

食用油脂中重金屬檢驗方法—砷、鉛及銅之檢驗 Method of Test for Heavy Metals in Edible Fats and Oils – Test of Arsenic, Lead and Copper

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食用油脂中砷、鉛及銅之檢驗。
2. 檢驗方法：感應耦合電漿質譜法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)。

2.1. 裝置：

- 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀(Inductively coupled plasma mass spectrometer)。
- 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)。
- 2.1.4. 去離子水製造器(Deionized water generator)：電阻係數可達 18 MΩ·cm 以上。

2.2. 試藥：

硝酸採用試藥特級及超微量級；過氧化氫採用超微量級；砷標準品(1000 µg/mL)、鉛標準品(1000 µg/mL)、銅標準品(1000 µg/mL)及銨(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。
- 2.3.2. 高壓微波消化瓶：石英玻璃或 Teflon 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。

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：

量取硝酸(超微量級) 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 0.5 mL，以 1%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% 硝酸溶液定容至 50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取各標準品 0.1 mL，共置於 50 mL 容量瓶中，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為混合標準原液。臨用時精確量取適量混合標準原液，加入內部標準溶液 0.5 mL，以 1%硝酸溶液稀釋至 0.1~10.0 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. 檢液之調製：

取均質後檢體約 0.4 g，精確稱定，置於高壓微波消化瓶中，加入內部標準溶液 0.2 mL、硝酸(超微量級) 6 mL 及過氧化氫 1.5 mL，參照下列條件進行消化。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 0.2 mL、硝酸(超微量級) 6 mL 及過氧化氫 1.5 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化裝置操作條件^(註)：

條件 步驟	輸出功率 (W)	功率上升時間 (min)	持續時間 (min)	壓力控制 (bar)	溫度控制 (°C)
1	1000	10	10	40	190
2	1300	5	25	40	190

註：上述操作條件消化不適合時，依所使用之裝置，設定適合之操作條件。

2.8. 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，參照以下測定條件進行分析，就檢液及標準溶液中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

電漿氫氣流速：15 L/min

輔助氫氣流速：0.2 L/min

霧化氫氣流速：0.8 L/min

質量：

砷：75

鉛：208、206、207

銅：63、65

銻：103

註：上述測定條件分析不適合時，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砷、鉛及銅均為 0.01 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。