

蔬果植物類、果醬和果凍食品中重金屬檢驗方法

Method of Test for Heavy Metals in Vegetables, Fruits, Jams and Jellies

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果植物類(包括藻類及乾豆類，惟菇蕈類除外)中鉛及鎘、果醬和果凍中鉛、藻類中汞及堅果和油籽中鎘之檢驗。
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(67-70%)採用超純級及試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鉛(lead)、鎘(cadmium)、汞(mercury)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；銠(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<sup>(註)</sup>：石英玻璃或Teflon材質。
    - 2.3.2. 容量瓶<sup>(註)</sup>：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：

精確量取銻、鉍及鈹內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL<sup>(註)</sup>，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及金標準原液混合，以5% (w/w)硝酸溶液稀釋至1 µg/mL (含金標準品濃度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：

精確量取鉛、鎘及汞標準品各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0~25 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。就鉛、鎘及汞與其內部標準品之訊號強度比值，與對應之鉛、鎘及汞濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件<sup>(註)</sup>：

電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氬氣流速：15 L/min。

輔助氬氣流速：0.9 L/min。

霧化氬氣流速：1.0 L/min。

碰撞氬氣流速：4 mL/min。

偵測離子(m/z)：

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

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，取生鮮蔬果植物類檢體約2 g，精確稱定；果醬

、果凍、乾豆類、堅果及油籽檢體約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<sup>(註)</sup>：

| 條件<br>步驟 | 輸出功率<br>(W) | 升溫時間<br>(min) | 持續時間<br>(min) | 溫度控制<br>(°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鉛、鎘或汞與其內部標準品之訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛、鎘或汞之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中鉛、鎘或汞之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛、鎘或汞之濃度(ng/mL)

C<sub>0</sub>：由標準曲線求得空白檢液中鉛、鎘或汞之濃度(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，生鮮蔬果植物類(菇蕈類除外)中鉛及鎘均為0.005 mg/kg，乾豆類中鉛及鎘均為0.02 mg/kg，藻類中鉛、鎘及汞均為0.005 mg/kg，果醬和果凍中鉛為0.02 mg/kg，堅果和油籽中鎘為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. Chew, G., Sim, L. P., Ng, S. Y., Ding, Y., Shin, R. Y. C. and Lee, T. K. 2016. Development of a mushroom powder Certified Reference Material for calcium, arsenic, cadmium and lead measurements. *Food Chem.* 190: 293-299.
2. U.S. Food and Drug Administration. 2015. 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.  
[<https://www.fda.gov/media/87509/download>]
3. Bakkali, K., Martos, N. R., Souhail, B. and Ballesteros, E. 2012. Determination of heavy metal content in vegetables and oils from Spain and Morocco by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Anal. Lett.* 45: 907-919.