

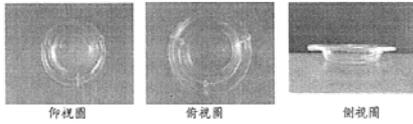
食米中重金屬檢驗方法—汞之檢驗修正總說明

為加強食品中重金屬之管理，並依據食品安全衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰擬具「食米中重金屬檢驗方法—汞之檢驗」，主要修正為：增列「附註三、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」。

食米中重金屬檢驗方法—汞之檢驗修正草案對照表

| 修正規定 | 現行規定 | 說明 |
|--|--|---|
| <p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食米中汞之檢驗。</p> <p>2.檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，以汞原子螢光光譜儀(mercury atomic fluorescence spectrometer, AFS)分析之方法。</p> <p>2.1.裝置：</p> <p>2.1.1.汞原子螢光光譜儀：附連續式冷蒸氣發生器。</p> <p>2.1.2.微波消化器(Focused microwave digester)：聚焦式，可設定微波輸出功率。</p> <p>2.1.3.攪拌均質機(Blender)。</p> <p>2.1.4.粉碎機(Mill)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之收集盤及孔徑 1 mm 之篩網。</p> <p>2.1.5.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在$\pm 0.3^{\circ}\text{C}$以內者。</p> <p>2.2.試藥：硝酸、鹽酸及硫酸均採用低汞級(Hg 0.005 ppm 以下)；氯化亞錫(stannous chloride)採用低汞級(Hg 0.01 ppm 以下)；五氧化釩(vanadium pentaoxide)及尿素均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；汞標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用 ICP 級。</p> <p>2.3.器具及材料(註)：</p> <p>2.3.1.消化瓶：50 mL，附 30 cm 冷凝管，Pyrex 材質。</p> <p>2.3.2.容量瓶：25 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。</p> | <p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食米中汞之檢驗。</p> <p>2.檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，以汞原子螢光光譜儀(mercury atomic fluorescence spectrometer, AFS)分析之方法。</p> <p>2.1.裝置：</p> <p>2.1.1.汞原子螢光光譜儀：附連續式冷蒸氣發生器。</p> <p>2.1.2.微波消化器(Focused microwave digester)：聚焦式，可設定微波輸出功率。</p> <p>2.1.3.攪拌均質機(Blender)。</p> <p>2.1.4.粉碎機(Mill)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之收集盤及孔徑 1 mm 之篩網。</p> <p>2.1.5.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在$\pm 0.3^{\circ}\text{C}$以內者。</p> <p>2.2.試藥：硝酸、鹽酸及硫酸均採用低汞級(Hg 0.005 ppm 以下)；氯化亞錫(stannous chloride)採用低汞級(Hg 0.01 ppm 以下)；五氧化釩(vanadium pentaoxide)及尿素均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；汞標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用 ICP 級。</p> <p>2.3.器具及材料(註)：</p> <p>2.3.1.消化瓶：50 mL，附 30 cm 冷凝管，Pyrex 材質。</p> <p>2.3.2.容量瓶：25 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。</p> | <p>增列「附註三、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」。</p> |

2.3.3.坩鍋：50 mL，瓷製，附蓋(如圖，與坩鍋間需留有空隙以利加熱時氣體排除)，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，再的去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 五氧化釩硫酸溶液：

取五氧化釩約 10 g 置坩鍋中，以 200°C 加熱 24 小時後，以 350°C 加熱 72 小時，冷卻後，稱取 1 g，加入硫酸使成 1000 mL，攪拌溶解後備用。

2.4.2. 氯化亞錫溶液：

稱取氯化亞錫 50 g，加入去離子水 900 mL，再緩緩加入鹽酸 100 mL 溶解。臨用時調製。

2.4.3.0.1 N 硝酸溶液：

取硝酸 7 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加入去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 10% 尿素溶液：

稱取尿素 10 g，以去離子水溶解使成 100 mL。

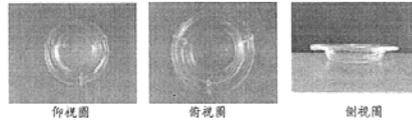
2.5. 汞標準溶液之配製：

精確量取汞標準品 1 mL，以 0.1 N 硝酸溶液定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.1 N 硝酸溶液稀釋至 0.1~1 ng/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取檢體約 100 g 均質(註)，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中。緩

2.3.3.坩鍋：50 mL，瓷製，附蓋(如圖，與坩鍋間需留有空隙以利加熱時氣體排除)，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，再的去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 五氧化釩硫酸溶液：

取五氧化釩約 10 g 置坩鍋中，以 200°C 加熱 24 小時後，以 350°C 加熱 72 小時，冷卻後，稱取 1 g，加入硫酸使成 1000 mL，攪拌溶解後備用。

2.4.2. 氯化亞錫溶液：

稱取氯化亞錫 50 g，加入去離子水 900 mL，再緩緩加入鹽酸 100 mL 溶解。臨用時調製。

2.4.3.0.1 N 硝酸溶液：

取硝酸 7 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加入去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 10% 尿素溶液：

稱取尿素 10 g，以去離子水溶解使成 100 mL。

2.5. 汞標準溶液之配製：

精確量取汞標準品 1 mL，以 0.1 N 硝酸溶液定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.1 N 硝酸溶液稀釋至 0.1~1 ng/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取檢體約 100 g 均質(註)，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中。緩

緩加入五氧化鈮硫酸溶液 10 mL，充分混合，放置 2 小時，再緩緩加入硝酸 10 mL。接上冷凝管放置 4 小時，移入微波消化器中，以微波功率 30W 加熱 10 分鐘，再以微波功率 80W 加熱 35 分鐘，反覆加熱操作至分解液呈淡黃色澄清，靜置 1~2 小時冷卻，緩緩加入 10% 尿素溶液 20 mL。充分混合，待反應完全，移入 50 mL 容量瓶中，以去離子水洗滌冷凝管及消化瓶，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一空白消化瓶，加入五氧化鈮硫酸溶液 10 mL，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

註：檢體為固體時應以粉碎機均質為宜。

2.7. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入汞原子螢光光譜儀中，依下列條件進行分析。就檢液、空白檢液及標準溶液所得之螢光放射強度值依下列計算式求出檢體中汞之含量(ppm)：

檢體中汞之含量(ppm) =

$$\frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中汞之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中汞之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

汞原子螢光光譜儀測定條件^(註)：

緩加入五氧化鈮硫酸溶液 10 mL，充分混合，放置 2 小時，再緩緩加入硝酸 10 mL。接上冷凝管放置 4 小時，移入微波消化器中，以微波功率 30W 加熱 10 分鐘，再以微波功率 80W 加熱 35 分鐘，反覆加熱操作至分解液呈淡黃色澄清，靜置 1~2 小時冷卻，緩緩加入 10% 尿素溶液 20 mL。充分混合，待反應完全，移入 50 mL 容量瓶中，以去離子水洗滌冷凝管及消化瓶，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一空白消化瓶，加入五氧化鈮硫酸溶液 10 mL，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

註：檢體為固體時應以粉碎機均質為宜。

2.7. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入汞原子螢光光譜儀中，依下列條件進行分析。就檢液、空白檢液及標準溶液所得之螢光放射強度值依下列計算式求出檢體中汞之含量(ppm)：

檢體中汞之含量(ppm) =

$$\frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中汞之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中汞之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

汞原子螢光光譜儀測定條件^(註)：

| 條件 步驟 | 時間 (秒) | 流速(mL/min) | | |
|----------|-----------|------------|-----|----------|
| | | 氯化亞錫 溶液 | 檢液 | 空白 試液 |
| 遲滯 | 10 | 4.5 | — | 9.0 |
| 反應 | 15 | 4.5 | 9.0 | — |
| 分析 | 50 | 4.5 | 9.0 | — |
| 清除 | 60 | 4.5 | — | 9.0 |

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。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為 0.005 ppm。

2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，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。

| 條件 步驟 | 時間 (秒) | 流速(mL/min) | | |
|----------|-----------|------------|-----|----------|
| | | 氯化亞錫 溶液 | 檢液 | 空白 試液 |
| 遲滯 | 10 | 4.5 | — | 9.0 |
| 反應 | 15 | 4.5 | 9.0 | — |
| 分析 | 50 | 4.5 | 9.0 | — |
| 清除 | 60 | 4.5 | — | 9.0 |

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。

備註：1. 本檢驗方法之定量極限為 0.005 ppm。

2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。