

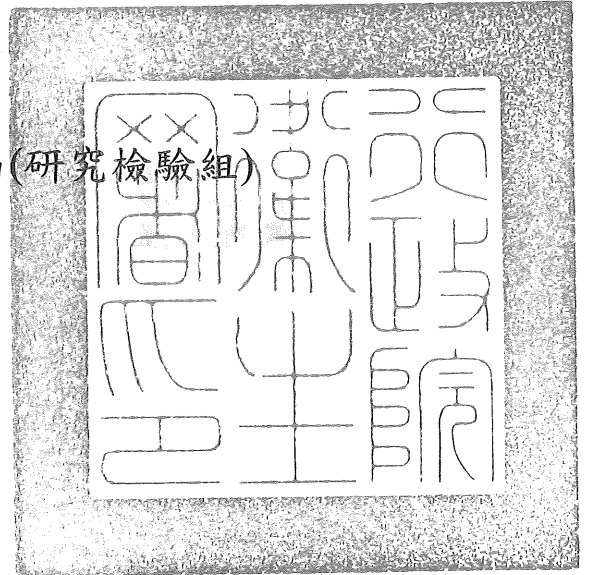
行政院衛生署 公告

受文者：行政院衛生署食品藥物管理局(研究檢驗組)

發文日期：中華民國99年10月11日

發文字號：署授食字第0991903439號

附件：檢驗方法草案1份



主旨：預告訂定「重金屬檢驗方法總則草案」，為食品衛生管理法所定之食品衛生檢驗方法。

依據：行政程序法第一百五十四條第一項。

公告事項：

一、訂定機關：行政院衛生署。

二、訂定依據：食品衛生管理法第二十五條。

三、草案內容如附件。本案另載於本署網站（網址：<http://www.doh.gov.tw>）之網頁及本署食品藥物管理局網站（網址：<http://www.fda.gov.tw>）之「本局公告」網頁。

四、對於本公告內容有任何意見或修正建議，請於本公告刊登公報之次日起20日內陳述意見或洽詢：

(一)承辦單位：行政院衛生署食品藥物管理局

(二)地址：台北市南港區昆陽街161-2號

(三)電話：(02) 26531490

(四)傳真：(02) 26531256

(五)電子郵件：barsax@fda.gov.tw

副本：行政院衛生署食品藥物管理局(食品組)、行政院衛生署食品藥物管理局(研究檢
驗組)



署長楊志良

本案依分層負責規定授權局長決行

裝

訂

線

重金屬檢驗方法總則草案

General Method of Test for Heavy Metals (Draft)

1. 適用範圍：

- 1.1. 行政院衛生署依衛生標準或特定需求公告之檢驗方法，則應採用該方法檢驗。
- 1.2. 本檢驗方法通則適用於食品、藥品及化妝品中重金屬分析，依元素分析種類、檢體基質、檢出限量及實驗室設備等，選擇適當之前處理消化方法（乾式消化法、酸消化法或微波輔助酸消化法），續配合適當之含量測定方法（火焰式原子吸收光譜法、石墨爐式原子吸收光譜法、感應耦合電漿放射光譜法或感應耦合電漿質譜法），組合成一個完整之適用分析方法，經方法確效並採相關品質管制規範。

2. 檢驗方法：

2.1. 裝置：

- 2.1.1. 火焰式原子吸收光譜儀（Flame atomic absorption spectrophotometer）。
- 2.1.2. 石墨爐式原子吸收光譜儀（Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer）。
- 2.1.3. 感應耦合電漿放射光譜儀（Inductively coupled plasma optical emission spectrometer）。
- 2.1.4. 感應耦合電漿質譜儀（Inductively coupled plasma mass spectrometer）。
- 2.1.5. 灰化爐（Furnace）：附有自動溫度調節器。
- 2.1.6. 電熱板（Hot plate）。
- 2.1.7. 微波消化裝置（Microwave digester）：具 1000 W 以上輸出功率，功率在 ± 12 W 以內，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
- 2.1.8. 酸蒸氣清洗裝置（Acid steam cleaning system）。
- 2.1.9. 攪拌均質機（Blender）：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。
- 2.1.10. 去離子水製造器（Deionized water generator）：去離子水之電阻係數可達 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上。

2.2. 試藥：

- 2.2.1. 硝酸採用試藥特級及超微量級，鹽酸採用超微量級。
- 2.2.2. 基質修飾劑 I（matrix modifier I，含硝酸鎂 $1000 \mu\text{g/mL}$ 之溶液）、基質修飾劑 II（matrix modifier II，含磷酸二氫銨 $10000 \mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 $500 \mu\text{g/mL}$ 之混合溶液）及基質修飾劑 III（matrix modifier III，含鈣 $1000 \mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 $600 \mu\text{g/mL}$ 之混合溶液）均採用 AA 分析級。

2.2.3. 對照用標準品：

2.2.3.1. 火焰式原子吸收光譜法或石墨爐式原子吸收光譜法：鉛標準品 (1000 µg/mL)、鎘標準品 (1000 µg/mL)、銅標準品 (1000 µg/mL)、銻標準品 (1000 µg/mL)、砷標準品 (1000 µg/mL)、汞標準品 (1000 µg/mL)、錫標準品 (1000 µg/mL) 及鋅標準品 (1000 µg/mL) 均採用 AA 或 ICP 分析級。

2.2.3.2. 感應耦合電漿放射光譜法或感應耦合電漿質譜法：鉛標準品 (1000 µg/mL)、鎘標準品 (1000 µg/mL)、銅標準品 (1000 µg/mL)、銻標準品 (1000 µg/mL)、砷標準品 (1000 µg/mL)、汞標準品 (1000 µg/mL)、錫標準品 (1000 µg/mL) 及鋅標準品 (1000 µg/mL) 均採用 ICP 分析級。

2.3. 器具及材料^(註)：

2.3.1. 容量瓶：25 mL、50 mL、100 mL 及 1000 mL，Pyrex 材質。

2.3.2. 儲存瓶：50 mL，PP 材質。

2.3.3. 坩堝：瓷製、石英玻璃或白金製者，附蓋。

2.3.4. 消化瓶：50 mL，玻璃、PP 或 Teflon 材質。

2.3.5. 高壓微波消化瓶：石英玻璃或 Teflon 材質。

2.3.6. 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. 溶劑之調製：

2.4.1. 1 N 硝酸溶液：

量取硝酸（超微量級）70 mL，緩緩加入去離子水 500 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.2. 1%硝酸溶液：

量取硝酸（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。

2.4.3. 6 M 鹽酸溶液：

量取鹽酸 500 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.5. 標準溶液之配製：

2.5.1. 火焰式原子吸收光譜法：

精確量取各標準品 0.1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 1~10 µg/mL，移入儲存瓶

中，供作標準溶液。

2.5.2. 石墨爐式原子吸收光譜法：

精確量取各標準品 0.1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 10~50 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.3. 感應耦合電漿放射光譜法：

精確量取各標準品 0.1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 10~1000 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.4. 感應耦合電漿質譜法：

精確量取各標準品 0.1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 1~25 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 乾式消化法 (Dry ashing)：適用於鉛、鎘、銅及鋅之檢驗。

取檢體 300 g 均質後，取約 1~5 g，精確稱定，置於坩堝中，於電熱板加熱碳化至無煙，移入灰化爐以 450°C 灰化 3~5 小時，如灰化不完全，放冷後加硝酸 0.5~3 mL，於電熱板加熱乾燥後，移入灰化爐以 450°C 灰化 3~5 小時，反覆操作至灰分成白色。放冷後以 6 M 鹽酸溶液 5 mL 溶解，再置於電熱板蒸乾，加 1 N 硝酸 5 mL 加熱溶解後，移入 25 mL 容量瓶中，並每次以 1 N 硝酸 5 mL 洗滌坩堝及坩堝蓋兩次，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容後，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白坩堝，依上述步驟操作，供作空白檢液。

2.6.2. 酸消化法 (Acid digestion)：適用於鉛、鎘、銅、鎘、砷、錫及鋅之檢驗。

取檢體 300 g 均質後，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中，加入硝酸（超微量級） 10 mL，於電熱板上以 60°C 加熱消化 30 分鐘後，再升溫至 95°C，加熱消化至澄清。放冷後移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水每次 5 mL 洗滌消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容後，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白消化瓶，依上述步驟操作，供作空白檢液。

2.6.3. 微波輔助酸消化法 (Microwave assisted acid digestion)：適

用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。
取檢體 300 g 均質後，取約 0.2~0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入硝酸（超微量級）10 mL，依下列條件進行消化至澄清。放冷後移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水每次 5 mL 洗滌高壓消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容後，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白高壓微波消化瓶，依上述步驟操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件：

條件 步驟	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)	壓力控制 (bar)
1	600	10	10	180	40
2	1000	10	20	180	40

註：上述消化條件不適時，依所使用之裝置，設定適合之消化條件。

2.7. 含量測定：

2.7.1. 測定：

2.7.1.1. 火焰式原子吸收光譜法 (Flame atomic absorption spectrophotometry, FAAS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、錫及鋅之檢驗。

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入火焰式原子吸收光譜儀中，依下列測定條件進行分析，就檢液之吸光值扣除空白檢液之吸光值，與標準溶液之吸光值比較之，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中各重金屬之含量 (ppm)。

火焰式原子吸收光譜儀測定條件：

元素	波長 (nm)	燃燒氣體	助燃氣體
鉛	283.3	乙炔	空氣
鎘	228.8	乙炔	空氣
銅	324.7	乙炔	空氣
銻	217.6	乙炔	空氣
錫	286.3	乙炔	笑氣 (N ₂ O)
鋅	213.9	乙炔	空氣

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.2. 石墨爐式原子吸收光譜法 (Graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、錫及鋅之檢驗。

精確量取檢液、空白檢液及標準溶液各 20 μL ，分別加入基質修飾劑（銅、銻、砷及錫使用基質修飾劑Ⅲ，鉛及鎘使用基質修飾劑Ⅱ，鋅使用基質修飾劑Ⅰ）2 μL ，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，鉛、鎘、銅、銻、砷、錫及鋅分別於 283.3 nm、228.8 nm、324.7 nm、217.6 nm、193.7 nm、286.3 nm 及 213.9 nm 依下列測定條件進行分析，就檢液之吸光值扣除空白檢液之吸光值，與標準溶液之吸光值比較之，並依 2.7.2.節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

石墨爐式原子吸收光譜儀測定條件：

步驟 \ 條件	溫度 (°C)	升溫時間 (sec)	持續時間 (sec)	氣體流量 (mL/min)	氣體類別
乾 燥	110	5	30	250	氫氣
	130	15	30	250	氫氣
灰 化	450	10	20	250	氫氣
	650	10	20	250	氫氣
原子化	1600	—	5	—	—
清 除	2450	1	3	250	氫氣

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.3. 感應耦合電漿放射光譜法 (Inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入感應耦合電漿放射光譜儀中，依下列測定條件進行分析，就檢液之放射強度扣除空白檢液之放射強度，與標準溶液之放射強度比較之，並依 2.7.2.節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

感應耦合電漿放射光譜儀測定條件：

電漿無線電頻功率	1300 W	
電漿氫氣流速	15.0 L/min	
輔助氫氣流速	0.2 L/min	
霧化氫氣流速	0.8 L/min	
波長 (nm)	鉛	220.353
	鎘	228.802
	銅	327.393
	銻	206.836

	砷	193.696
	汞	253.652
	錫	189.927
	鋅	206.200

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.4. 感應耦合電漿質譜法 (Inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，就檢液之強度扣除空白檢液之強度，與標準溶液之強度比較之，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

感應耦合電漿質譜儀測定條件：

電漿無線電頻功率	1300 W	
電漿氬氣流速	15.0 L/min	
輔助氬氣流速	0.2 L/min	
霧化氬氣流速	0.8 L/min	
質量	鉛	208、207、206
	鎘	114、111
	銅	63、65
	鋅	64、66
	銻	123
	砷	75
	汞	200

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.2 含量計算：

依 2.7.1. 節測定後，以下列計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

$$\text{檢體中各重金屬之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度 (μg/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. 依本檢驗方法總則分析其他重金屬時，應經方法確效並採相關品質管制規範。

2. 依本檢驗方法總則研擬並經確效或驗證之檢驗方法，應敘明適用之檢體類別、分析之元素種類及檢出限量。
3. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. 施如佳、陳石松、張美華、邱雅琦、陳怡如、鄭秋真、周薰修。2003.12月。台灣地區貝類重金屬含量分析方法探討及資料之建立。台灣食品科學技術學會第三十三次會員大會。
2. 陳石松、邱雅琦、施如佳、張美華、鄭秋真、周薰修。2003.12月。食米中重金屬（鎘、汞、鉛）含量之調查。台灣食品科學技術學會第三十三次會員大會。
3. 邱雅琦、施如佳、張美華、陳石松、鄭秋真、周薰修。2004.9月。市售根菜類含鉛量背景值調查。93年度食品衛生檢驗科技研討會。
4. 張美華、施如佳、邱雅琦、陳石松、鄭秋真、周薰修。2004.9月。市售動物內臟之含鉛量背景值調查。93年度食品衛生檢驗科技研討會。
5. 施如佳、陳石松、張美華、邱雅琦、陳怡如、鄭秋真、周薰修。2004.11月。台灣第區市售海洋魚類重金屬含量分析方法探討及資料之建立。台灣食品科學技術學會第三十四次會員大會。
6. 陳石松、李鳳綺、高雅敏、鄭秋真、周薰修。2005.5月。近海及養殖水產食品中有機汞化合物物種及含量之基本資料建立。2005年環境分析化學研討會。
7. 邱雅琦、張美華、施如佳、陳石松、高雅敏、陳泰華、鄭守訓、鄭秋真、周薰修。2005.9月。食米中重金屬（鎘、汞、鉛）含量之調查。94年度食品衛生檢驗科技研討會。
8. U.S.EPA. 2007. Method 7000B - Flame Atomic Absorption Spectrophotometry.
9. U.S.EPA. 2007. Method 7010 - Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry.
10. U.S.EPA. 2007. Method 6010C - Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry.
11. U.S.EPA. 2007. Method 6020A - Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry.
12. 行政院環境保護署 91.3.5 環署檢字第 0910014627 號公告修訂“重金屬檢測方法總則”。