

食用油脂及奶油中重金屬檢驗方法(草案)

Method of Test for Heavy Metals in Edible Fat, Oil and Cream

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食用油脂及奶油中砷、汞及鉛之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經加壓式或密閉式微波輔助酸消化後，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. 加壓式微波消化裝置(Autoclave style microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度及加壓控制系統。
 - 2.1.3. 密閉式微波消化裝置(Closed vessel style microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度及壓力回饋控制系統。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；過氧化氫(30%)採用超純級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；砷(arsenic)、汞(mercury)及鉛(lead)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；鍺(germanium)、銱(iridium)及鉍(bismuth)內部標準品濃度皆為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)：石英玻璃材質。
 - 2.3.2. 超高壓微波消化瓶^(註)：Teflon材質，可耐壓至1500 psi。
 - 2.3.3. 容量瓶^(註)：50 mL。
 - 2.3.4. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.5. 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，取出以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 5% (w/w)硝酸溶液：

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。

2.4.2. 10% (w/w)硝酸溶液：

取硝酸(超純級) 100 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：

2.5.1. 加壓式微波消化裝置：

精確量取鍺、銱及鉍內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL，分別以5% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量各內部標準原液混合，以5% (w/w)硝酸溶液稀釋至1 $\mu\text{g/mL}$ (含金標準品10 $\mu\text{g/mL}$)，供作內部標準溶液。

2.5.2. 密閉式微波消化裝置

精確量取鍺、銱及鉍內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL，分別以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量各內部標準原液混合，以10% (w/w)硝酸溶液稀釋至1 $\mu\text{g/mL}$ (含金標準品10 $\mu\text{g/mL}$)，供作內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

2.6.1. 加壓式微波消化裝置：

精確量取砷、汞及鉛標準品各0.5 mL，分別以5% (w/w)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及2.5.1.節內部標準溶液混合，以5% (w/w)硝酸溶液配製為0~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL 及金標準品濃度100 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.6.2. 密閉式微波消化裝置：

精確量取砷、汞及鉛標準品各0.5 mL，分別以10% (w/w)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及2.5.2.節內部標準溶液混合，以10% (w/w)硝酸溶液配製為0~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL 及金標準品濃度100 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，依下列測定條件進行分析。就砷、汞或鉛與內部標準品訊號強度比值，與對應之砷、汞及鉛濃度，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。

電漿氫氣流速：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)：

分析元素		對應之內標元素	
砷	75	鍺	74
汞	202、200、201	鉍	193
鉛	208、206、207	鈹	209

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：

2.8.1. 加壓式微波消化裝置：

將液態檢體或融化之固態檢體混勻後，取約0.4 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入2.5.1.節內部標準溶液0.5 mL、硝酸(超純級) 5 mL及過氧化氫1 mL^(註1)，於室溫下靜置30分鐘以上，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容至50 mL，經濾膜過濾，濾液移入儲存瓶中，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入2.5.1.節內部標準溶液0.5 mL、硝酸(超純級) 5 mL及過氧化氫1 mL，於室溫下靜置30分鐘以上，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

加壓式微波消化操作條件^(註2)：

條件	輸出功率	升溫時間	持續時間	溫度控制	壓力控制
步驟	(W)	(min)	(min)	(°C)	(bar)
1	1200	30	15	250	160

註：1. 魚油檢體不建議加入過氧化氫，易產生劇烈反應，溢出瓶口。

2. 上述消化條件不適時，可依所使用之裝置，設定適合之消化條件。

2.8.2. 密閉式微波消化裝置：

將液態檢體或融化之固態檢體混勻後，取約0.4 g，精確稱定，

置於超高壓微波消化瓶中，加入2.5.2.節內部標準溶液0.5 mL、硝酸(超純級) 10 mL及過氧化氫1 mL，於室溫下靜置30分鐘以上，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌超高壓微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容至50 mL，經濾膜過濾，濾液移入儲存瓶中，供作檢液。另取一空白超高壓微波消化瓶，加入內部標準溶液0.5 mL、硝酸(超純級) 5 mL及過氧化氫1 mL，於室溫下靜置30分鐘以上，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

密閉式微波消化操作條件^(註)：

步驟	條件	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1		1800	25	5	210
2		1800	15	30	230

註：上述消化條件不適時，可依所使用之裝置，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、汞或鉛與其內部標準品訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中砷、汞或鉛之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中砷、汞或鉛之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中砷、汞或鉛之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷、汞或鉛之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

附註：1. 本檢驗方法之定量極限，砷、汞及鉛均為0.025 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：

U.S. Food and Drug Administration. 2020. 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.