

食鹽中重金屬檢驗方法－銅、鉛及鎘之檢驗(草案)
Method of Test for Heavy Metals in Food Grade Salt
– Test of Copper, Lead and Cadmium

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食鹽中銅、鉛及鎘之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經離子交換樹脂去鈉後，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(Inductively coupled plasma mass spectrometer)。
- 2.1.2. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。

2.2. 試藥：

硝酸採用試藥特級及超純級；氨水及冰醋酸採用超微量級；鈉基鉗合離子交換樹脂(Chelex-100, 100-200 mesh)；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)。銅標準品(1000 µg/mL)、鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)及銩(rhodium)內部標準品(1000 µg/mL)均採用 ICP 分析級。

2.3. 器具及材料^(註)：

- 2.3.1. 容量瓶：20 mL、50 mL、100 mL 及 1000 mL，Pyrex 材質，或同級品。
- 2.3.2. 濃縮管柱：10 mL，PP 材質。
- 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP 材質。
- 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 µm，Teflon 材質，或同級品。

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. 試劑之調製：

2.4.1. 2M 硝酸溶液：

量取硝酸(超純級) 125 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. 2M 氨水溶液：

量取氨水 260 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. 醋酸銨緩衝溶液：

量取冰醋酸 60 mL，緩緩加入去離子水 500 mL 中，加入氨水 85 mL，以氨水調整 pH 至 5.5，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 1% (v/v)硝酸溶液：

量取硝酸(超純級) 10 mL，緩緩加入去離子水 800 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.5. 離子濃縮管柱之製備：

取鈉基鉗合離子交換樹脂 2 g，裝填於濃縮管柱中，依序以去離子水 2 mL 沖洗 5 次、2M 硝酸溶液 1 mL 沖洗 3 次、去離子水 2 mL 沖洗 5 次、2M 氨水溶液 1 mL 沖洗 3 次及去離子水 2 mL 沖洗 5 次後備用。

2.6. 內部標準溶液之配製：

精確量取銨內部標準品 0.5 mL，以 1% (v/v)硝酸溶液定容至 50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時精確量取內部標準原液 5 mL，以 1% (v/v)硝酸溶液定容至 100 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準溶液。

2.7. 標準溶液之配製：

精確量取各標準品 0.1 mL，共置於 100 mL 容量瓶中，以 1% (v/v)硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為混合標準原液。臨用時精確量取 0.1~1.0 mL 混合標準原液，加入內部標準溶液 1.0 mL，以 1% (v/v)硝酸溶液定容至 100 mL，使濃度為 1~10 ng/mL (含內部標準品濃度 5 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.8. 檢液之調製：

取檢體約 10 g，精確稱定，以去離子水 1000 mL 溶解，加入內部標準溶液 0.2 mL，注入離子濃縮管柱，流速控制為每分鐘 4 mL，棄流出液。離子濃縮管柱依序以去離子水 1 mL 沖洗 5 次、醋酸銨緩衝溶液 5 mL 沖洗 4 次及去離子水 1 mL 沖洗 5 次，棄沖洗液。再以 2M 硝酸溶液 2 mL 沖提 5 次，收集並合併沖提液，以去離子水定容至 20 mL，經濾膜過濾，濾液移入儲存瓶中，供作檢液。另量取去離子水 1000 mL，加入內部標準溶液 0.2 mL，注入另一離子濃縮管柱，流速控制為每分鐘 4 mL，棄流出液。以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

2.9. 含量測定：

取檢液、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，依下列測定條件進行分析，就檢液及標準溶液所得各重金屬與銨信號強度比值比較之，並依下列計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各重金屬之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1300 W。

電漿氬氣流速：15 L/min。

輔助氬氣流速：0.2 L/min。

霧化氬氣流速：0.8 L/min。

質量：

銅：63、65。

鉛：208、206、207。

鎘：111、114。

銻：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。

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量銅、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。