

蔬果植物類、果醬和果凍食品中重金屬檢驗方法 修正草案總說明

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三月二十八日衛授食字第一一三一三〇〇一二六號令修正「食品中污染物質及毒素衛生標準」第六條、第三條附表一中增訂堅果油籽類之鎘限量規定，爰擬具「蔬果植物類、果醬和果凍食品中重金屬檢驗方法」修正草案，其修正要點如下：

- 一、「適用範圍」及「檢液之調製」擴增堅果及油籽類基質。
- 二、「試藥」增列內部標準品「鉍」及「鈹」。
- 三、修正「內部標準溶液之配製」、「標準溶液之配製」、「標準曲線之製作」及「含量測定」，改以多重內標分析。
- 四、「附註」增列藻類中鉛及鎘及堅果和油籽中鎘之定量極限。
- 五、增修訂部分文字。

蔬果植物類、果醬和果凍食品中重金屬檢驗方法 修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果植物類(包括藻類及乾豆類，惟菇蕈類除外)中鉛及鎘、果醬和果凍中鉛、藻類中汞及堅果和油籽中鎘之檢驗。</p> <p>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。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。</p> <p>2.1.2. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。</p> <p>2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</p> <p>2.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鉛(lead)、鎘(cadmium)、汞(mercury)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；銠(rhodium)、銱(iridium)及鉍(bismuth)內部標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。</p> <p>2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。</p> <p>2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE材質。</p> <p>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</p>	<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果植物類(包括藻類，惟菇蕈類除外)中鉛及鎘、果醬和果凍中鉛及藻類中汞之檢驗。</p> <p>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。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。</p> <p>2.1.2. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。</p> <p>2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</p> <p>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(lead)標準品(1000 µg/mL)、鎘(cadmium)標準品(1000 µg/mL)、汞(mercury)標準品(1000 µg/mL)、金(gold)標準品(1000 µg/mL)及銠(rhodium)內部標準品(1000 µg/mL)均採用ICP分析級。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。</p> <p>2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。</p> <p>2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE材質。</p> <p>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</p>	<p>一、「適用範圍」及「檢液之調製」擴增堅果及油籽類基質。</p> <p>二、「試藥」增列內部標準品「銱」及「鉍」。</p> <p>三、修正「內部標準溶液之配製」、「標準溶液之配製」、「標準曲線之製作」及「含量測定」，改以多重內標分析。</p> <p>四、「附註」增列藻類中鉛及鎘及堅果和油籽中鎘之定量極限。</p> <p>五、增修訂部分文字。</p>

<p>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。</p> <p>2.4. 5% (w/w)硝酸溶液之調製： 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。</p> <p>2.5. 內部標準溶液之配製： 精確量取銻、鉍及鉍內部標準品各0.5 mL及金標準品5 mL^(註)，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。 <u>註：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)。</u></p> <p>2.6. 標準溶液之配製： 精確量取鉛、鎘及汞標準品各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混合，加入內部標準溶液，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。</p> <p>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。就鉛、鎘及汞與其內部標準品之訊號強度比值，與對應之鉛、鎘及汞濃度，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。 電漿氫氣流速：15 L/min。 輔助氫氣流速：0.9 L/min。 霧化氫氣流速：1.0 L/min。 偵測離子(m/z)：</p>	<p>離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。</p> <p>2.4. 5%硝酸溶液之調製： 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。</p> <p>2.5. 內部標準溶液之配製： 精確量取銻內部標準品0.5 mL及金標準品5 mL，以5%硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量內部標準原液，以5%硝酸溶液稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。</p> <p>2.6. 標準溶液之配製： 精確量取鉛、鎘及汞標準品各0.5 mL，分別以5%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混合，加入內部標準溶液，以5%硝酸溶液配製為0~25 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。</p> <p>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，就鉛、鎘或汞與銻訊號強度比值，與對應之鉛、鎘或汞濃度，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。 電漿氫氣流速：15 L/min。 輔助氫氣流速：0.9 L/min。 霧化氫氣流速：1.0 L/min。 偵測離子(m/z)： 鉛：208、206、207； 鎘：114、112、111； 汞：202、200； 銻：103。</p> <p>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。</p> <p>2.8. 檢液之調製： 將檢體均質後，取生鮮蔬果植物</p>	
----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--

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

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：

將檢體均質後，取生鮮蔬果植物類檢體約2 g，精確稱定；果醬、果凍、乾豆類、堅果及油籽檢體約0.5 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，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，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，以下步驟同檢液之操作，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	1000	5	0	100
2	1000	15	5	220
3	1800	10	10	240

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。

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鉛、鎘或汞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鉛、鎘或汞之含量(mg/kg)：

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

C：由標準曲線求得檢液中鉛、鎘或汞之濃度(ng/mL)

類檢體約2 g，果醬、果凍及乾豆類檢體約0.5 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，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，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，以下步驟同檢液之操作，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	1000	5	0	100
2	1000	15	5	220
3	1800	10	10	240

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。

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鉛、鎘或汞與銻訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛、鎘或汞之含量(mg/kg)：

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

C：由標準曲線求得檢液中鉛、鎘或汞之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛、鎘或汞之濃度(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，生鮮蔬果植物類(菇蕈類除外)中鉛及鎘均為0.005 mg/kg，乾豆類之鉛及鎘均為0.02 mg/kg，藻類中汞為0.005 mg/kg，果醬和果凍中鉛為0.02 mg/kg。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質

<p>C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛、鎘或汞之濃度(ng/mL)</p> <p>V：檢體最後定容之體積(mL)</p> <p>M：取樣分析檢體之重量(g)</p> <p>附註：1. 本檢驗方法之定量極限，生鮮蔬果植物類(菇蕈類除外)中鉛及鎘均為0.005 mg/kg，乾豆類中鉛及鎘均為0.02 mg/kg，藻類中鉛、鎘及汞均為0.005 mg/kg，果醬和果凍中鉛為0.02 mg/kg，堅果和油籽中鎘為0.02 mg/kg。</p> <p>2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p> <p>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。</p> <p>參考文獻：</p> <p>1. Chew, G., Sim, L. P., Ng, S. Y., Ding, Y., Shin, R. Y. C. and Lee, T. K. 2016. Development of a mushroom powder Certified Reference Material for calcium, arsenic, cadmium and lead measurements. Food Chem. 190: 293-299.</p> <p>2. U.S. Food and Drug Administration. 2015. 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. [https://www.fda.gov/media/87509/download]</p> <p>3. Bakkali, K., Martos, N. R., Souhail, B. and Ballesteros, E. 2012. Determination of heavy metal content in vegetables and oils from Spain and Morocco by inductively coupled plasma mass spectrometry. Anal. Lett. 45: 907-919.</p>	<p>時，應自行探討。</p> <p>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。</p> <p>參考文獻：</p> <p>1. Chew, G., Sim, L. P., Ng, S. Y., Ding, Y., Shin, R. Y. C. and Lee, T. K. 2016. Development of a mushroom powder Certified Reference Material for calcium, arsenic, cadmium and lead measurements. Food Chem. 190: 293-299.</p> <p>2. U.S. Food and Drug Administration. 2015. 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. [https://www.fda.gov/media/87509/download]</p> <p>3. Bakkali, K., Martos, N. R., Souhail, B. and Ballesteros, E. 2012. Determination of heavy metal content in vegetables and oils from Spain and Morocco by inductively coupled plasma mass spectrometry. Anal. Lett. 45: 907-919.</p>	
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--