

蛋類中重金屬檢驗方法－鉛及銅之檢驗

Method of Test for Heavy Metals in Eggs - Test of Lead and Copper

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蛋類中鉛及銅之檢驗。
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)。
 - 2.1.3. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)；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. 微波消化瓶：石英玻璃或 Teflon 材質。
 - 2.3.2. 定量瓶：20 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.4. 濾膜：0.45 µm，PTFE 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. 5%硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 50 mL，緩緩加入去離水 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 100 µL，以 5%硝酸溶液定容至 100 mL，移入儲存瓶中，供作內部標準溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

精確量取鉛及銅標準品各 100 µL，分別以 5%硝酸溶液定容至 100 mL，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%

硝酸溶液稀釋至鉛濃度 0.3~25 ng/mL 及銅濃度 2.5~50 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度注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就鉛或銅與銨信號強度比值，與對應之鉛或銅濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測試條件^(註)：

感應耦合電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氫氣流速：16 L/min。

輔助氫氣流速：1.475 L/min。

霧化氫氣流速：0.93 L/min。

質量：

鉛：208、206、207；

銅：63、65；

銨：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：

檢體去除外殼均質混勻後，取約 0.5 g，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液 500 µL 及硝酸(超純級) 5 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入 50 mL 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，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，加入內部標準溶液 500 µL 及硝酸(超純級) 5 mL，以上述步驟同樣操作，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	5		70
2	1200	15		140
3	1200	10	10	240

註：上述消化條件不適時，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度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鉛或銅與銻信號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛或銅之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鉛或銅之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛或銅之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛或銅之濃度(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，鉛及銅分別為 0.03 ppm 及 0.25 ppm。
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：

賴怡甄，蔡孟晉，林勇偉，戴惠玉，朱正明，廖家鼎，高雅敏，周秀冠，陳惠芳。2016。105年度食品中有害重金屬元素之檢驗技術精進研究報告-蛋類中鉛及銅含量檢驗方法開發。食品藥物管理署。台北市。