

食鹽中重金屬檢驗方法(草案)

Method of Test for Heavy Metals in Food Grade Salt

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食鹽中銅、砷、鎘、汞及鉛之檢驗。
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. 攪拌均質器(Blender)。
 - 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；氯化鈉採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；銅(copper)、砷(arsenic)、鎘(cadmium)、汞(mercury)、鉛(lead)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；鈦(scandium)、鍺(germanium)、銨(rhodium)、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. 含1% (w/w)氯化鈉之5% (w/w)硝酸溶液：

取氯化鈉10 g，以去離子水800 mL溶解，緩緩加入硝酸(超純級) 50 mL，再加入去離子水使成1000 mL。
 - 2.4.2. 1% (w/w)氯化鈉溶液：

取氯化鈉10 g，以去離子水溶解使成1000 mL。

2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取鈳、鍺、銻、鉍及鈹內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL^(註)，分別以含1% (w/w)氯化鈉之5% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液及金標準原液。臨用時取適量各內部標準原液混合，加入金標準原液，以含1% (w/w)氯化鈉之5% (w/w)硝酸溶液稀釋至1 µg/mL (含金標準品濃度10 µg/mL)，供作內部標準溶液。

註：添加金標準品之目的係與汞形成汞齊錯合物，以穩定汞元素及減少汞之記憶效應 (memory effect) 或跨次干擾 (carryover)。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取銅、砷、鎘、汞及鉛標準品各0.5 mL，分別以含1% (w/w)氯化鈉之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混合，加入內部標準溶液，以含1% (w/w)氯化鈉之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。

2.7. 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。就銅、砷、鎘、汞及鉛與其內部標準品訊號強度比值，與對應之銅、砷、鎘、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。

稀釋氣體流速：0.2 L/min。

偵測離子(m/z)：

分析元素		對應之內標元素	
銅	65	鈳	45
砷	75	鍺	74
鎘	114、111、112	銻	103

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：

將檢體均質混勻後，取約0.5 g，精確稱定，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，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，惟去離子水以1% (w/w)氯化鈉溶液取代，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	1200	15	10	210

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銅、砷、鎘、汞及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銅、砷、鎘、汞或鉛之含量(mg/kg)：

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

C：由標準曲線求得檢液中銅、砷、鎘、汞或鉛之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中銅、砷、鎘、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，銅及砷均為0.05 mg/kg，鎘、汞及鉛均為0.02 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. Wu, J. and Boyle, E. A. 1997. Low blank pre-concentration technique for the determination of lead, copper, and cadmium in small-volume seawater samples by isotope dilution ICPMS. *Anal. Chem.* 69: 2464-2470.
2. 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.
[<https://www.fda.gov/media/87509/download>]