

寵物食品中砷、鎘、鉛及汞之檢驗方法

Method of Test for Arsenic, Cadmium, Lead and Mercury in Pet Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於寵物食品中砷、鎘、鉛及汞之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經酸消化後，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. 熱板消化器(hot block digester)：附有溫度自動調節器。
 - 2.1.3. 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。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.5. 攪拌均質機(Blender)。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；過氧化氫 (30%)採用超純級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；砷 (Arsenic)、鎘 (Cadmium)、汞 (Mercury)及鉛 (Lead)標準品濃度皆為1000μg/mL，均採用ICP分析級；金 (Gold)標準品及銠 (Rhodium)內部標準品濃度為1000μg/mL，採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 熱板消化瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.2. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.3.3. 容量瓶^(註)：50 mL及100 mL及1000 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.5. 濾膜：孔徑0.45 μm，Teflon材質。

註：器具經洗淨後，放入酸蒸氣清洗裝置，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，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 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。
 - 2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銨內部標準品0.5 mL，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。臨用時取適量內部標準原液，以5%(w/w)硝酸溶液稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。

2.6. 金標準溶液之配製：

精確量取1000 µg/mL之金標準品5 mL，以5%超純級硝酸溶液定容至50 mL，作為工作標準溶液。

2.7. 標準溶液之配製：

精確量取砷、鎘、汞及鉛標準品各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，加入內部標準溶液及金標準溶液^(註)，以5%(w/w)硝酸溶液配製為0~50 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL，金標準品濃度100 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

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)。

2.8. 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。就砷、鎘、汞或鉛與內部標準品訊號強度比值，與對應之砷、鎘、汞或鉛濃度，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。

電漿氬氣流速：15 L/min。

輔助氬氣流速：0.9 L/min。

霧化氬氣流速：1.0 L/min。

偵測離子 (m/z)：

分析元素		對應之內標元素	
砷	75	銨	103
鎘	111、112、114		
汞	202、200、201		
鉛	208、206、207		

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。

2.9. 檢液之調製^註：

2.9.1. 熱板消化流程：

將檢體均質後，取約0.2 g，精確稱定，置於熱板消化瓶中，添加內部標準溶液0.5 mL、金標準溶液0.05 mL、硝酸(超純級)5 mL及過氧化氫2 mL進行預消化30分鐘，再置於熱板消化爐中以70°C加熱消化30分鐘，再升溫至90°C，加熱消化40分鐘，再以130°C，加熱消化90分鐘。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌熱板消化瓶，洗液併入容量瓶中，再以去離子水定容至50 mL，移入儲存瓶中，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白熱板消化瓶，加入內部標準溶液0.5 mL、金標準溶液0.05 mL、硝酸(超純級)5 mL及過氧化氫2 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

步驟 \ 條件	溫度控制 (°C)	持續時間 (min)
1	室溫	30
2	70	30
3	90	40
4	130	90

註：實驗室可依所使用之設備進行消化，若設定條件不適時，依所使用之儀器設定適合之測定條件。

2.9.2. 微波消化流程：

將檢體均質後，取約0.2 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，添加內部標準溶液0.5 mL、金標準溶液0.05 mL、硝酸(超純級)5 mL及過氧化氫2 mL，以下列條件進行消化，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、金標準溶液0.05 mL、硝酸(超純級)5 mL及過氧化氫2 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

步驟 \ 條件	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：實驗室可依所使用之設備進行消化，若設定條件不適時，依所使用之

儀器設定適合之測定條件。

2.10. 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2.8.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中砷、鎘、汞或鉛與其內部標準品訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中砷、鎘、汞或鉛之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中砷、鎘、汞或鉛之含量(mg/kg)} = \frac{(C-C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中砷、鎘、汞或鉛之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷、鎘、汞或鉛之濃度(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，砷、鎘、汞及鉛均為0.1 mg/kg。
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：

1. 重金屬檢驗方法總則。103 年 8 月 25 日部授食字第 1031901169 號公告修正。
2. AOAC Official Method 986.15- Arsenic, Cadmium, Lead, Selenium, and Zinc in Human and Pet Foods.