

食品中六價鉻之檢驗方法

Method of Test for Hexavalent Chromium in Food

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於肉類、蔬菜類及膠囊錠狀食品中六價鉻之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析感應耦合電漿質譜儀(liquid chromatograph/inductively coupled plasma mass spectrometer, LC/ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.1.1. 層析管：IonPac AS7，10 μm ，內徑4 mm $\times$ 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.1.4. 離心機(Centrifuge)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；氨水(25%)、氫氧化鈉($\text{NaOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$)及碳酸鈉(Na_2CO_3)均採用超純級；磷酸氫二鉀(K_2HPO_4)、磷酸二氫鉀(KH_2PO_4)及氯化鎂($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25 $^{\circ}\text{C}$ 可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；六價鉻標準品(1000 $\mu\text{g/mL}$)採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：25 mL、50 mL 及 100 mL，PP材質。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.22 μm ，PVDF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. 溶液之調製：
 - 2.4.1. 氨水溶液：

取氨水25 mL，加去離子水使成50 mL。
 - 2.4.2. 鹼性萃取液：

稱取氫氧化鈉29 g及碳酸鈉30 g，以去離子水溶解使成

1000 mL。

2.4.3. 磷酸鹽緩衝溶液：

稱取磷酸氫二鉀8.71 g及磷酸二氫鉀6.80 g，以去離子水溶解使成100 mL。

2.4.4 氯化鎂溶液：

稱取氯化鎂40 g，以去離子水溶解使成50 mL。

2.5. 移動相溶液之調製：

取硝酸(超純級) 2.6 mL及氨水3.25 mL，徐徐加入去離子水450 mL中，以氨水溶液調整pH值至9.3，加去離子水使成500 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取六價鉻標準品0.1 mL，以去離子水定容至100 mL，作為標準原液。臨用時取標準原液10~250 μ L，加入磷酸鹽緩衝溶液0.5 mL及氯化鎂溶液0.5 mL，以鹼性萃取液定容至25 mL，混勻後移入離心管中，以5000 $\times$ g離心6分鐘，取上清液經濾膜過濾，配製0.4~10 ng/mL之標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

將檢體均質後，取約0.25 g，精確稱定，置於離心管中，加入磷酸鹽緩衝溶液0.5 mL及氯化鎂溶液0.5 mL，再加入鹼性萃取液使體積為25 mL，混勻後於25 $^{\circ}$ C超音波振盪1小時，以5000 $\times$ g離心6分鐘，取上清液經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白離心管，加入磷酸鹽緩衝溶液0.5 mL及氯化鎂溶液0.5 mL，再加入鹼性萃取液使體積為25 mL，以上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各100 μ L，注入液相層析感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及 ^{52}Cr 與 ^{53}Cr 之波峰面積比^(註1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中六價鉻之含量(ppm)：

$$\text{檢體中六價鉻之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中六價鉻之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中六價鉻之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註2)

液相層析條件：

層析管：IonPac AS7，10 μm ，內徑4 mm $\times$ 25 cm。

層析管溫度：25 $^{\circ}\text{C}$ 。

移動相溶液：依 2.5.節調製之溶液。

移動相流速：1.5 mL/min。

感應耦合電漿質譜儀條件：

霧化器：同心圓式。

霧化室：旋風式。

霧化氫氣流速：1.0 L/min。

電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氫氣流速：17.0 L/min。

輔助氫氣流速：1.4 L/min。

偵測模式：反應氣體模式。

反應氣體：甲烷。

反應氣體流速：1.1 mL/min。

Rpq設定值：0.65。

質量：

定量：52 m/z ；定性：53 m/z 。

註：1. ^{52}Cr 與 ^{53}Cr 之波峰面積比應介於7.2~9.7。

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。

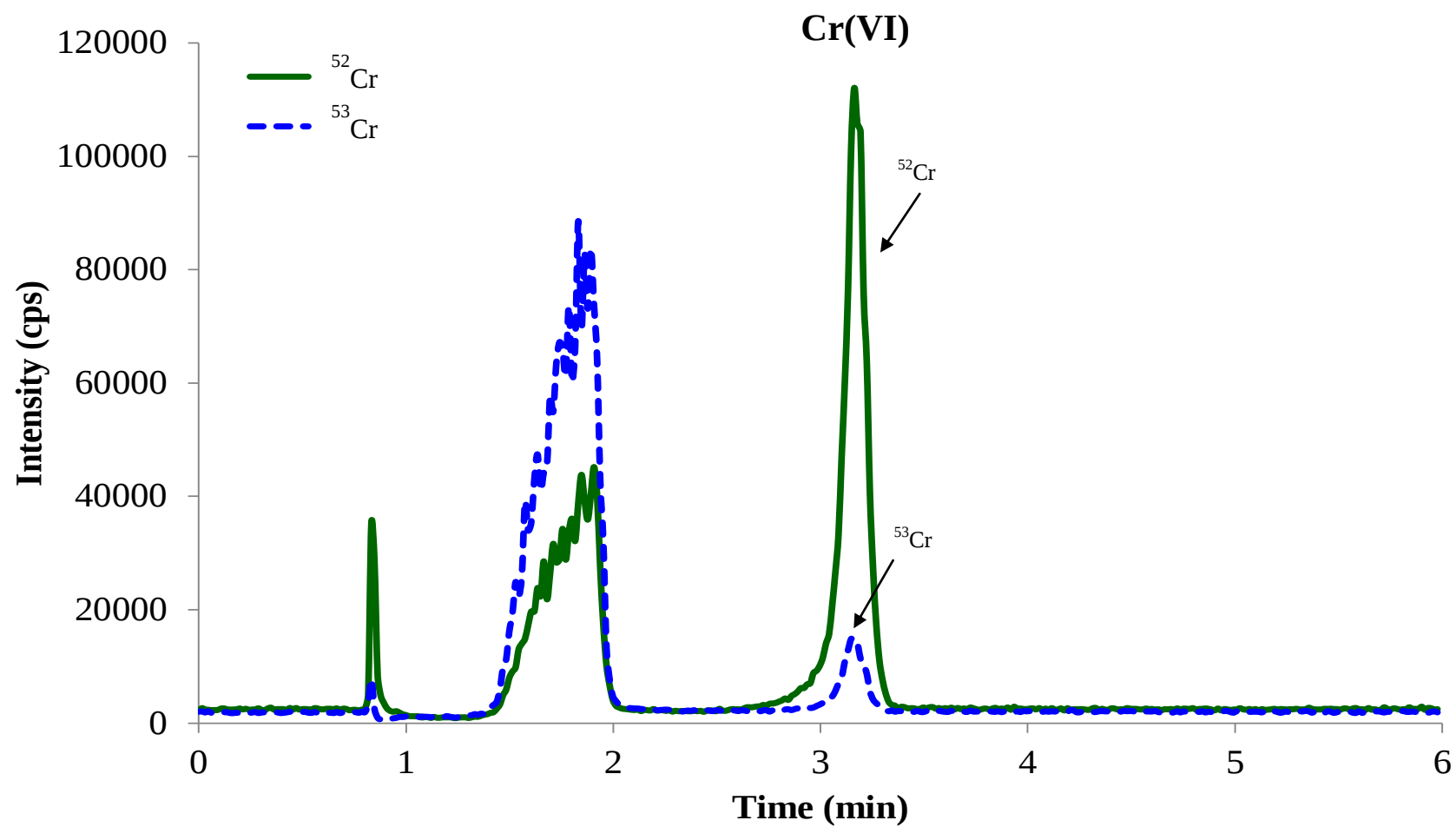
附註：1. 本檢驗方法之定量極限為0.04 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻

1. USEPA. 1996. Alkaline digestion for hexavalent chromium. Method 3060A.
2. Michael, L., Ray, L. and Andrew, T. 2006. Low-level speciation of chromium in drinking waters using LC-ICP-MS. Spectroscopy 21: 29-31.
3. Yang, Z. Y., Guo, D. H., Yang, K. C. and Ge, L. P. 2008. Determination of hexavalent chromium in health food. J. Chin. Mass Spectrom. Soc. 29: 92-96.

參考層析圖譜



圖、六價鉻標準品之LC/ICP-MS圖譜