

重金屬檢驗方法總則

General Method of Test for Heavy Metals

1. 適用範圍：

- 1.1. 本檢驗方法總則適用於食品中重金屬分析，依元素分析種類、檢體基質、定量極限及實驗室設備等，選擇適當之前處理消化方法(乾式消化法、酸消化法、微波輔助酸消化法、硫硝酸分解法、氧化鎂灰化法、硫-硝酸還流法或微波輔助硫-硝酸還流法)，續配合適當之含量測定方法(火焰式原子吸收光譜法、石墨爐式原子吸收光譜法、感應耦合電漿放射光譜法、感應耦合電漿質譜法、氫化式-原子吸收光譜法、冷蒸氣-原子吸收光譜法、冷蒸氣-汞原子螢光光譜法)，組合成一個完整之適用分析方法，經方法確效並採相關品質管制規範。
- 1.2. 以本總則建立之檢驗方法與行政院衛生署依衛生標準或特定需求公告之檢驗方法檢驗結果有紛歧時，以後者為準。

2. 檢驗方法：

2.1. 裝置：

- 2.1.1. 火焰式原子吸收光譜儀(Flame atomic absorption spectrophotometer)。
- 2.1.2. 石墨爐式原子吸收光譜儀(Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer)。
- 2.1.3. 感應耦合電漿放射光譜儀(Inductively coupled plasma optical emission spectrometer)。
- 2.1.4. 感應耦合電漿質譜儀(Inductively coupled plasma mass spectrometer)。
- 2.1.5. 氫化物發生裝置(Hydride generator)。
- 2.1.6. 汞蒸氣發生裝置(Mercury cold vapor generator)。
- 2.1.7. 汞原子螢光光譜儀(Mercury atomic fluorescent spectrophotometer)。
- 2.1.8. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器。
- 2.1.9. 電熱板(Hot plate)。
- 2.1.10. 水浴(Water bath)。
- 2.1.11. 微波消化器(Microwave digester)：具有溫度或壓力回饋控制系統。
- 2.1.12. 聚焦式微波消化器(Focused microwave digester)：聚焦式，可設定微波輸出功率。
- 2.1.13. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
- 2.1.14. 攪拌均質機(Blender)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。

2.2. 試藥：

2.2.1. 硝酸採用試藥特級、低汞級及超純級，鹽酸、硫酸及過氯酸均採用超純級；正辛醇(*n*-octanol)、草酸銨、氧化鎂、硝酸鎂、碘化鉀、氫氧化鈉、硼氫化鈉(sodium borohydride)、尿素、高錳酸鉀、過氧化氫溶液(30%)、氯化鈉、硫酸羥胺(hydroxylamine sulfate)、氯化亞錫(stannous chloride)及五氧化釩(vanadium pentaoxide)均採用試藥特級。去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)。

2.2.2. 基質修飾劑 I (matrix modifier I，含硝酸鎂 1000 µg/mL 之溶液)、基質修飾劑 II (matrix modifier II，含磷酸二氫銨 10000 µg/mL 及硝酸鎂 500 µg/mL 之混合溶液)及基質修飾劑 III (matrix modifier III，含鈣 1000 µg/mL 及硝酸鎂 600 µg/mL 之混合溶液)均採用 AA 分析級。

2.2.3. 對照用標準品：

2.2.3.1. 火焰式原子吸收光譜法或石墨爐式原子吸收光譜法：鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)、銅標準品(1000 µg/mL)、銻標準品(1000 µg/mL)、砷標準品(1000 µg/mL)、汞標準品(1000 µg/mL)、錫標準品(1000 µg/mL)及鋅標準品(1000 µg/mL)均採用 AA 或 ICP 分析級。

2.2.3.2. 感應耦合電漿放射光譜法或感應耦合電漿質譜法：鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)、銅標準品(1000 µg/mL)、銻標準品(1000 µg/mL)、砷標準品(1000 µg/mL)、汞標準品(1000 µg/mL)、錫標準品(1000 µg/mL)及鋅標準品(1000 µg/mL)均採用 ICP 分析級。

2.2.3.3. 氫化式-原子吸收光譜法：砷標準品(1000 µg/mL)採用 AA 或 ICP 分析級。

2.2.3.4. 冷蒸氣-原子吸收光譜法及冷蒸氣-汞原子螢光光譜法：汞標準品(1000 µg/mL)採用 AA 或 ICP 分析級。

2.3. 器具及材料^(註)：

2.3.1. 容量瓶：25 mL、50 mL、100 mL、200 mL 及 1000 mL，Pyrex 材質。

2.3.2. 儲存瓶：50 mL，PP 材質。

2.3.3. 坩堝：瓷製、石英玻璃或白金製者，附蓋。

2.3.4. 消化瓶：50 mL，玻璃、PP、Teflon 材質，或同級品。

2.3.5. 微波消化瓶：石英玻璃、Teflon 材質，或同級品。

2.3.6. 濾膜：孔徑 0.45 µm，Teflon 材質。

2.3.7. 分解瓶(Kjeldahl flask)：500 mL，Pyrex 材質。

2.3.8. 改良式索氏抽出器(Modified Soxhlet extractor)。

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. 試劑之調製：

2.4.1. 1N 硝酸溶液：

取硝酸(超純級) 70 mL，緩緩加入去離子水 500 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.2. 0.1N 硝酸溶液：

取硝酸(超純級) 7 mL，緩緩加入去離子水 500 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.3. 1%硝酸溶液：

取硝酸(超純級) 15 mL，緩緩加入去離子水 500 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 6N 鹽酸溶液：

取鹽酸 500 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.5. 4N 鹽酸溶液：

取鹽酸 334 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.6. 3N 鹽酸溶液：

取鹽酸 250 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.7. 飽和草酸銨溶液：

稱取草酸銨 50 g，以去離子水 100 mL 溶解，再加入草酸銨至無法溶解為止。

2.4.8. 40%碘化鉀溶液：

稱取碘化鉀 20 g，以去離子水 30 mL 溶解，再加去離子水使成 50 mL。

2.4.9. 50%硝酸鎂溶液：

稱取硝酸鎂 50 g，以去離子水 50 mL 溶解，再加去離子水使成 100 mL。

2.4.10. 10%尿素溶液：

稱取尿素 50 g，以去離子水 300 mL 溶解，再加去離子水使成 500 mL。

2.4.11. 10%過氧化氫溶液：

取過氧化氫溶液(30%) 33 mL，加去離子水使成 100 mL。

2.4.12. 1%硫酸溶液：

取硫酸 10 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.13. 1%硼氫化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉 10 g，以去離子水 500 mL 溶解，再加入硼氫化鈉 10 g，溶解後加去離子水使成 1000 mL，臨用時調製。

2.4.14. 氯化亞錫溶液：

取硫酸 50 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，冷卻至室溫，再加入氯化鈉 15 g、硫酸羥胺 15 g 及氯化亞錫 25 g，溶解後加去離子水使成 500 mL，臨用時調製。

2.4.15. 五氧化釩-硫酸溶液：

稱取五氧化釩約 10 g，置坩堝中，以 200°C 加熱 24 小時後，再以 350°C 加熱 72 小時，冷卻後，稱取 1 g，置於硫酸 1000 mL 中，攪拌溶解後備用。

2.5. 標準溶液之配製：

2.5.1. 火焰式原子吸收光譜法：

精確量取各標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 1~10 µg/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.2. 石墨爐式原子吸收光譜法：

精確量取各標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 10~50 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.3. 感應耦合電漿放射光譜法：

精確量取各標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 10~1000 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.4. 感應耦合電漿質譜法：

精確量取各標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 1%硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 1%硝酸溶液稀釋至 1~25 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.5. 氫化式-原子吸收光譜法：

精確量取砷標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 4N 鹽酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 4N 鹽酸溶液稀釋至 1~10 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.6. 冷蒸氣-原子吸收光譜法：

精確量取汞標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 3N 鹽酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 3N 鹽酸溶液稀釋至 1~10 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.5.7. 冷蒸氣-汞原子螢光光譜法：

精確量取汞標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶，以 0.1N 硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時量取適量標準原液，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 0.25~1.0 ng/mL，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 乾式消化法(Dry ashing)：適用於鉛、鎘、銅及鋅之檢驗。

檢體均質後，取約 1~5 g，精確稱定，置於坩堝中，於電熱板加熱碳化至無煙，移入灰化爐，以 450°C 灰化 3~5 小時，如灰化不完全，放冷後加硝酸 0.5~3 mL，於電熱板加熱乾燥後，移入灰化爐，以 450°C 灰化 3~5 小時，反覆操作至灰分成白色。放冷後以 6N 鹽酸溶液 5 mL 溶解，再置於電熱板蒸乾，加 1N 硝酸溶液 5 mL，加熱溶解，移入 25 mL 容量瓶中，以 1N 硝酸溶液每次 5 mL 洗滌坩堝及坩堝蓋 2 次，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白坩堝，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.6.2. 酸消化法(Acid digestion)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、錫及鋅之檢驗。

檢體均質後，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中，加入硝酸(超純級) 10 mL，於電熱板上以 60°C 加熱消化 30 分鐘，再升溫至 95°C，加熱消化至澄清。放冷後移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水每次 5 mL 洗滌消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白消化瓶，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.6.3. 微波輔助酸消化法(Microwave assisted acid digestion)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。

檢體均質後，取約 0.2~0.5 g，精確稱定，置於微波消化瓶

中，加入硝酸(超純級) 10 mL，移入微波消化器，依下列條件進行消化至澄清。放冷後移入 25 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，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件：

條件 步驟	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)	壓力控制 (bar)
1	600	10	10	180	40
2	1000	10	20	180	40

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。

2.6.4. 硫硝酸分解法：適用砷之檢驗。

檢體均質後，取約 5~20 g，精確稱定，置於分解瓶中，加硝酸(超純級) 10~40 mL，輕輕搖勻，放置過夜。徐徐加熱至激烈反應停止後，冷卻，加硫酸 5~20 mL，再徐徐加熱，操作時若激烈發泡，則加入正辛醇 2~3 滴，當分解液變為暗色時，以每次加入硝酸(超純級) 2~3 mL 至發生白煙且其分解液呈淡黃色或無色為止，若分解液不呈淡黃色或無色，則加過氯酸 1 mL 及硝酸(超純級) 2~3 mL，繼續加熱至分解完全。冷卻後加去離子水 30~50 mL 及飽和草酸銨溶液 10~25 mL，再加熱至白煙出現，放冷後移入 200 mL 容量瓶中，以 6N 鹽酸溶液定容，供作檢液。另取一空白分解瓶，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.6.5. 氧化鎂灰化法：適用砷之檢驗。

檢體均質後，取約 5 g，精確稱定，置於坩堝中，加少量氧化鎂使成鹼性後，再加 50%硝酸鎂溶液 5 mL 均勻潤濕。加熱乾燥後移入灰化爐中，以 500°C 灰化，灰化不完全時，再滴加 50%硝酸鎂溶液潤濕，乾燥並灰化，俟灰化完全後，放冷，加硫酸 1 mL，再加熱至發生白煙，放冷後加 6N 鹽酸溶液 10 mL，加熱溶解，移入 25 mL 容量瓶中，以 6N 鹽酸溶液每次 5 mL 洗滌坩堝蓋及坩堝內壁 2 次，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一空白坩堝，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.6.6. 硫-硝酸還流法：適用汞之檢驗。

檢體均質後，取約 5 g，精確稱定，置於改良式索氏抽出器之分解瓶中，加去離子水 10 mL 及硝酸(低汞級) 20 mL，充

分混合，放置適當時間後徐徐加入硫酸 20 mL，套入分解裝置，移入水浴中，徐徐加熱直至分解液呈澄清淡黃色；若分解液不呈澄清淡黃色，則放冷後加硝酸(低汞級) 5 mL 繼續加熱，反覆操作至分解液呈澄清淡黃色。冷卻後加去離子水 50 mL 及 10% 尿素溶液 10 mL，加熱沸騰 10 分鐘，冷卻後加高錳酸鉀 1 g，振搖混合 10 分鐘，若紫紅色消失，則繼續加高錳酸鉀 1 g，振搖混合 10 分鐘，至紫紅色不消失。冷卻後滴入 10% 過氧化氫溶液至紫紅色消失，移入 200 mL 容量瓶中，以 1% 硫酸溶液洗滌裝置內部及玻璃接合部位，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一空白分解瓶，加入去離子水 10 mL 及硝酸 20 mL(低汞級)，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.6.7. 微波輔助硫-硝酸還流法：適用汞之檢驗。

檢體均質後，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中，緩緩加入五氧化釩-硫酸溶液 10 mL，充分混合，放置 2 小時，再緩緩加入硝酸(低汞級) 10 mL。接上冷凝管放置 4 小時，移入聚焦式微波消化器中，以微波功率 30 W 加熱 10 分鐘，再以微波功率 80 W 加熱 35 分鐘，反覆加熱操作至分解液呈澄清淡黃色。靜置 1~2 小時冷卻，緩緩加入 10% 尿素溶液 20 mL，充分混合，待反應完全，移入 50 mL 容量瓶中，以去離子水洗滌冷凝管及消化瓶，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容，供作檢液。另取一空白消化瓶，加入五氧化釩-硫酸溶液 10 mL，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.7. 含量測定：

2.7.1. 測定：

2.7.1.1. 火焰式原子吸收光譜法 (Flame atomic absorption spectrophotometry, FAAS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、錫及鋅之檢驗。

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入火焰式原子吸收光譜儀中，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

火焰式原子吸收光譜儀測定條件：

元素	波長(nm)	燃燒氣體	助燃氣體
鉛	283.3	乙炔	空氣
鎘	228.8	乙炔	空氣
銅	324.7	乙炔	空氣
銻	217.6	乙炔	空氣

錫	286.3	乙炔	笑氣(N ₂ O)
鋅	213.9	乙炔	空氣

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.2. 石墨爐式原子吸收光譜法(Graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、錫及鋅之檢驗。

精確量取檢液、空白檢液及標準溶液各 20 μ L，分別加入基質修飾劑(銅、銻、砷及錫使用基質修飾劑Ⅲ，鉛及鎘使用基質修飾劑Ⅱ，鋅使用基質修飾劑Ⅰ)2 μ L，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，鉛、鎘、銅、銻、砷、錫及鋅分別於 283.3 nm、228.8 nm、324.7 nm、217.6 nm、193.7 nm、286.3 nm 及 213.9 nm 依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2.節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

石墨爐式原子吸收光譜儀測定條件：

步驟	條件	溫度(°C)	升溫時間(sec)	持續時間(sec)	氣體流量(mL/min)	氣體類別
乾 燥		110	5	30	250	氫氣
		130	15	30	250	氫氣
灰 化		450	10	20	250	氫氣
		650	10	20	250	氫氣
原子化		1600	—	5	—	—
清 除		2450	1	3	250	氫氣

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.3. 感應耦合電漿放射光譜法(Inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入感應耦合電漿放射光譜儀中，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2.節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

感應耦合電漿放射光譜儀測定條件：

電漿無線電頻功率(W)	1300
電漿氫氣流速(L/min)	15.0
輔助氫氣流速(L/min)	0.2
霧化氫氣流速(L/min)	0.8

波長(nm)	鉛	220.353
	鎘	228.802
	銅	327.393
	銻	206.836
	砷	193.696
	汞	253.652
	錫	189.927
	鋅	206.200

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.4. 感應耦合電漿質譜法(Inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)：適用於鉛、鎘、銅、銻、砷、汞、錫及鋅之檢驗。

取檢液、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，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

感應耦合電漿質譜儀測定條件：

電漿無線電頻功率(W)	1300	
電漿氬氣流速(L/min)	15.0	
輔助氬氣流速(L/min)	0.2	
霧化氬氣流速(L/min)	0.8	
質量(m/z)	鉛	208、207、206
	鎘	114、111
	銅	63、65
	鋅	64、66
	銻	123
	砷	75
	汞	200

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.5. 氫化式-原子吸收光譜法：適用於砷之檢驗。

取空白檢液、檢液及標準溶液各 10 mL，加 40%碘化鉀溶液 1 mL，於暗處靜置 30 分鐘後，分別注入氫化物發生裝置中反應，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中砷之含量(ppm)。

氫化物發生裝置及原子吸收光譜儀測定條件：

條件	時間	流速(mL/min)
----	----	------------

步驟	(sec)	1%硼氫化鈉溶液	檢液	4N 鹽酸溶液
遲滯	10	4.5		9.0
反應	15	4.5	9.0	
分析	50	4.5	9.0	
清除	60	4.5		9.0

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.6. 冷蒸氣-原子吸收光譜法：適用於汞之檢驗。

將空白檢液、檢液及標準溶液分別注入汞蒸氣發生裝置中反應，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中汞之含量(ppm)。

汞蒸氣發生裝置及原子吸收光譜儀測定條件：

步驟	條件	時間 (sec)	流速(mL/min)		
			氯化亞錫溶液	檢液	去離子水
遲滯		10	4.5		9.0
反應		15	4.5	9.0	
分析		50	4.5	9.0	
清除		60	4.5		9.0

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.1.7. 冷蒸氣-汞原子螢光光譜法：適用於汞之檢驗。

將空白檢液、檢液及標準溶液分別注入汞原子螢光光譜儀中，依下列測定條件進行分析，並依 2.7.2. 節計算式求出檢體中汞之含量(ppm)。

汞原子螢光光譜儀測定條件：

步驟	條件	時間 (sec)	流速(mL/min)		
			氯化亞錫溶液	檢液	去離子水
遲滯		10	4.5		9.0
反應		15	4.5	9.0	
分析		50	4.5	9.0	
清除		60	4.5		9.0

註：上述測定條件不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.7.2 含量計算：

依 2.7.1. 節測定後，以下列計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各重金屬之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度(μg/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中各重金屬之濃度(μg/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. 依本檢驗方法總則分析其他重金屬時，應經方法確效並採相關品質管制規範。
2. 依本檢驗方法總則研擬並經確效之檢驗方法，應敘明適用之檢體類別、分析之元素種類及定量極限。惟行政院衛生署業已公告之檢驗方法，則定量極限應符合公告檢驗方法。
3. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。