

畜禽類可食性內臟中重金屬檢驗方法－鉛及鎘之檢驗

Method of Test for Heavy Metals in Edible Offal of Livestock and Poultry- Test of Lead and Cadmium

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於畜禽類可食性內臟中鉛及鎘之檢驗。
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)：可設定微波輸出功率及溫度。
 - 2.1.3. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超微量級及試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)及銠(rhodium)內部標準品(10 µg/mL)均採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料^(註)：
 - 2.3.1. 容量瓶：20 mL、50 mL及100 mL，Pyrex材質。
 - 2.3.2. 儲存瓶：50 mL，PP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，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，乾燥備用。

 - 2.4. 1%硝酸溶液之調製：

取硝酸(超微量級) 15 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：

精確量取銠內部標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，移入儲存瓶中，供作內部標準溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

精確量取鉛及鎘標準品各0.1 mL，分別以1%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1%硝酸溶液稀釋至0.25～25 ng/mL (含內部標準品濃度10 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，就鉛或鎘與銦信號強度比值，與對應之鉛或鎘濃度，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。

電漿氬氣流速：17 L/min。

輔助氬氣流速：1.4 L/min。

霧化氬氣流速：1.02 L/min。

質量：

鉛：208、206、207；

鎘：114、112、111；

銦：103。

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0.2 mL及硝酸(超微量級) 6 mL，移入微波消化器中，依下列條件進行消化。放冷後移入20 mL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，移入儲存瓶中，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超微量級) 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)：

輸出功率(W)	升溫時間(min)	持續時間(min)	溫度控制(°C)
1800	20	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.節測定條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中鉛或鎘與銦信號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛或鎘之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鉛或鎘之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛或鎘之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛或鎘之濃度(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，鉛及鎘均為 0.01 ppm。
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

Ghimpeteanu, O. M., Das, K., Militaru, M. and Scippo, M. L. 2012. Assessment of heavy metals and mineral nutrients in poultry liver using inductively coupled plasma-mass spectrometer (ICP-MS) and direct mercury analyzer (DMA). Bull. UASMV, Vet. Med. 69: 258-266.