

飲料及乳品中重金屬檢驗方法(草案)

Method of Test for Heavy Metals in Beverages and Milk Products

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於飲料中砷、鉛、銅及以聚對苯二甲酸乙二酯(PET)容器包裝之飲料中銻之檢驗，以及乳品(乳及二級乳製品)中鉛之檢驗。
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)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.3. 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；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；砷(arsenic)標準品(1000 µg/mL)、鉛(lead)標準品(1000 µg/mL)、銅(copper)標準品(1000 µg/mL)、銻(antimony)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：
 - 2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE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：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. 5%硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 50 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加入去離子水使成1000 mL。
 - 2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銨內部標準品0.5 mL，以5%硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量內部標準原液，以5%硝酸溶液稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取砷、鉛、銅及銻標準品各0.5 mL，以5%硝酸溶液定容至50 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5%硝酸溶液稀釋至鉛0.1~25 ng/mL、銅8~50 ng/mL、砷及銻0.4~25 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率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就砷、鉛、銅或銻與銨訊號強度比值，與對應之砷、鉛、銅或銻濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氬氣流速：15 L/min。

輔助氬氣流速：0.9 L/min。

霧化氬氣流速：1.0 L/min。

偵測離子(m/z)：砷：75；

鉛：208、206、207；

銅：65、63；

銻：121、123；

銨：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：

將檢體混勻後，取液狀檢體約2 g，粉狀檢體約0.5 g，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入50 mL容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，移入儲存瓶中，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件^(註)：

條件 步驟	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1	1000	5	0	100
2	1000	15	5	220
3	1800	10	10	240

註：上述消化條件分析不適時，依所使用之儀器，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率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砷、鉛、銅或銻與銨訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中砷、鉛、銅或銻之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中砷、鉛、銅或銻之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中砷、鉛、銅或銻濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷、鉛、銅或銻濃度(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，飲料中鉛為0.0025 mg/kg，砷及銻均為0.01 mg/kg，銅為0.2 mg/kg；液態乳品中鉛為0.0025 mg/kg，粉狀乳品中鉛為0.01 mg/kg。

2. 檢體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。

參考文獻：

1. Chen, Y., Reddy, R. M., McLaughlin, M. A., Al-Taher, F., Yettella, R. R., Uhlig, S. and Bläul, C. 2014. Method validation and proficiency testing for determination of total arsenic in apple juice by inductively coupled plasma/mass spectrometry. J. AOAC Int. 97: 1143-1150.
2. USFDA. 2015. Elemental analysis manual for food and related

products. 4.7. Inductively coupled plasma - mass spectrometric determination of arsenic, cadmium, chromium, lead, mercury, and other elements in food using microwave assisted digestion.

[<https://www.fda.gov/media/87509/download>]