

食用油脂及奶油中重金屬檢驗方法修正總說明

為加強食品中重金屬之管理，依據食品安全衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，並配合衛生福利部一百十三年十一月二十八日衛授食字第一一三一三〇三〇一〇號令修正「食品中污染物質及毒素衛生標準」第六條及第三條附表一中增訂巧克力及可可粉之重金屬鎘限量標準，爰修正檢驗方法，名稱並修正為「食用油脂、奶油、巧克力及可可粉中重金屬檢驗方法」，其修正要點如下：

- 一、修正中英文名稱。
- 二、「適用範圍」及「檢液之調製」擴增巧克力及可可粉中鎘之檢驗。
- 三、「裝置」增列「攪拌均質器」。
- 四、「試藥」增列「鎘」標準品及「銦」內部標準品。
- 五、「內部標準溶液之配製」增列「銦」內部標準品及「金標準原液」。
- 六、「標準溶液之配製」、「標準曲線之製作」及「含量測定」增列測項「鎘」。
- 七、「感應耦合電漿質譜儀測定條件」增列「碰撞氬氣流速」及「鎘」與「銦」之偵測離子。
- 八、「附註」增列巧克力及可可粉中鎘之定量極限。
- 九、增修訂部分文字。

食用油脂及奶油中重金屬檢驗方法修正對照表

修正名稱	現行名稱	說明
食用油脂、奶油、巧克力及可可粉中重金屬檢驗方法 Method of Test for Heavy Metals in Edible Fat, Oil, Cream, Chocolate and Cocoa Powder	食用油脂及奶油中重金屬檢驗方法 Method of Test for Heavy Metals in Edible Fat, Oil and Cream	修正中英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食用油脂和奶油中砷、汞及鉛，及巧克力和可可粉中鎘之檢驗。 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. 攪拌均質器(Blender)。 2.1.5. 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)、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；鍺(germanium)、銨(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。	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)、銨(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。	一、「適用範圍」及「檢液之調製」擴增巧克力及可可粉中鎘之檢驗。 二、「裝置」增列「攪拌均質器」。 三、「試藥」增列「鎘」標準品及「銨」內部標準品。 四、「內部標準溶液之配製」增列「銨」內部標準品及「金標準原液」。 五、「標準溶液之配製」、「標準曲線之製作」及「含量測定」增列測項「鎘」。 六、「感應耦合電漿質譜儀測定條件」增列「碰撞氬氣流速」及「鎘」與「銨」之偵測離子。

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：精確量取銻、銻、銦及鉍內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL^(註1)，分別以5% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液及金標準原液。臨用時取適量各內部標準原液及金標準原液混合，以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1：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)。 2.5.2. 密閉式微波消化裝置：精確量取銻、銻、銦及鉍內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL^(註1)，分別以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液及金標準原液。臨用	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：精確量取銻、銻及鉍內部標準品各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 μg/mL (含金標準品10 μg/mL)，供作內部標準溶液。 2.5.2. 密閉式微波消化裝置：精確量取銻、銻及鉍內部標準品各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 μg/mL (含金標準品10 μg/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	七、「附註」增列巧克力及可可粉中鎘之定量極限。 八、增修訂部分文字。
---	---	--

時取適量各內部標準原液及金標準原液混合，以10% (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。

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、鎘、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、鎘、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、鎘、汞及鉛與其內部標準品之訊號強度比值，與對應之砷、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2)：

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。

碰撞氬氣流速：4 mL/min。

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*)：

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

偵測離子(m/z):

分析元素		對應之內標元素	
砷	75	鎘	74
鎘	114、111、112	銻	103
汞	202、200、201	銻	193
鉛	208、206、207	鉍	209

註2: 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:

將食用油脂及奶油液態檢體或融化之固態檢體混勻後, 取約0.4 g, 精確稱定; 巧克力及可可粉檢體均質後, 取約0.5 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3), 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, 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4):

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3: 魚油、可可粉檢體不建議加入過氧化氫, 易產生劇烈反應, 溢出瓶口。

註4: 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:

將食用油脂及奶油液態檢體或融化之固態檢體混勻後, 取約0.4 g, 精確稱定; 巧克力及可可粉檢體均質後, 取約0.5 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^(註)

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) 10 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):

條件	輸出功率	升溫時間	持續時間	溫度控制
步驟	(W)	(min)	(min)	(°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。

3), 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, 移入儲存瓶中, 經濾膜過濾, 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) 10 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4)：

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	1800	25	5	210
2	1800	15	30	230

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、鎘、汞或鉛與其內部標準品之訊號強度比值, 依下列計算式求出檢體中砷、鎘、汞或鉛之含量 (mg/kg)：

檢體中砷、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砷、鎘、汞或鉛之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷、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，食用油脂及奶油中砷、汞及鉛均為0.025 mg/kg，巧克力及可可粉中鎘為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。

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)：

$$\frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

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.

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.		
---	--	--