

水產動物類中重金屬檢驗方法—鉛及鎘之檢驗修正草案總說明

為加強食品重金屬之管理，並依據食品衛生管理法第二十五條規定：「食品衛生檢驗之方法，由中央主管機關公告指定之。」爰修正「水產動物類中重金屬檢驗方法—鉛及鎘之檢驗」，其修正要點如下：

- 一、修正標準溶液之配製濃度範圍。
- 二、增列「標準曲線之製作」。
- 三、修正含量測定之計算公式。
- 四、修正鉛及鎘之檢出限量。
- 五、增修訂部分文字。

水產動物類中重金屬檢驗方法—鉛及鎘之檢驗修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>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</p> <p>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。</p> <p>2. 檢驗方法：<u>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。</u></p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。</p> <p>2.1.2. 石墨熱板消化器(Graphite block digester)：附有溫度自動調節器。</p> <p>2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</p> <p>2.2. 試藥：硝酸採用超微量級及試藥特級；<u>去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)</u>；鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL) 及 銻(rhodium)內部標準品(10 µg/mL)均採用 ICP 分析級。</p> <p>2.3. 器具及材料^(註)：</p> <p>2.3.1. 容量瓶：50 mL、100</p>	<p>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</p> <p>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。</p> <p>2. 檢驗方法：感應耦合電漿質譜法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀(Inductively coupled plasma mass spectrometer)。</p> <p>2.1.2. 石墨熱板消化器(Graphite block digester)：附有溫度自動調節器。</p> <p>2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</p> <p>2.1.5. <u>去離子水製造器(Deionized water generator)：電阻係數可達 18 MΩ·cm 以上。</u></p> <p>2.2. 試藥：硝酸採用超微量級及試藥特級；鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)及銻(rhodium)內部標準品(1000 µg/mL)均採用 ICP 分析級。</p> <p>2.3. 器具及材料^(註)：</p> <p>2.3.1. 容量瓶：50 mL、100</p>	<p>一、修正標準溶液之配製濃度範圍。</p> <p>二、增列「標準曲線之製作」。</p> <p>三、修正含量測定之計算公式。</p> <p>四、修正鉛及鎘之檢出限量。</p> <p>五、增修訂部分文字。</p>

<p>mL 及 1000 mL, Pyrex 材質。</p> <p>2.3.2. 消化儲存瓶：50 mL, PP 材質。</p> <p>2.3.3. 濾膜：孔徑 0.45 μm, Teflon 材質。</p> <p>註：器具經洗淨後，<u>使用</u> 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。</p> <p>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。</p> <p>2.5. 內部標準溶液之配製： 精確量取銻內部標準品 <u>10 mL</u>，以 1%硝酸溶液定容至 <u>100 mL</u>，移入儲存瓶中，<u>供作內部標準溶液</u>。</p> <p>2.6. 標準溶液之配製： 精確量取鉛及鎘標準品各 0.1 mL，<u>分別</u>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，<u>共置於</u> 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 <u>1~25 ng/mL</u> (含內部標準品濃度 10 ng/mL)，移入消化</p>	<p>mL 及 1000 mL, Pyrex 材質。</p> <p>2.3.2. 消化儲存瓶：50 mL, PP 材質。</p> <p>2.3.3. 濾膜：孔徑 0.45 μm, Teflon 材質。</p> <p>註：器具經洗淨後，<u>以酸</u> 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。</p> <p>2.4. 1%硝酸溶液之調製：<u>量</u>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。</p> <p>2.5. 內部標準溶液之配製： 精確量取銻內部標準品 <u>0.5 mL</u>，以 1%硝酸溶液定容至 <u>50 mL</u>，移入儲存瓶中，<u>作為內部標準原液</u>。 <u>臨用時精確量取內部標準原液 5 mL</u>，以 1%硝酸溶液定容至 50 mL，移入儲存瓶中，<u>作為內部標準溶液</u>。</p> <p>2.6. 標準溶液之配製： 精確量取鉛及鎘標準品各 0.1 mL，以 1%硝酸溶液定容至 50 mL <u>後</u>，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，<u>移入</u> 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 <u>0.1 ~ 10 ng/mL</u> (含內部標準品濃度 10 ng/mL)，移入消化</p>	
---	---	--

<p>儲存瓶中，供作標準溶液。</p> <p>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℃ 加熱消化 30 分鐘後，再升溫至 95℃，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，加入內部標準溶液 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。</p> <p>2.8. 標準曲線之製作： <u>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，就鉛或鎘與銨信號強度比值，與對應之鉛或鎘濃度，分別製作標準曲線。</u></p> <p><u>感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：</u></p> <p><u>電漿無線電頻功率：1300 W</u></p> <p><u>電漿氬氣流速：15 L/min</u></p> <p><u>輔助氬氣流速：0.2 L/min</u></p> <p><u>霧化氬氣流速：0.8 L/min</u></p> <p><u>質量：</u></p> <p><u>鉛：208、206、207</u></p> <p><u>鎘：114、112、111</u></p> <p><u>銨：103</u></p> <p><u>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。</u></p> <p>2.9. 含量測定：</p>	<p>儲存瓶中，供作標準溶液。</p> <p>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℃ 加熱消化 30 分鐘後，再升溫至 95℃，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，加入內部標準溶液 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。</p>	
<p>2.9. 含量測定：</p>	<p>2.8. 含量測定：</p>	

<p>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銨信號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛或鎘之含量(ppm)：</p> <p>檢體中鉛或鎘之含量</p> $(\text{ppm}) = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$ <p>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)</p> <p>附註：1. 本檢驗方法之<u>定量極限</u>鉛及鎘均為 <u>0.02 ppm</u>。 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。</p>	<p>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，參照以下測定條件進行分析，就檢液及標準溶液中鉛或鎘與銨信號強度比值比較之，並依下列計算式求出檢體中鉛或鎘之含量(ppm)。</p> <p>檢體中鉛或鎘之含量</p> $(\text{ppm}) = \frac{C \times V}{M \times 1000}$ <p>C：由標準曲線求得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)</p> <p><u>感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：</u> <u>電漿無線電頻功率：1300 W</u> <u>電漿氬氣流速：15 L/min</u> <u>輔助氬氣流速：0.2 L/min</u> <u>霧化氬氣流速：0.8 L/min</u> <u>質量：</u> <u>鉛：208、206、207</u> <u>鎘：111、112、114</u> <u>銨：103</u> <u>註：上述測定條件不適合時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。</u></p> <p>附註：1. 本檢驗方法之<u>檢出限量</u>鉛及鎘均為 <u>0.005 ppm</u>。 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。</p>	
---	--	--