包裝(盛裝)飲用水及食用冰塊中重金屬檢驗方法

Method of Test for Heavy Metals in Bottled (Packaged) Drinking Water and Ice Cubes

- 2. 檢驗方法:檢體經稀釋後,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. 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℃可達18 MΩ·cm以上);砷(arsenic)標準品(1000 μg/mL)、鉛(lead)標準品(1000 μg/mL)、鎘(cadmium)標準品(1000 μg/mL)、汞(mercury)標準品(1000 μg/mL)、銻(antimony)標準品(1000 μg/mL)、釒(gold)標準品(1000 μg/mL)及銠(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. 容量瓶(註): 20 mL及50 mL。
 - 2.3.2. 儲存瓶: 50 mL, PP材質。
 - 2.3.3. 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:

精確量取銠內部標準品0.5 mL及金標準品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,移入儲存瓶中,供作內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製:

精確量取砷、鉛、鎘、汞及錦標準品各50 μL,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0~20 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、鎘、汞及銻與銠訊號強度比值,與對應之砷、鉛、鎘、汞及銻濃度,分別製作標準曲線。

威應耦合電漿質譜儀測定條件^(註):

電漿無線電頻功率:1500 W。

電漿氣氣流速:15 L/min。

輔助氫氣流速: 0.9 L/min。

霧化氫氣流速:1.0 L/min。

偵測離子(m/z): 砷:75;

鉛:208、206、207;

鎘:114、112、111;

汞:202、200;

銻:121、123;

銠: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:

將檢體搖勻後(冰塊檢體需先融化成液體),取約10 g,精確稱定,移入20 mL容量瓶中,加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超純級) 1 mL,以去離子水定容,移入儲存瓶中,經濾膜過濾,供作檢液。另取一空白容量瓶,加入去離子水10 mL及內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超純級) 1 mL,以下步驟同樣檢液之操作,供作空白檢液。

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

溶液中各重金屬與銠訊號強度比值,依下列計算式求出檢體中各重金屬之含量(mg/kg):

檢體中各重金屬之含量(mg/kg) =
$$\frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C:由標準曲線求得檢液中各重金屬濃度(ng/mL)

C₀:由標準曲線求得空白檢液中各重金屬濃度(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, 砷、鉛、鎘、汞及錦均為0.0005 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:

Felipe-Sotelo, M., Henshall-Bell, E. R., Evans, N. D. M. and Read, D. 2015. Comparison of the chemical composition of British and Continental European bottled waters by multivariate analysis. J. Food Compos. Anal. 39: 33-42.