

畜禽類可食性內臟中鉛及鎘含量檢驗方法開發

施又寧 賴怡甄 蔡孟晉 戴惠玉 朱正明 廖家鼎 高雅敏 王德原 陳惠芳

食品藥物管理署研究檢驗組

摘要

動物內臟為優質之蛋白質來源，亦為營養素含量豐富的食物。但環境中重金屬可經由食物鏈累積至禽畜動物體內，特別是內臟，因此人類因食用動物內臟會有累積重金屬之風險。為瞭解禽畜類可食性內臟中鉛及鎘含量現況，本研究採集市售豬內臟、家禽類內臟及牛內臟等可食性內臟檢體，共計17件，經微波酸消化後，以感應耦合電漿質譜儀(Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, ICP-MS)檢測，建立禽畜類可食性內臟之鉛及鎘含量檢驗方法。本方法取檢體加入濃硝酸，經微波消化器消化後，以ICP-MS進行分析。結果顯示，最佳微波消化條件為溫度240°C加熱30分鐘(升溫20分鐘，持溫10分鐘)；以ICP-MS分析時，質量數以鉛208及鎘114定量。本研究建立鉛及鎘標準曲線之相關係數皆達0.999以上，定量極限均為0.01 ppm，符合牛、羊、豬及家禽可食性內臟重金屬衛生標準(鉛0.5 ppm)之需求。分別檢測英國之動物內臟品管物質(FASPAS-T07221QC)、美國之牛肝標準參考物質(NIST-1577c)與歐盟之豬腎標準參考物質(ERM-BB186)，結果鉛及鎘之回收率分別為100.0 - 101.9%及94.7 - 104.3%。另分別添加鉛及鎘標準品於豬肝、豬心、豬腎、豬肚、豬肝連、豬大腸、豬小腸、雞心、雞胗及牛肚等樣品中，鉛及鎘之添加回收率分別介於86.2 - 129.7%及81.7 - 120.0%。17件市售產品檢測結果，1件豬腎檢體鎘含量為0.10 mg/kg、1件雞肝檢體鎘含量為0.04 mg/kg、及1件鴨肝檢體鉛及鎘含量分別為0.06及0.07 mg/kg，符合衛生福利部107年5月8日發布訂定之「食品中污染物質及毒素衛生標準」，其餘檢體則皆未檢出。

關鍵詞：鉛、鎘、內臟、微波消化法、感應耦合電漿質譜儀

前言

鉛、鎘屬自然界之物質，天然存在於地殼中，非生物體內必需且為有害之元素^(1,2)，世界衛生組織所屬之國際癌症研究機構(International Agency for Research on Cancer, IARC)將鉛列為疑似人類致癌物質(IARC: group 2B)，鎘為人類確定致癌因子(IARC: group 1)⁽³⁾；美國國家毒物研究計畫(the US

National Toxicology Program, NTP)已將鉛列為合理預期之致癌物質⁽⁴⁾，鎘為已知的人類致癌物質⁽⁵⁾。

最新研究報導，環境污染不但破壞動物之生存環境，也威脅著人類健康。隨著人口快速增長、工業化、交通運輸活動產生的廢氣、自然資源的濫砍濫伐，近年來重金屬對環境的污染已成為危害人類健康的主要風險⁽⁶⁾。鉛、鎘在工業用途上非常廣泛，透過工業活動產生釋

出於環境中。鎘之來源如生產染料，塑料，乾電池，瓷器等⁽⁷⁾。鉛之來源如採礦業、軍火、車輛廢氣、工廠排放物及鉛蓄電池廢料等⁽⁸⁾。

當環境遭到污染，污染物一併進入水體、土壤及空氣，直接或間接將有毒物質轉移到食物鏈上，便蓄積在生物之身體組織中，例如肝、腎與骨骼中⁽⁹⁻¹¹⁾，當人類食用受汙染的生物，便會暴露在重金屬之風險中。而重金屬具毒性且易蓄積或滲入體組織中⁽¹²⁾，因此，需制定食品中重金屬有毒元素之限量標準並加以管控，以降低人類暴露之風險，2001年歐盟(European Communities)之歐洲食品安全局(European Food Safety Authority, EFSA)訂定可食性禽畜動物內臟之重金屬鎘限量為0.5 mg/kg，在可食性禽畜動物肝臟及腎臟中重金屬鉛限量分別為0.5及1.0 mg/kg⁽¹³⁾。中國食品藥品監督管理局(China Food and Drug Administration, CFDA)規定鉛限量為0.5 mg/kg⁽¹⁴⁾，國際食品法典委員會(Codex Alimentarius Commission, CAC)規定鉛限量為0.5 mg/kg⁽¹⁵⁾。我國衛生福利部107年5月8日訂定之「食品中污染物質及毒素衛生標準」，在牛、羊、豬、禽之可食性內臟中鉛限量為0.5 mg/kg；在牛、羊、豬、禽、馬之肝臟中鎘限量為0.50 mg/kg；在牛、羊、豬、禽、馬之腎臟中鎘限量則為1.0 mg/kg。

牛、羊、豬及家禽類可食性動物內臟，如肝、腎可提供人體必須營養素⁽¹⁶⁾。許多中東國家認為動物內臟具有高價值，為日常飲食中的美味佳餚⁽¹⁷⁾，在很多餐廳是非常受歡迎的食物⁽¹⁸⁾。很多學者已經檢測出駱駝⁽¹⁹⁾、羊⁽²⁰⁾、牛肉品與可食性內臟中含有重金屬。根據Miranda等人(2005)發現，肝臟、腎臟會累積大量的重金屬，可能原因為肝臟是儲存與排毒器官，腎臟是主要的過濾器官⁽²¹⁾。Gilani等人(2016)於不同動物內臟中檢測出鉛含量，如牛肝 21.10 ± 3.30 mg/kg (n = 30)、羊肝 17.05 ± 5.17 mg/kg (n = 30)、牛腎 28.10 ± 3.39 mg/kg (n = 30)及羊腎

14.34 ± 4.62 mg/kg (n = 30)；鎘含量在牛肝 0.14 ± 0.02 mg/kg (n = 30)、羊肝 0.21 ± 0.40 mg/kg (n = 30)、牛腎 0.93 ± 0.13 mg/kg (n = 30)及羊腎 1.93 ± 0.41 mg/kg (n = 30)⁽²²⁾。除牛肝及羊肝之鎘含量在法規限量標準內，其餘都超出歐盟法規所訂定重金屬鉛及鎘之限量標準。食用含有高劑量鉛的食物與心血管、腎臟、神經及骨骼系統等疾病有關⁽²³⁻²⁵⁾。此外，當孕婦食用過量的鉛會導致嬰兒發育異常與畸形⁽²⁶⁾。

過量暴露鎘會引發急性鎘中毒，若長時間暴露於鎘環境中，會使腎臟功能受損(renal disorders and dysfunction)、骨骼軟化及引發心血管疾病⁽²⁷⁾。

因此，本研究目的為開發簡單、快速之檢驗方法，進行禽畜類可食性內臟中鉛及鎘含量測定，並經標準參考物質及添加回收試驗之驗證及確效，以供作家畜及家禽可食性內臟中重金屬鉛及鎘之稽查檢測，進而確保民眾健康。

材料與方法

一、檢體來源

105至106年於台北市傳統市場及大賣場抽樣市售動物內臟共17件檢體，包括豬肝、豬心、豬腎、豬肚、豬肝連、豬大腸、豬小腸、雞心、雞胗、雞肝、肥鵝肝、鴨肝及牛肚等。

二、材料與試劑

鉛標準溶液(Lead standard solution, 1000 mg/L)、鎘標準溶液(Cadmium standard solution, 1000 mg/L)及銨內部標準溶液(rhodium internal standard solution, 10 mg/L) (Merck, Germany)；超純級硝酸(Mallinckrodt Baker, USA)。動物性肝臟品管物質(FAPAS T07221QC) (Food and Environment Research Agency, UK)；牛肝標準參考物質(NIST 1577c) (National Institute of Standards and Technology, USA)；豬腎標準參

考物質(ERM BB186) (European Commission)。

三、儀器設備

- (一)感應耦合電漿質譜儀(Inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS) (Elan DRC-e, Perkin-Elmer Sciex, Canada)：儀器參數見表一。
- (二)微波消化儀(Microwave digester) (MARS 6, CRM, USA)：儀器參數見表二。
- (三)酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system) (TraceCLEAN, Milestone, Italy)。
- (四)去離子水製造機(Reagent water system) (Milli-Q, Millipore, USA)。

四、試驗方法

- (一)ICP-MS系統之線性範圍
取濃度0.1、1、5、7.5、10及25 ng/mL之

表一、感應耦合電漿質譜儀之儀器參數

Parameter	Condition
Nebulizer	Concentric
Spay Chamber	Cyclonic
Nebulizer Ar flow rate	1.00 L/min
RF power	1400 W
Ar plasma gas flow rate	17.0 L/min
Ar auxiliary gas flow rate	1.1 L/min
Auto lens	ON
Mass (m/z)	²⁰⁸ Pb and ¹¹⁴ Cd
Dwell time	500 ms
Sweeps	20
Readings	1
Replicates	580

表二、量測內臟製品中鉛和鎘之微波消化條件

Ramp time (min)	Hold time (min)	Power (W)	Temp. (°C)
20	10	1800	240

鉛及鎘標準溶液50 mL，利用ICP-MS進行分析，ICP-MS操作條件如表一所示，以求出鉛及鎘之線性範圍。

(二)微波消化最佳化條件之探討

1. 添加過氧化氫對於回收率影響
精確稱取品管物質FAPAS-T07221QC 0.5 g於石英消化管中，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸6 mL，再分別加入過氧化氫1、2及3 mL幫助有機物的分解，以密閉式微波裝置消化30分鐘(消化條件如表二)，放冷移入50 mL容量瓶中，以去離子水定容，最後以ICP-MS檢測品管物質之鉛、鎘含量，計算其回收率與變異係數，探討過氧化氫對回收率之影響。
2. 樣品取樣量對於回收率影響
精確稱取FAPAS-T07221QC 0.15、0.25及0.5 g，分別加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸6 mL，進行微波消化，消化完成後，放冷移入50mL容量瓶中，以去離子水定容，再以ICP-MS 檢測品管物質之鉛、鎘含量，計算其回收率與變異係數，探討樣品取樣量對回收率之影響。
3. 微波消化處理時間對回收率影響
精確稱取FAPAS-T07221QC 0.5 g，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸6 mL，進行微波消化，微波消化時間分別設定為30、60及90分鐘，消化完成後，放冷移入50 mL容量瓶中，以去離子水定容，再以ICP-MS檢測品管物質之鉛、鎘含量，並計算其回收率與變異係數，探討微波消化處理時間對回收率之影響。

(三)定量極限之探討

取豬心空白檢體0.5 g，添加含有已知量待測物之低濃度標準品(4及40 ng/mL)，進行7重複分析，以最佳消化條件消化後，利用ICP-MS分析，以其10倍標準差，作為

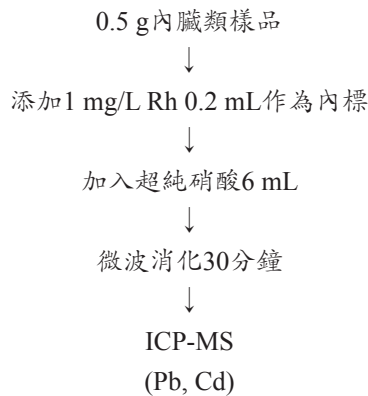
定量極限。

(四)標準參考物質及品管物質試驗

以FAPAS-T07221QC、NIST-1577c及ERM-BB186作為檢體，精確稱取0.5 g，以最佳消化條件消化後，經ICP-MS檢測並計算其回收率，管制範圍為回收率須介於80 - 120%。

(五)添加回收試驗

將空白內臟檢體進行添加回收試驗，於檢體中分別添加0.05、0.1及1 ppm之鉛及鎘標準品，以本研究建立之最佳操作程序(圖一)進行3重複分析，計算其回收率。



圖一、內臟中鉛及鎘之分析流程

(六)檢體之分析

抽驗市售內臟類食品(豬肝2件、豬心2件、豬腎1件、豬肚1件、豬肝連1件、豬大腸1件、豬小腸1件、豬肺1件、雞心1件、雞胗2件、雞肝1件、鴨肝1件、肥鵝肝1件及牛肚1件)共計17件檢體，以本研究建立之方法檢測鉛及鎘含量。

結果與討論

一、微波消化前處理條件測試

(一)添加過氧化氫對於品管物質(FAPAS

T07221QC)中鉛及鎘含量回收率之影響

依據Ghimpețeanu等人(2012)研究⁽²⁸⁾，依比例稱取FAPAS T07221QC 0.5 g，添加水15 mL、過氧化氫3 mL及硝酸6 mL進行30分鐘微波消化處理，最後以ICP-MS進行分析，其鉛及鎘的含量分別為 0.58 ± 0.03 及 1.02 ± 0.02 mg/kg，回收率為 87.1 ± 0.02 及 96.6 ± 0.02 %，利用此方法所測得的鉛及鎘含量均落於FAPAS T07221QC品管物質之濃度範圍。為了避免溶劑造成污染的偏差，本實驗探討添加不同量過氧化氫是否有助於回收率提升。實驗結果：未添加水及添加過氧化氫1、2及3 mL之品管物質鉛含量依序為 0.56 ± 0.03 、 0.58 ± 0.02 、 0.56 ± 0.01 及 0.55 ± 0.03 mg/kg，回收率分別為 84.2 ± 4.0 、 86.2 ± 2.7 、 83.8 ± 1.6 及 81.9 ± 5.2 %。鎘含量依序為 1.06 ± 0.01 、 1.03 ± 0.03 、 1.00 ± 0.01 及 1.00 ± 0.05 mg/kg，回收率分別為 97.8 ± 0.6 、 97.0 ± 2.8 、 94.7 ± 0.5 及 94.6 ± 4.4 %，彼此之間並無顯著差異性，且都落於品管物質之鉛、鎘含量範圍(表三)，顯示有無添加過氧化氫對於鉛及鎘之回收率並無影響。

(二)樣品取樣量對於品管物質(FAPAS T07221QC)中鉛、鎘含量回收率之影響

分別精確稱取FAPAS T07221QC 0.15、0.25及0.5 g，添加硝酸6 mL，進行30分鐘微波消化。實驗結果：品管物質之鉛含量為 0.63 ± 0.01 、 0.61 ± 0.02 及 0.61 ± 0.02 mg/kg，回收率分別為 94.7 ± 1.0 、 90.8 ± 2.9 及 91.8 ± 2.6 %；鎘含量為 1.01 ± 0.00 、 0.99 ± 0.04 及 1.04 ± 0.02 mg/kg，回收率分別為 95.5 ± 1.0 、 93.4 ± 0.6 及 98.44 ± 2.1 % (表四)。不同樣品取樣量之鉛及鎘回收率相近，可能原因為品管物質為凍乾後均質之樣品，其鉛、鎘含量較高且均勻，故取樣多寡對回收率並無影響。若樣品為未經乾燥之樣品，建議取樣量為0.5 g。

表三、消化過程中添加過氧化氫對於標準參考物質(FAPAS T07221QC)之鉛及鎘含量回收率影響

取樣量 (g)	硝酸 (mL)	H ₂ O (mL)	過氧化氫 (mL)	檢測值(mg/kg) ^a		QC回收率(%) ^b	
				Lead	Cadmium	Lead	Cadmium
0.5	6	15	3	0.58 ± 0.03	1.02 ± 0.02	87.1 ± 4.1	96.6 ± 1.8
		-	3	0.55 ± 0.03	1.00 ± 0.05	81.9 ± 5.2	94.6 ± 4.4
		-	2	0.56 ± 0.01	1.00 ± 0.01	83.8 ± 1.6	94.7 ± 0.5
		-	1	0.58 ± 0.02	1.03 ± 0.03	86.2 ± 2.7	97.0 ± 2.8
		-	-	0.56 ± 0.03	1.04 ± 0.01	84.2 ± 4.0	97.8 ± 0.6

^a FAPAS T07221QC: Pb, 0.668 mg/kg (0.441 - 0.895 mg/kg); Cd, 1.060 mg/kg (0.723 - 1.396 mg/kg)

^b n=3

(三)不同微波消化時間對於品管物質(FAPAS T07221QC)中鉛及鎘含量回收率之影響
稱取FAPAS T07221QC 0.5 g，添加硝酸6 mL，分別進行0.5、1及1.5小時的微波消化處理。實驗結果：其鉛含量分別為0.61 ± 0.02、0.56 ± 0.03及0.58 ± 0.0 mg/kg，回收率分別為91.8 ± 2.6、84.2 ± 4.0及86.9 ±

2.4% (表五)；鎘含量分別為1.04 ± 0.02、1.04 ± 0.01及1.01 ± 0.02 mg/kg，回收率分別為98.4 ± 2.1、97.8 ± 0.6及95.3 ± 1.9%。從實驗結果得知微波消化30分鐘之回收率即接近100%，考量實驗流程效率選擇微波消化30分鐘進行前處理。

表四、取樣量對於品管物質(FAPAS T07221QC)之鉛及鎘含量影響

取樣量 (g)	檢測值(mg/kg) ^a		QC回收率(%) ^b	
	Lead	Cadmium	Lead	Cadmium
0.15	0.63 ± 0.01	1.01 ± 0.00	94.7 ± 1.0	95.5 ± 1.0
0.25	0.61 ± 0.02	0.99 ± 0.04	90.8 ± 2.9	93.4 ± 0.6
0.5	0.61 ± 0.02	1.04 ± 0.02	91.8 ± 2.6	98.44 ± 2.1

^a FAPAS T07221QC: Pb, 0.668 mg/kg (0.441 - 0.895 mg/kg); Cd, 1.060 mg/kg (0.723 - 1.396 mg/kg)

^b n=3

表五、微波消化時間對於品管物質(FAPAS T07221QC)之鉛及鎘含量影響

取樣量 (g)	檢測值(mg/kg) ^a		QC回收率(%) ^b	
	Lead	Cadmium	Lead	Cadmium
0.5	0.61 ± 0.02	1.04 ± 0.02	91.8 ± 2.6	98.44 ± 2.1
1	0.56 ± 0.03	1.04 ± 0.01	84.2 ± 4.0	97.8 ± 0.6
1.5	0.58 ± 0.02	1.01 ± 0.02	86.9 ± 2.4	95.3 ± 1.9

^a FAPAS T07221QC: Pb, 0.668 mg/kg (0.441 - 0.895 mg/kg); Cd, 1.060 mg/kg (0.723 - 1.396 mg/kg)

^b n=3

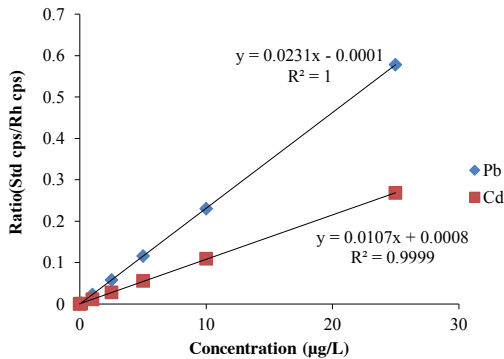
二、動物內臟中鉛、鎘含量檢驗方法檢測條件之探討

(一)標準曲線之製作

以鉛及鎘標準原液配製濃度0.1 - 25 ng/mL 標準溶液，內含10 ng/mL銻標準溶液作為內部標準品，以標準溶液中各重金屬與銻信號強度比值，與相對應之鉛及鎘濃度，製作標準曲線。鉛之標準曲線線性方程式為 $y = 0.0231x - 0.0001$ ， r^2 決定係數為1.0000；鎘之標準曲線線性方程式為 $y = 0.0107x + 0.0008$ ， r^2 決定係數為0.9999 (圖二)。

(二)定量極限之探討

將含有低濃度待測物之樣品以最佳操作程序分析，進行連續7重複的分析，計算7重複間樣品之標準差，將標準差乘以10倍即為定量極限。分別添加4及40 ng/kg的鉛及鎘標準溶液，其標準差為0.56 - 0.73 (表六)。經綜合評估並取至整數位數，本方法之定量極限為0.01 mg/kg。

圖二、²⁰⁸Pb及¹¹⁴Cd之標準曲線

(三)品管物質及標準參考物質試驗

以英國之動物內臟品管物質(FAPAS-T07221QC)、美國之牛肝標準參考物質(NIST-1577c)及歐盟之豬腎標準參考物質(ERM-BB186)作為檢體，同日間重複檢測3次。實驗結果：品管物質FAPAS-T07221QC鉛之檢測值為 0.68 ± 0.01 mg/kg，回收率為101.9%；鎘之檢測值為 1.09 ± 0.01 mg/kg，回收率為103.1%。美國之牛肝標準參考物質(NIST-1577c)鉛之檢測值為 0.06 ± 0.00 mg/kg，回收率為100.1%；鎘之檢測值為 0.10 ± 0.00 mg/kg，回收率為104.3%。歐盟之豬腎標準參考物質(ERM-BB186)鉛之檢測值為 0.04 ± 0.01 mg/kg，回收率為100.0%；鎘之檢測值為 1.03 ± 0.01 mg/kg，回收率為94.7%

表六、本研究方法之鉛及鎘定量極限

添加量	豬心			
	4 ng/kg		40 ng/kg	
	Lead	Cadmium	Lead	Cadmium
檢測值(ng/kg)	3.53	4.91	38.99	43.33
	3.95	4.55	38.91	42.24
	4.42	4.17	39.53	43.16
	4.22	4.61	38.50	42.09
	3.69	3.98	40.72	42.76
	2.58	4.32	39.03	41.88
	4.86	6.13	39.59	42.90
Mean	3.89	4.67	39.32	42.62
SD	0.73	0.71	0.72	0.56
LOQ (ng/kg)	7.31	7.14	7.19	5.58
LOQ (mg/kg) ^a	0.01	0.01	0.01	0.01

^a此LOQ係經綜合評估並取至整數位數

(表七)。FAPAS-T07221QC、NIST-1577c及ERM-BB186之檢測值皆符合標示值，表示所建立之檢驗方法適用性良好。

(四)同日(intraday)及異日(interday)方法確效

將FAPAS T07221QC以微波消化最佳條件，進行同日及異日試驗，結果顯示，鉛的同日及異日之變異係數分別為1.8%及8.7%；鎘的同日及異日之變異係數分別為0.9%及3.7%之間，顯示微波消化方法測定此2種成分之再現性良好(表八)。

表七、品管物質及標準參考物質試驗

Certified reference material		Certified level (mean± SD, mg/kg)	Analyzed level ^a (mean± SD, mg/kg)	Recovery (%)
FAPAS T07221 QC offal (liver)	Pb	0.668 (0.441-0.895)	0.681 ± 0.010	101.9
	Cd	1.060 (0.723-1.396)	1.09 ± 0.01	103.1
NIST-1577c bovine liver	Pb	0.063 ± 0.001	0.062 ± 0.000	100.1
	Cd	0.097 ± 0.001	0.100 ± 0.000	104.3
EMR-BB186 pig kidney	Pb	0.040 ± 0.005	0.040 ± 0.010	100.0
	Cd	1.09 ± 0.05	1.03 ± 0.01	94.7

^an=3

表八、英國之動物內臟品管物質(FAPAS-T07221QC)之同日間及異日間回收率

Sample	Analyte	Content level (ng/kg)	Intraday ^a		Interday ^b	
			Recovery (%)	CV (%)	Recovery (%)	CV (%)
FAPAS T07221QC	Pb	668	101.7 ± 1.9	1.8	93.2 ± 8.1	8.7
Offal (Liver)	Cd	1060	104.0 ± 1.0	0.9	102.8 ± 3.8	3.7

^a n=5^b n=3

三、市售調查

以建立之分析方法檢測市售內臟類食品，依基質區分為豬內臟、雞內臟、鵝內臟、鴨內臟及牛內臟，共計5種17件檢體，經微波消化前處理後，以ICP-MS分析。17件市售產品檢測結果，1件豬腎檢體鎘含量為0.10 mg/kg、1件雞肝檢體鎘含量為0.04 mg/kg、及1件鴨肝檢體鉛及鎘含量分別為0.06及0.07 mg/kg，符合衛生福利部107年5月8日發布訂定之「食品中污染物質及毒素衛生標準」，其餘檢體則皆未檢出。

參考文獻

- Kramarova, M., Massanyi, P., Slamecka, J., Tataruch, F. and et al. 2005. Distribution of cadmium and lead in liver and kidney of some wild animals in Slovakia. *J. Environ. Sci. Health.* 40: 593-600.
- Rehman, K.U., Andalib, S., Ansar, M. Bukhar, S. and et al. 2012. Assessment of heavy metal in different tissues of and domestic layers. *Glob. Vet.* 9: 3237.
- International Agency For Research on Cancer. List of classifications. [http://monographs.iarc.fr/ENG/Classification/latest_classif.php].
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2011. Toxic Substance-lead. [<https://www.atsdr.cdc.gov/substances/toxsubstance.asp?toxid=22>].
- Agency for Toxic Substances and Disease Registry (ATSDR). 2011. Toxic Substance-Cadmium. [<https://www.atsdr.cdc.gov/substances/toxsubstance.asp?toxid=15>].
- Yabe, J., Ishizuka, M. and Umemura, T. 2010. Current levels of heavy metal pollution in Africa. *J. Vet. Med. Sci.* 72: 1257-1263.
- Akan, J.C., Abdulrahman, F.I., Sodipo, O.A. and Chiroma, Y.A. 2010. Distribution of heavy metals in the liver, kidney and meat of beef, mutton, caprine and chicken from Kasuwan Shanu market in Maiduguri Metropolis, Borno state, Nigeria. *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technol.* 2: 743-748.
- Wilkinson, J.M., Hill, J. and Phillips, C.J.C. 2003. The accumulation of potentially toxic metals by grazing ruminants. *Proc. Nutr. Soc.* 62: 267-277.
- Ogwok, P., Bamuwanye, M., Apili, G. and Musalima, J.H. 2014. Health risk posed by lead, copper and iron via consumption of organ meats in Kampala city (Uganda). *Environ. Pollut. Hum. Health.* 2: 69-73.
- Khalafalla, F.A., Ali, F.H., Schwagele, F. and Abd-El-Wahab, M.A. 2011. Heavy metal residues in beef carcasses in Beni-Suef abattoir, Egypt. *Vet. Ital.* 47: 351-361.
- Yarghoil, B. and Azarneshan, S. 2014. Long-term effects of pesticides and chemical

- fertilizers usage on some soil properties and accumulation of heavy metals in the soil (case study of Moghan plan' s (Iran) irrigation and drainage network. *Int. J. Agri. Crop Sci.* 7: 518-523.
12. Baykov, B.D., Stoyanov, M.P. and Gugova, M.L. 1996. Cadmium and lead bioaccumulation in male chickens for high food concentrations. *Toxicol. Environ. Chem.* 54: 155-159.
 13. European Commission (EC). 2001. Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. [<https://publications.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/52b2484d-39e0-4a9-ba19-4b13a887bb1c/language-en>].
 14. 深圳市標準技術研究院。2009。深圳市標準信息公共服務平台。[http://standard.sist.org.cn/StdSearch/stdDetail.aspx?AppID=GB_2762-2017&v=GB_2762-2017%24]。
 15. Codex Alimentarius Commission (CAC). 2016. General standard for contaminants and toxins in food and feed. *Codex stan 193-1995*. [<https://goo.gl/Ewa7qQ>].
 16. Khalafalla, F.A., Abdel-Atty, N.S., Mariam, A.A. Omima, I.A. and *et al.* 2015. Assessment of heavy metal residues in retail meat and offals. *J. Am. Sci.* 11: 12-9.
 17. Falandysz, J. 1993. Some toxic and essential trace metals in cattle from the northern part of Poland. *Sci. Total Environ.* 136: 177-191.
 18. El-Salam, N.M.A., Ahmad, S., Basir, A., Rais, A.K. and *et al.* 2013. Distribution of heavy metals in the liver, kidney, heart, pancreas and meat of cow, buffalo, goat, sheep and chicken from Kohat market Pakistan. *Life Sci. J.* 10: 14-19.
 19. Eltahir, Y.E., Ali, H.M., Mansour, M.H. and Mahgoub, O. 2010. Serum mineral contents of the Omani Racing Arabian camels (*Camelus dromedarius*). *J. Anim. Vet. Adv.* 9: 764-770.
 20. Akoto, O., Bortey-Sam, N., Nakayama, S.M.M., Ikenaka, Y. and *et al.* 2014. Distribution of heavy metals in organs of sheep and goat reared in Obuasi: a gold mining town in Ghana. *Int. J. Environ. Sci. Toxicol.* 2: 81-89.
 21. Miranda, M., López-Alonso, M., Castillo, C., Hernández, J. and *et al.* 2005. Effects of moderate pollution on toxic and trace metal levels in calves from a polluted area. *Environ. Int.* 31: 543-548.
 22. Gilani, B.B., Pajohi-Alamot, M., Bahari, A. and Sari, A.A. 2016. Heavy metals and trace elements in the livers and kidneys of slaughtered cattle, sheep and goats. *Iran. J. Toxcol.* 10: 8-13.
 23. World Health Organisation (WHO). 1995. Lead Environmental Health Criteria, Geneva: World Health Organization. Joint FAO/WHO Codex Committee on Contaminants in Foods, Food Standards Programme. The Hague: WHO/FAO. [<http://www.inchem.org/documents/ehc/ehc/ehc165.htm>].
 24. Steenland, K. and Boffetta, P. 2000. Lead and cancer in humans: where are we now?. *Am. J. Ind. Med.* 38: 295-299.
 25. Järup, L. 2003. Hazards of heavy metal contamination. *Br. Med. Bull.* 68: 167-182.
 26. Pilot, C.H. and Dragan, P.Y. 1996. Chemical Carcinogenesis, In: Casarett, Doulls (Eds.), *Toxicology International Edition*, fifth ed.pp. 201-260. McGraw Hill, NY, USA.
 27. Maxwell, C. and Iwegbue, A. 2008. Heavy metal composition of livers and kidneys of cattle from southern Nigeria. *Vet. Arhiv.* 78: 401-410.

Development of the Method for Lead and Cadmium in Edible Offal

YU-NING SHIH, I-CHEN LAI, MENG-CHIN TSAI, HUI-YU DAI,
CHENG-MING CHU, CHIA-DING LIAO, YA-MIN KAO, DER-YUAN WANG
AND HWEI-FANG CHENG

Division of Research and Analysis, TFDA

ABSTRACT

Offal is a good source of protein, and is very nutritious. Heavy metals may accumulate in offal through the food chain. This study aimed on the investigation of lead (Pb) and cadmium (Cd) levels in offal of poultry and livestock. Eleven samples including liver, heart, kidney, stomach, liver even, intestine, and small intestine from pig, heart and gizzards from chicken, and tripe from cattle were collected. The samples were prepared by microwave digestion and analyzed by inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS) to establish a testing method for Pb and Cd in offal of cattle, sheep, pig and poultry. Sample was accurately weighted 0.5 g into a digestion vessel, then 6 mL of concentrated nitric acid (70%) was added. The vessel was digested by microwave-digester, and then the prepared sample extract was analyzed by ICP-MS. The results showed that the best condition of microwave digestion was at 240 °C for 30 min (heating for 20 min, and holding for 10 min). The detecting m/z values for Pb and Cd were at m/z 208 and 114, respectively. The determination coefficients of calibration curves for Pb and Cd were both above 0.999. The limits of quantification for Pb and Cd were both 0.01 ppm. The recoveries of Pb and Cd in standard reference materials of offal from United Kingdom (FAPAS-T07221QC), bovine liver from America (NIST-1577c), and pig kidney made by EU (ERM-BB186) were 100.0 - 101.9% and 94.7 - 104.3%, respectively. Standards of Pb and Cd spiked in liver, heart, kidney, stomach, liver even, intestine, small intestine of pig, and heart, gizzards of chicken, and tripe of cattle showed recoveries 86.2% - 129.7% for Pb and 81.7% - 120.0% for Cd. A total of 17 commercial samples purchased from markets were surveyed. The results showed one pig kidney sample and one chicken liver sample were found containing 0.01 mg/kg of Cd and 0.04 mg/kg of Cd, respectively. A duck liver sample was found containing 0.06 mg/kg of Pb and 0.07 mg/kg of Cd. For the other 14 samples Pb and Cd were not detected.

Key words: lead, cadmium, microwave digestion, ICP-MS