

食鹽中重金屬檢驗方法—砷之檢驗(草案)

Method of Test for Heavy Metals in Food Grade Salt – Test of Arsenic

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食鹽中砷之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經酸輔助消化前處理後，以原子螢光光譜儀(atomic fluorescence spectrometer, AFS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 原子螢光光譜儀(Atomic fluorescence spectrometer)：附氫化裝置。
 - 2.1.2. 石墨熱板消化器(Graphite block digester)：附有溫度自動調節器。
 - 2.1.3. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：

硫酸、鹽酸、氫氧化鈉及碘化鉀均採用超純級；硝酸、過氧焦硫酸鉀(potassium peroxydisulfate)及硼氫化鈉(sodium borohydride)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)；砷標準品(1000 µg/mL)採用 AA 分析級。
 - 2.3. 器具及材料^(註)：
 - 2.3.1. 容量瓶：20 mL、100 mL 及 1000 mL，Pyrex 材質，或同級品。
 - 2.3.2. 消化瓶：50 mL，玻璃、PP、Teflon 材質，或同級品。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 µm，Teflon 材質，或同級品。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸蒸氣酸洗 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：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. 1.25M 硫酸溶液：

量取硫酸 70 mL，緩緩加入去離子水 800 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。
 - 2.4.2. 5%過氧焦硫酸鉀溶液：

稱取過氧焦硫酸鉀 5 g，加去離子水溶解使成 100 mL。
 - 2.4.3. 1% (v/v)鹽酸溶液：

量取鹽酸 10 mL，緩緩加入去離子水 800 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.4. 30% (v/v) 鹽酸溶液：

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

2.4.5. 0.1N 氫氧化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉 4 g，加入去離子水 800 mL 溶解，再加去離子水使成 1000 mL。

2.4.6. 1% 硼氫化鈉溶液：

稱取硼氫化鈉 10 g，加 0.1N 氫氧化鈉溶液溶解使成 1000 mL，臨用時調製。

2.4.7. 40% 碘化鉀溶液：

稱取碘化鉀 40 g，加去離子水溶解使成 100 mL，臨用時調製。

2.5. 標準溶液之配製：

精確量取砷標準品 0.1 mL，置於 100 mL 容量瓶中，以 1% (v/v) 鹽酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以 30% (v/v) 鹽酸溶液稀釋至 0.5~3 ng/mL，移入儲存瓶中。分別量取 10 mL，置儲存瓶中，各加入 30% (v/v) 鹽酸溶液 10 mL 及 40% 碘化鉀溶液 1 mL，於暗處靜置 1 小時後，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取檢體約 1 g，精確稱定，置消化瓶中，以去離子水 15 mL 溶解，再加入 1.25M 硫酸溶液 1.5 mL 及 5% 過氧焦硫酸鉀溶液 2 mL，於石墨熱板消化器中以 60°C 加熱消化 30 分鐘後，升溫至 95°C，續加熱消化 90 分鐘。冷卻後取出，以去離子水定容至 20 mL，經濾膜過濾，濾液移入儲存瓶中。量取 10 mL，置儲存瓶中，加入 30% (v/v) 鹽酸溶液 10 mL 及 40% 碘化鉀溶液 1 mL，於暗處靜置 1 小時後，供作檢液。另取一消化瓶，加入去離子水 15 mL、1.25M 硫酸溶液 1.5 mL 及 5% 過氧焦硫酸鉀溶液 2 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

2.7. 含量測定：

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速率分別注入原子螢光光譜儀中，依下列測定條件進行分析，就檢液及標準溶液所得信號強度比較之，並依下列計算式求出檢體中砷之含量(ppm)。

$$\text{檢體中砷之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中砷之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

原子螢光光譜儀測定條件^(註)：

波長：189.04 nm。

1%硼氫化鈉溶液流速：4.5 mL/min。

30% (v/v)鹽酸溶液流速：9.0 mL/min。

樣品溶液流速：9.0 mL/min。

載流氣體：氫氣，300 mL/min。

乾燥氣體：氫氣，2.5 L/min。

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。

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為 0.01 ppm。

2. 食品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，應經適當驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)驗證或方法確效。