

食米中重金屬檢驗方法—鉛及鎘之檢驗(草案)

Method of Test for Heavy Metals in Rice- Test of Lead and Cadmium

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食米中鉛及鎘之檢驗。
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)。
 - 2.1.3. 粉碎機(Mill)：不鏽鋼，附孔徑1 mm之篩網。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；過氧化氫採用超純級；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)及銨(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. 高壓微波消化瓶：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.3.2. 容量瓶：20 mL、50 mL、100 mL及1000 mL，Pyrex材質。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：0.45 µm，PTFE材質。

註：器具經洗淨後，以酸蒸氣清洗裝置，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(超純級) 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：

精確量取銨內部標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL後，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100 µL，分別以1%硝酸溶液定容至100 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0.5~25

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度注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，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)：

感應耦合電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氬氣流速：16 L/min。

輔助氬氣流速：1.475 L/min。

霧化氬氣流速：0.93 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：

檢體以粉碎機磨粉均質後，取約 0.5 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入內部標準溶液 200 μ L、硝酸(超純級) 6 mL 及過氧化氫 1.5 mL，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 洗滌高壓微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，經濾膜過濾，濾液移入儲存瓶中，供作檢液。另取一空白高壓微波消化瓶，加入內部標準溶液 200 μ L、硝酸(超純級) 6 mL 及過氧化氫 1.5 mL，以上述步驟同樣操作，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 ($^{\circ}$ 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。

2.9. 含量測定：

將檢液、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2.7.節條件進行分析，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)：

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

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。