以5% (w/w)硝酸溶液配製為0~10 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL及金標準品濃度100 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.7. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，就砷、鎘、汞或鉛與其內部標準品訊號強度比值，與對應之砷、鎘、汞或鉛濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氫氣流速：15 L/min。

輔助氫氣流速：0.9 L/min。

霧化氫氣流速：1.0 L/min。

偵測離子(m/z)：

分析元素		對應之內標元素	
砷	75	鍺	74
鎘	114、111、112	銻	103
汞	202、200、201	鉍	193
鉛	208、206、207	鈹	209

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器設定適合之測定條件。

2.8. 檢液之調製：

將檢體均質後，取約0.5 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加

入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容至50 mL，移入儲存瓶中，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件^(註)：

步驟 \ 條件	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1	1000	5	0	100
2	1000	15	5	220
3	1800	10	10	240

註：上述消化條件不適時，可依所使用之裝置設定適合之消化條件。

2.9. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速率分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依2.7.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中砷、鎘、汞或鉛與其內部標準品訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中砷、鎘、汞或鉛之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中砷、鎘、汞或鉛之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中砷、鎘、汞或鉛之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷、鎘、汞或鉛之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，砷、鎘、汞及鉛均為0.02 mg/kg。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
3. 以其他儀器檢測時，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。

參考文獻：

1. U.S. Food and Drug Administration. 2020. Elemental analysis manual for food and related products. 4.7. Inductively coupled

plasma - mass spectrometric determination of arsenic, cadmium, chromium, lead, mercury, and other elements in food using microwave assisted digestion.

2. Mataveli, L. R., Buzzo, M. L., de Arauz, L. J., Carvalho, M. F., Arakaki, E. E., Matsuzaki, R. and Tiglia, P. 2016. Total arsenic, cadmium, and lead determination in Brazilian rice samples using ICP-MS. *J. Anal. Methods Chem.* 2016: 1-9.