

水產動物類中重金屬檢驗方法－鉛及鎘之檢驗
Method of Test for Heavy Metals in Aquatic Animal– Test of Lead and Cadmium

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於水產動物類中鉛及鎘之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經酸消化後，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. 石墨熱板消化器(Graphite block digester)：附有溫度自動調節器。
 - 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：50 mL、100 mL 及 1000 mL，Pyrex 材質。
 - 2.3.2. 消化儲存瓶：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑 0.45 µm，Teflon 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，移入消化儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確量取

適量標準原液，共置於50 mL容量瓶中，加入內部標準溶液0.5 mL，以1%硝酸溶液稀釋至1~25 ng/mL(含內部標準品濃度10 ng/mL)，移入消化儲存瓶中，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

取檢體中可食部分300 g以攪拌均質器均質後，取約1 g，精確稱定，置於消化儲存瓶中，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超微量級)10 mL，於石墨熱板消化器中以60°C加熱消化30分鐘後，再升溫至95°C，加熱消化90分鐘。冷卻後取出，以去離子水定容至20 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。另取一空白消化儲存瓶，加入內部標準溶0.2 mL及硝酸(超微量級)10 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

2.8. 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：1300 W

電漿氫氣流速：15 L/min

輔助氫氣流速：0.2 L/min

霧化氫氣流速：0.8 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合時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

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2.8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 0.02 ppm。
 2. 食品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，應經適當驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)驗證，或方法確效。