

蛋類中鉛及銅含量檢驗方法開發

朱正明 賴怡甄 蔡孟晉 林勇偉 廖家鼎 高雅敏 王德原 陳惠芳

食品藥物管理署研究檢驗組

摘 要

蛋類便宜且具有高營養價值，是國人每天易於攝取的飲食之一。在皮蛋加工過程中，會藉由添加氧化鉛及硫酸銅以提升產品的成功率，但卻可能使蛋製品中鉛及銅含量超過法規之限量標準。鉛為毒性化學物質，主要危害人體之神經及消化系統，嚴重者可能導致死亡。銅雖為人體所需之微量元素，但過量攝取會導致肝硬化。本研究將蛋類分別以微波與石墨加熱板消化處理後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析其鉛及銅的含量，並將兩者結果進行比較。本研究方法為精確稱取樣品(全蛋、蛋黃和蛋白) 0.5g，並添加濃硝酸(70%) 5 mL，分別以微波消化40分鐘及石墨加熱板消化120分鐘後，以ICP-MS分析，質量數以鉛208及銅65定量。微波與石墨加熱板消化前處理之標準曲線的決定係數(R^2)皆可達0.999以上，鉛及銅的定量極限分別為0.03及0.25 ppm。於新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋和鐵蛋的全蛋中分別添加鉛0.03 ppm及銅0.5 ppm，以微波消化前處理之平均回收率為鉛93.2 - 100.3%及銅87.9 - 125.4%。於新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋和鐵蛋的全蛋中分別添加鉛0.03 ppm及銅0.5 ppm，以石墨加熱板前處理之平均回收率分別為鉛80.5 - 115.8%及銅98.7 - 119.1%。以本研究所建立之方法分析23件市售檢體中，其鉛及銅含量分別為N.D. - 0.03 ppm及N.D. - 3.66 ppm，皆低於我國法規限量標準(鉛0.3 ppm以下；銅5 ppm以下)。此外，5種蛋類中銅含量由小至大，依序為新鮮蛋類、滷蛋、鐵蛋、鹹蛋及皮蛋，且蛋黃之含銅量皆較全蛋與蛋白高。

關鍵詞：鉛、銅、微波消化法、石墨加熱板法、感應耦合電漿質譜儀

前 言

傳統蛋製品可分為醃製蛋及熟製蛋，醃製蛋包括皮蛋、鹹蛋及糟蛋，熟製蛋則包括茶葉蛋、滷蛋及鐵蛋等。其中，皮蛋為我國特有之蛋加工品，屬於鹼凝固蛋品⁽¹⁾。皮蛋製造的原理是藉由加入鹼來提高酸鹼值，使蛋白由稀黏液狀轉變為濃稠狀，最後再變成膠體，但當酸鹼值過高時，可能造成膠體蛋白溶解，故傳統

的皮蛋製程中會添加氧化鉛、氧化銅或硫酸銅等緩衝酸鹼值，防止已凝固之皮蛋液化，以提高皮蛋之製成率。因此，皮蛋中鉛、銅含量長久以來一直為消費大眾與各級衛生機關相當重視的食品衛生安全問題⁽²⁾。

鉛為毒性化學物質，主要是經由呼吸或攝食的途徑進入人體，人類對於後者途徑所能負荷的鉛含量為0.005 mg/kg b.w。鉛進入人體後，可分布於血液、骨骼及其他軟組織中，若成人每100 mL血液中鉛含量高於80 µg，孩童介於60 - 80 µg，即可能發生鉛中毒⁽¹⁾。一次

性攝入10 - 15 g之可溶性鉛鹽會導致急性鉛中毒，產生貧血、神經或腦疾患的症狀。若連續數週至數月每日攝食1 - 5 mg之可溶性鉛鹽，鉛將會蓄積於人體引起慢性中毒，造成血液、神經、平滑肌等功能障礙⁽²⁾。

銅為人類必需元素，主要透過食入吸收，每日需求量約2 - 3 mg，銅能與蛋白質結合執行酵素的催化反應。若攝取過量的銅，會導致血液中含有高量銅離子，造成溶血性貧血的症狀，此外，急性銅中毒亦會引起噁心、嘔吐及腹瀉等症狀⁽¹⁾⁽²⁾。

國內外文獻指出，蛋製品會因不同物種來源、蛋黃與蛋白含量比例、養殖方式及加工方式等，其重金屬含量會有所差異。Nisianakis等人研究發現新鮮雞蛋、火雞蛋、鵝蛋、鴨蛋及鵪鶉蛋中蛋黃及蛋白中微量元素含量有所差異，且指出蛋黃中微量元素含量較蛋白高。以銅元素為例，雞蛋、火雞蛋、鵝蛋、鴨蛋及鵪鶉蛋蛋黃中的平均含量分別為1.272、3.407、1.108、1.559及1.351 ppm，較蛋白中銅平均含量0.254、0.243、0.560、0.440及0.097 ppm為高⁽³⁾，而Giannenas等人研究亦發現傳統蛋類、有機蛋及放養蛋中蛋黃銅含量亦高於蛋白⁽⁴⁾。在鉛的研究方面，Fu等人發現產自中國的3種傳統加工蛋類中，皮蛋的鉛含量遠高於另外兩種非皮蛋之加工蛋類⁽⁵⁾。

目前因國情關係，僅我國與中國訂有蛋類重金屬標準，中國針對皮蛋及皮蛋以外之蛋製品分別訂有0.5及0.2 ppm鉛含量的限量標準，且訂有蛋製品之鎘含量不得超過0.05 ppm。而我國衛生福利部訂定「蛋類衛生標準」，對於蛋類中鉛及銅的限量標準分別為鉛0.3 ppm及銅5 ppm以下，以作為各級衛生機關執法時的參考依據。

重金屬常用之前處理方法包括乾式消化法(dry digestion)、濕式消化法(wet digestion)和微波消化法(microwave digestion)，三種方法各有其優缺點，乾式消化法雖可同時處理大量有機

物樣品，但其灰化速度慢，易造成揮發性元素遺失，且反應過程非密閉易造成汙染。而濕式消化法操作簡單，因分解溫度較低，不易造成待測元素逸失，雖有消化速度慢、受樣品量大小之限制，但其儀器價格較微波消化法低廉，故在常規檢驗時仍有作為前處理方法之價值。微波消化法有速度快、揮發性元素不易漏失、受汙染機會小等優點，但其一批次所能消化之樣品數量有限，且微波消化儀價格昂貴。

因此本研究考量上述各消化方法之優缺點，並參考「重金屬檢驗方法總則」⁽⁶⁾、基隆市衛生局建立之石墨熱板消化方法⁽⁷⁾以及Nisianakis等人微波消化法之研究⁽³⁾，探討不同前處理方法：微波消化法及石墨熱板消化法，以及不同的反應時間等消化條件，對蛋類製品鉛、銅檢測的影響，後端搭配ICP - MS進行分析，以建立最佳化之檢測方法。本研究亦完成小型市售調查，探討不同蛋類(新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋)及蛋的不同部分(全蛋、蛋黃及蛋白)之鉛及銅含量，期望本研究之結果能作為官方及業界檢驗單位在執行蛋類製品等相關檢驗時之參考依據，為消費者的食安把關。

材料與方法

一、檢體來源

本研究所使用之檢體係食藥署於105年1至7月間購自各傳統市場及大賣場，分別為新鮮蛋類7件、滷蛋3件、皮蛋6件、鹹蛋4件及鐵蛋3件，共計23件檢體。

二、材料與試劑

(一)試劑：超純級硝酸採用試藥級，購自美國Mallinckrodt Baker公司、鉛及銅標準溶液、銨內部標準溶液均採用ICP分析級，購自德國Merck KGaA公司；全蛋粉

標準參考物質(NIST-SRM1845a)，購自美國國家標準技術研究所National Institute of Standards and Technology(NIST) 產品(Gaithersburg, MD, USA)。各種溶液之配製均使用Millipore Milli-Q製造 (Bedford, MA, USA)，比電阻於25°C可達18MΩ-cm之去離子水。

(二)器具：微波消化使用石英管消化管組、漏斗、定量瓶、吸量管等玻璃均為派勒斯(Pyrex)材質，塑膠瓶(SC475，50 mL，聚丙烯材質，附蓋)，使用前均先以洗劑清洗，經清水洗滌後，以酸蒸氣清洗裝置，蒸氣酸洗2小時，以去離子水將附著於管壁上之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。蒸氣酸洗用硝酸採用試藥特級。

(三)標準溶液之配製

1. 鉛及銅標準溶液：精確量取1000 mg/L之鉛及銅標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，供作鉛及銅標準原液(100 µg/mL)。
2. 內部標準溶液：精確量取10 mg/L之銻標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，供作內部標準溶液(1 µg/mL)。
3. 鉛及銅標準溶液：精確量取鉛及銅標準原液，加入內部標準溶液0.5 mL，加入硝酸5 mL定容至50 mL，稀釋成濃度為1 - 25 ng/mL(含內部標準濃度10 ng/mL)，供作鉛及銅標準溶液，臨用時調製。

三、儀器設備

- (一)感應耦合電漿質譜儀，儀器參數見表一(Perkin-Elmer Sciex, Concord, Canada)
- (二)全自動超高壓微波反應系統(Milestone Ultraclave, Sorisole, Italy)
- (三)石墨熱板消化器(DigiPREP MS, Quebec, Canada)

表一、感應耦合電漿質譜儀之儀器參數

Parameter	Condition
Nebulizer	Concentric
Spray Chamber	Cyclonic
Nebulizer Ar flow rate	1.00 L/min
RF power	1400 W
Ar plasma gas flow rate	17.0 L/min
Ar auxiliary gas flow rate	1.1 L/min
Auto lens	ON
Mass (m/z)	²⁰⁸ Pb and ⁶⁵ Cu
Dwell time	500 ms
Sweeps	20
Readings	1
Replicates	580

(四)酸蒸氣清洗裝置(TraceCLEAN, Milestone, Sorisole, BG, Italy)

(五)去離子水製造機(Milli-Q, Billerica, MA, USA)

四、試驗方法

(一)微波消化前處理最佳化條件之探討：精確稱取均質後樣品0.5 g，加入內部標準溶液0.5 mL及添加0.1 ppm之鉛標準品，再加入硝酸5 mL，進行微波消化，微波消化時間設定30、40和50分鐘，消化完成後，放冷移入50 mL容量瓶中，以去離子水定容，再以ICP-MS 檢測標準參考物質之銅含量，並計算其回收率與變異係數，探討微波消化處理時間對回收率之影響。

(二)石墨熱板處理前處理最佳化條件之探討：精確稱取均質後樣品0.5 g，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸5 mL，以石墨加熱板進行消化，最終加熱時間為120、150、180、210及240分鐘，最後以ICP-MS檢測標準參考物質之銅含量，計算其回收率與變異係數，探討加熱時間對回收率之影

響。

(三)ICP-MS系統之線性範圍：取濃度0.1、1、5、7.5及10 ng/mL之鉛及0.5、5、10、25、50 ng/mL之銅混合標準溶液50 mL，利用ICP-MS進行分析，以求出鉛及銅之線性範圍。

(四)定量極限之探討：取蛋類空白檢體0.5 g，添加含有已知量待測物之低濃度標準品，以最佳消化條件消化後，利用ICP-MS分析，以其最低添加濃度回收率介於80 - 120%為定量極限。

(五)添加回收試驗：將蛋類檢體區分為蛋黃、蛋白以及全蛋後，於檢體中分別添加0.03 ppm之鉛標準品及0.5 ppm之銅標準品，以本研究建立之最佳操作程序進行3重複分析，計算其回收率及變異係數。

(六)查核樣品分析：取標準參考物質 Whole Egg Powder (NIST-SRM1845a)約0.5 g，精確稱定，以最佳消化條件消化後，經ICP-MS檢測並計算其回收率，管制範圍為回收率須介於80-120%。

結果與討論

一、蛋類中鉛及銅含量檢驗方法最佳化條件之探討

(一)標準曲線之線性範圍

1. 標準曲線之硝酸濃度對於全蛋粉標準參考物質中鉛及銅含量回收率之影響

本試驗以全蛋粉標準參考物質作為樣品，利用微波消化前處理，再以ICP-MS偵測，進行三重複之檢驗，探討以銻為內部標準品製作之標準曲線之準確度，由於全蛋之標準參考物質，僅標示銅含量(不含鉛)，故在樣品中添加0.1 ppm鉛標準品，進行回收率之探討。鉛Pb208在1及7%硝酸定容之標準

品曲線下之檢驗值分別為 0.1 ± 0.0 及 0.1 ± 0.0 ppm，回收率為 88.8 ± 1.3 及 $102.5 \pm 0.6\%$ 。銅Cu65在1及7%硝酸定容之標準品曲線下之檢驗值分別為 2.1 ± 0.0 及 2.5 ± 0.2 ppm，回收率為 85.7 ± 0.5 及 $103.7 \pm 6.5\%$ 。顯示在不同硝酸濃度之標準曲線下，鉛及銅含量之回收率都符合確效規範(回收率80 - 120%)，其中以7%硝酸配製之標準曲線，其回收率可接近100%，更適用於蛋類鉛及銅含量之檢驗方法(表二)。

2. 標準曲線之製作

以鉛標準原液配製濃度0.1 - 25 ng/mL標準溶液以及銅標準原液配製0.5 - 50 ng/mL之標準溶液，利用10 ng/mL銻標準溶液作為內部標準品，以鉛與銻及銅與銻信號強度比值，與對應之鉛和銅濃度，分別製作標準曲線，標準曲線分別以1及7%硝酸定容。以1%及7%硝酸定容的Pb208線性方程式分別為 $y = 0.0617x - 0.0041$ (R^2 為1.0000)及 $y = 0.0496x + 0.0005$ (R^2 為0.9998)。銅Cu65以1及7%硝酸定容的線性方程式分別為 $y = 0.0127x - 0.0019$ (R^2 為0.9999)及 $y = 0.0094x + 0.0021$ (R^2 為0.9999) (圖一)。

(二)微波消化前處理條件測試

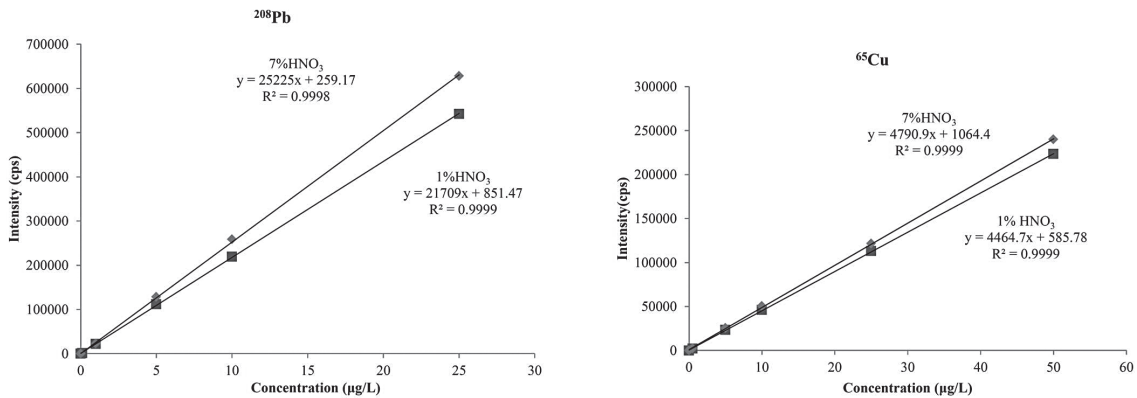
表二、以不同硝酸濃度製作之標準曲線推算樣品中鉛及銅含量回收率

樣品	HNO ₃ 濃度(%)	回收率 ^a (%)
spike Pb (0.1) ^b	1	88.8 ± 1.29
	7	102.5 ± 0.6
SRM-1845a (Cu 2.40 ± 0.11) ^c	1	85.4 ± 0.8
	7	103.0 ± 6.4

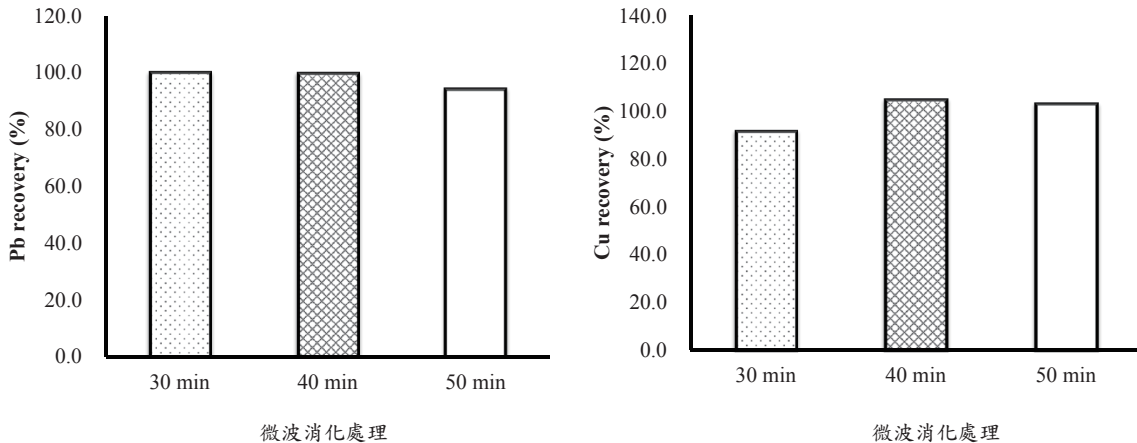
^a n=3

^b 添加量(ppm)

^c 標示量(ppm)



圖一、以1%和7%硝酸製作之鉛與銅標準曲線



圖二、微波消化時間對於樣品中鉛及銅回收率之影響

取樣品0.5 g中添加0.1 ppm 鉛標準品，加入內部標準品溶液0.5 mL及硝酸5 mL，分別進行30、40、50分鐘的微波消化處理，其鉛回收率分別為 $99.8 \pm 6.59\%$ 、 $99.7 \pm 0.59\%$ 及 $94.03 \pm 1.44\%$ ；銅回收率分別為 $91.6 \pm 0.9\%$ 、 $104.6 \pm 4.8\%$ 及 $103.0 \pm 6.4\%$ （圖二），顯示微波消化40分鐘，其鉛及銅回收率可達100%且標準差可小於5%，故選擇微波消化40分鐘進行前處理。

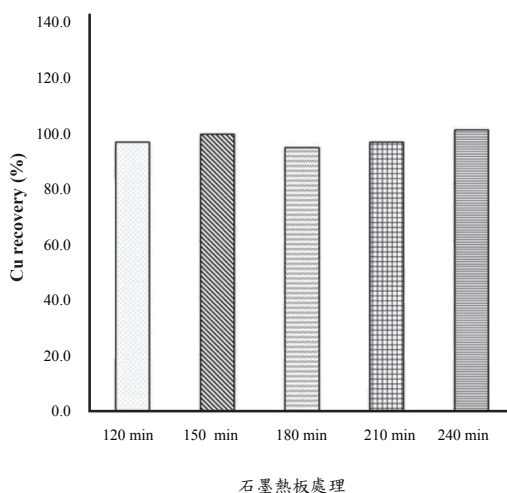
(三) 石墨加熱板消化前處理條件測試

取NIST-SRM1845a 0.5 g，加入硝酸5 mL，分別進行120、150、180、210及240

分鐘的石墨加熱消化處理，其銅回收率分別為 $94.8 \pm 0.0\%$ 、 $97.6 \pm 0.0\%$ 、 92.8 ± 0.1 、 94.8 ± 0.0 及 $99.1 \pm 0.1\%$ （圖三）。雖然石墨加熱板消化120分鐘可達到回收率範圍80-120%，但以肉眼觀察，發現其消化並不完全，仍有白色沉澱，故選擇石墨加熱板消化210分鐘，作為最後消化的前處理。

二、定量極限之探討

將含有低濃度待測物之樣品以最佳操作程序分析，依序添加低濃度標準品，其添



圖三、全蛋標準參考物質(NIST-SRM1845a)經不同石墨加熱板消化時間處理之銅(Cu)回收率變化

加回收的回收率符合食品化學確效規範(80-120%)的最低濃度，即為定量極限。結果顯示

添加0.01、0.03及0.05 ppm鉛標準溶液，其回收率分別為 121.8 ± 32.5 、 105.1 ± 5.81 及 $102.1 \pm 4.5\%$ ；添加0.05、0.25及0.50 ppm銅標準溶液，其回收率分別為 80.4 ± 28.8 、 99.5 ± 4.3 及 $99.7 \pm 3.6\%$ ；鉛及銅之回收率於添加0.03和0.25 ppm時較為穩定，故將此2個濃度作為定量極限(表三)。

三、方法確效試驗

(一)微波消化法

1. 同日及異日方法確效

分別製作含有0.05 ppm鉛濃度之檢體及以銅含量 2.40 ± 0.11 mg/kg標準參考物質作為檢體，以微波消化最佳條件進行同日(intraday)及異日(interday)試驗。結果顯示，鉛的同日及異日之平均回收率為100.3及99.5%，變異係數分別為1.3及2.1%；銅的同日及異日平均回收率

表三、以微波消化蛋類檢體中鉛及銅之LOQ評估

Pb添加量 (ppm)	Pb檢測值 (ppb)	回收率(%)	平均(%)	Cu添加量 (ppm)	Cu檢測值 (ppb)	回收率(%)	平均(%)
0	3.51	-	-	0	636.23	-	-
0.01	15.14	116.3	121.8	0.05	694.26	116.1	80.4
	19.71	162.0			655.46	38.5	
	15.53	120.1			674.65	76.8	
	10.85	73.4			673.55	74.6	
	17.25	137.4			684.21	96.0	
0.03	37.07	111.9	105.1	0.25	871.76	94.2	99.5
	32.76	97.5			869.73	96.5	
	36.43	109.7			884.31	102.3	
	34.14	102.1			890.45	104.8	
	34.79	104.3			878.15	99.9	
0.05	55.58	104.1	102.1	0.5	1157.86	104.3	99.7
	54.26	101.5			1147.48	102.3	
	52.04	97.1			1131.98	99.2	
	57.80	108.6			1112.15	95.2	
	53.02	99.0			1124.16	97.6	

表四、以微波消化及石墨加熱板消化蛋類檢體中鉛及銅之同日及異日分析

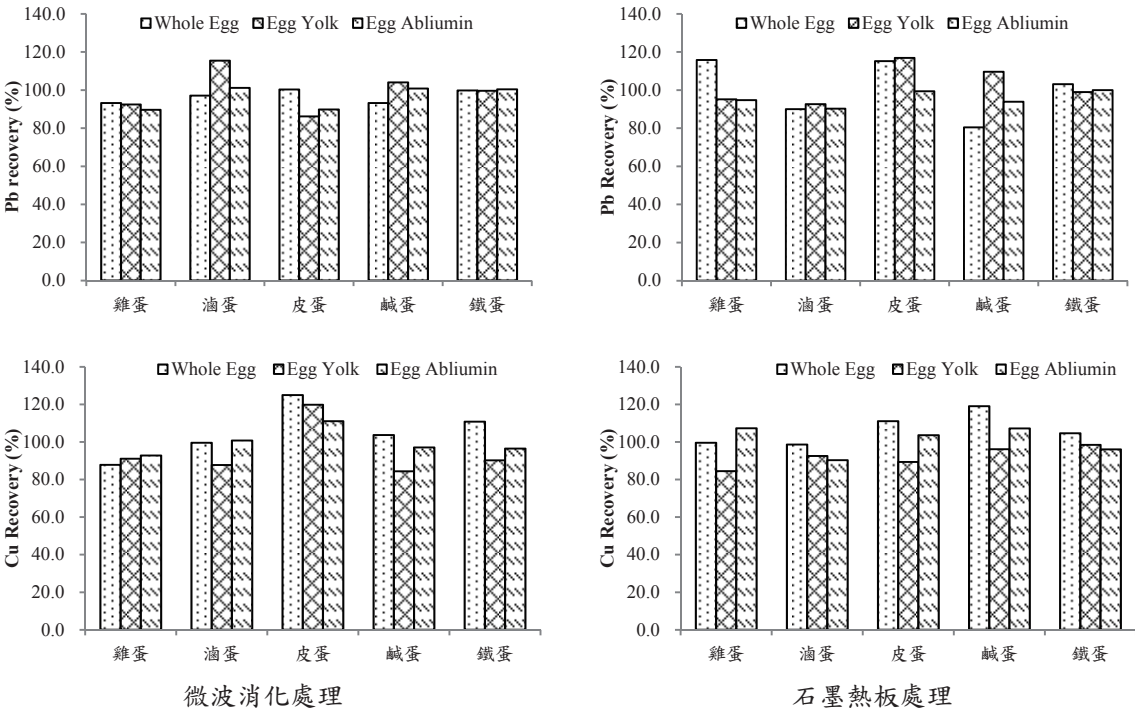
消化方式		Spiked level (ppm)	Intraday (n=3)		Interday (n=3)	
			Recovery (%)	CV(%)	Recovery (%)	CV(%)
微波消化	Pb	0.03	100.3 ± 1.3	1.3	99.5 ± 2.1	2.1
	Cu	2.40 ± 0.11 ^a	98.7 ± 0.3	0.3	99.3 ± 4.2	4.2
石墨熱板消化	Pb	0.03	103.2 ± 5.0	4.8	109.8 ± 7.9	7.2
	Cu	2.40 ± 0.11 ^a	102.5 ± 4.0	3.9	97.9 ± 4.2	4.3

^a 標準參考物質之標示量(ppm)

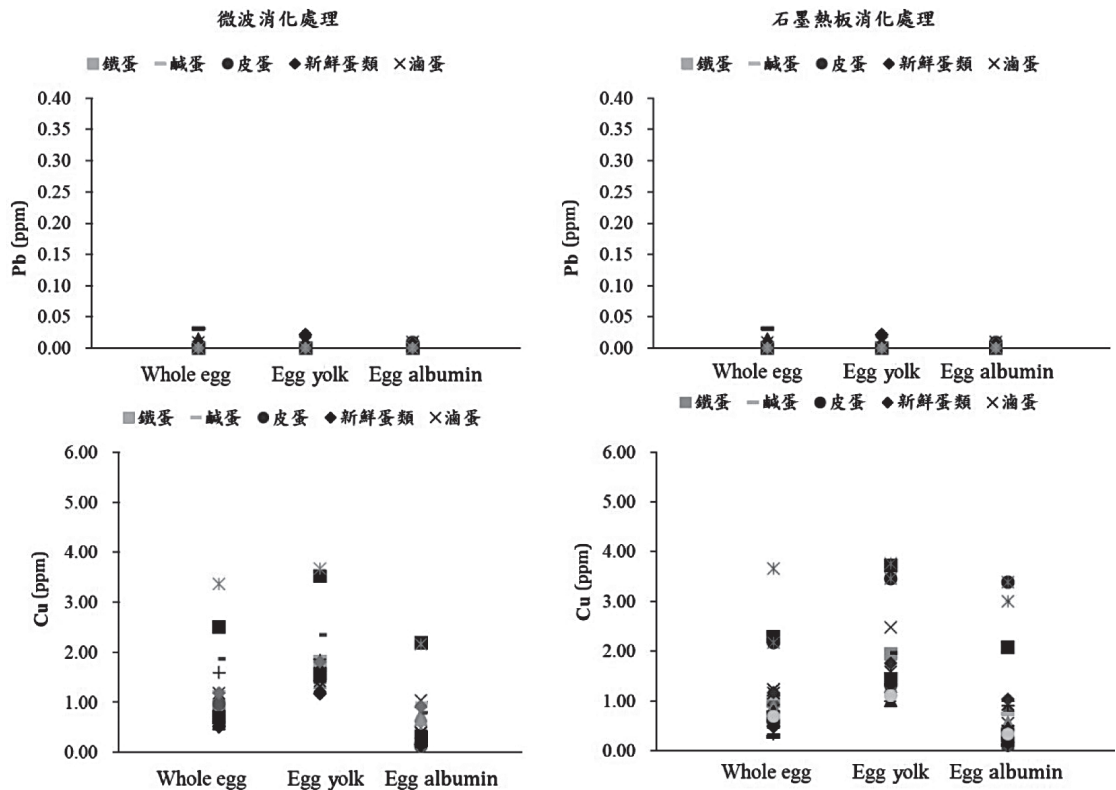
分別為98.7及99.3%，變異係數分別為0.3及4.2%，顯示微波消化方法測定此二種成分之再現性良好(表四)。

2. 不同蛋類基質之添加回收試驗之影響
於新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋的全蛋、蛋黃與蛋白中添加鉛標準品0.03 ppm及銅標準品0.5 ppm，以建立之微波消化方法分析，計算其平均回收率

(圖四)。結果顯示，新鮮雞蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為93.2 ± 2.2、92.5 ± 3.2及89.6 ± 1.2%，銅回收率為87.9 ± 0.7、91.1 ± 1.4及92.8 ± 2.0%；滷蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為97.1 ± 1.1、115.5 ± 8.8及101.2 ± 1.0%，銅回收率為99.6 ± 14.3、87.7 ± 4.2及100.8 ± 2.9%；皮蛋的全蛋，銅回收



圖四、不同蛋類經微波及石墨加熱板消化處理之鉛及銅添加回收率



圖五、市售檢體以微波及石墨加熱板消化處理之鉛及銅含量分布

率為 125.4 ± 2.9 、 119.9 ± 6.5 及 $111.1 \pm 1.1\%$ ；鹹蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 93.2 ± 9.1 、 104.0 ± 2.0 及 $100.8 \pm 1.5\%$ ，銅回收率為 103.8 ± 5.0 、 84.4 ± 13.2 及 $97.1 \pm 1.5\%$ ；鐵蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 99.8 ± 0.3 、 99.6 ± 4.3 及 $100.4 \pm 1.8\%$ ，銅回收率為 110.9 ± 1.4 、 90.2 ± 2.6 及 $96.5 \pm 2.6\%$ 。除了皮蛋全蛋的銅回收率高於食品化學確效規範的回收率範圍(80-120%)，可能原因為皮蛋的全蛋檢體中蛋黃部分為黏稠狀半固體，在進行全蛋均質時，會與蛋白部分混合沾黏，其量多寡並不一致，且蛋白與蛋黃中所含銅含量有所差異，故造成此回收率無法落於食品化學確效範

圍內，而其餘檢體皆符合確校規範。

(三) 石墨加熱板消化法

1. 同日及異日方法確效

分別製作含有0.05 ppm鉛之檢體及銅含量 2.40 ± 0.11 mg/kg標準參考物質，以石墨加熱板消化最佳條件，進行同日(intraday)及異日(interday)試驗。結果顯示，鉛的同日及異日平均回收率分別為103.2及109.8%，變異係數分別為4.8及7.2%；銅的同日及異日平均回收率分別介於102.5及97.9%，變異係數分別介於3.9和4.3%之間，顯示以石墨加熱板消化方法測定此2種元素之再現性良好(表四)。

2. 不同蛋類基質之添加回收率試驗

於新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋的全蛋、蛋黃及蛋白中添加鉛標準品0.03 ppm及銅標準品0.5 ppm，以建立之石墨加熱板消化方法分析，計算其平均回收率(圖四)。結果顯示，新鮮雞蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 115.8 ± 10.5 、 95.2 ± 1.4 及 $94.7 \pm 1.2\%$ ，銅回收率為 99.6 ± 18.5 、 84.5 ± 17.0 及 $107.3 \pm 4.9\%$ ；滷蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 90.0 ± 6.4 、 92.6 ± 0.5 及 $90.3 \pm 3.0\%$ ，銅回收率為 98.7 ± 13.7 、 92.6 ± 26.2 及 $90.3 \pm 5.4\%$ ；皮蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 115.2 ± 3.6 、 116.9 ± 10.9 及 $99.4 \pm 0.8\%$ ，銅回收率為 111.1 ± 5.0 、 89.4 ± 0.1 及 $103.6 \pm 5.0\%$ ；鹹蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 80.5 ± 1.3 、 109.6 ± 3.4 及 $93.9 \pm 2.9\%$ ，銅回收率為 119.1 ± 4.2 、 96.2 ± 0.3 及 $107.2 \pm 5.5\%$ ；鐵蛋的全蛋、蛋黃及蛋白的鉛回收率為 103.2 ± 5.0 、 99.0 ± 3.6 及 $100.0 \pm 1.1\%$ ，銅回收率為 104.7 ± 3.6 、 98.5 ± 4.6 及 $96.1 \pm 1.1\%$ 。上述各類蛋品的添加回收皆落於食品化學確效規範的回收率範圍(80-120%)(圖四)。

本次實驗方法相較於基隆市衛生局以石墨加熱板消化之前處，增加了微波消化法的探討，其優點為速度快、揮發性元素不易漏失、受污染機會小等，且大部分檢驗業者都擁有此前處理所需之儀器，應用性較石墨加熱板消化法廣。

四、檢驗結果之比較

以建立之分析方法檢測市售蛋類食品包括新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋，共計5種23件，分別以微波消化及石墨加熱板消化後，以ICP-MS分析。結果顯示，新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋的全蛋之鉛含量為未檢出 - 0.03 ppm；銅含量分布為0.28 - 0.63、0.68

- 1.22、0.89 - 3.66、1.05 - 1.15及0.82 - 1.02 ppm，均符合法規值(鉛含量0.3 ppm以下；銅含量5 ppm以下)(圖五)。石墨加熱板消化具有相似的結果，鉛含量為未檢出 - 0.04 ppm，新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋以及鐵蛋的全蛋銅含量為0.51 - 0.97、0.57 - 0.72、0.91 - 3.37、1.18 - 1.87及0.81 - 0.98 ppm。以上結果得知，兩種消化方式所測定的結果相近，且發現新鮮蛋類與加工蛋類相比，新鮮蛋類的銅含量最低，皮蛋中銅含量最高。蛋黃鉛含量(ICP-MS數據為主)在新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋以及鐵蛋中均為未檢出；銅含量為1.11 - 1.58、1.00 - 1.44、1.28 - 3.75、1.29 - 1.97和1.29 - 2.48 ppm。蛋白之鉛含量在新鮮雞蛋、滷蛋、皮蛋、鹹蛋以及鐵蛋中均為未檢出；銅含量在新鮮蛋類蛋白為未檢出，在滷蛋、皮蛋、鹹蛋及鐵蛋中分別為0.10 - 0.17、0.31 - 1.44、0.57 - 3.71、0.74 - 1.97及0.36 - 2.48 ppm。

參考文獻

1. 楊博名。2000。皮蛋製程中相關之危害分析與管制策略探討。國立台灣海洋大學食品科學系碩士論文，基隆市。
2. 田金平，林阿洋，廖俊亨。2000。市售雞蛋、鴨蛋及皮蛋重金屬(鉛、銅)含量調查。藥物食品檢驗調查研究年報，18: 180-186。
3. Nisianakis, P., Giannenas, I., Gavriil, A., Kontopidis, G. and Kyriazakis, I. 2009. Variation in trace element contents among chicken, turkey, duck, goose, and pigeon eggs analyzed by inductively coupled plasma massspectrometry (ICP-MS). Biol. Trace Elem. Res. 128: 62-71.
4. Giannenas, I., Nisianakis P., Gavriil A., Kontopidis, G. and Kyriazakis, I. 2009. Trace mineral content of conventional, organic

- and courtyard eggs analysed by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Food Chem. 114: 706-711.
5. Fu, Q. L., Liu, Y., Li, L. and Achal, V. 2014. A survey on the heavy metal contents in Chinese traditional egg products and their potential health risk assessment. Food Addit. Contam. B 7(2): 99-105.
 6. 衛生福利部。2014。「重金屬檢驗方法總則」。103.08.25部授食字第1031901169號公告修訂。
 7. 胡俊民，陳瑞霞，傅淑英。2015。市售蛋類中重金屬檢驗方法及含量調查。104年度食品衛生檢驗科技研討會壁報論文，基隆市衛生局。

The Development of the Method for lead and Copper in Eggs

CHENG-MING CHU, I-CHEN LAI, MENG-CHIN, TSAI, YUNG-WEI LIN,
CHIA-DING LIAO, YA-MIN KAO, DER-YUAN WANG
AND HWEI-FANG CHENG

Division of Research and Analysis, TFDA

ABSTRACT

Eggs and egg products are highly nutritious and inexpensive foods as an essential part of daily diet in Taiwan. Century egg also known as preserved egg in Chinese preserved food product made by preserving duck, chicken or quail eggs in a mixture of clay, ash, salt, quicklime, and rice hulls for several months. Lead (Pb) or copper (Cu) may be added in order to fasten this process and the amounts may exceed the limits of regulation. Lead is a toxic element, and dangerous to most human organs when exposure exceeds tolerable levels. Copper is a dietary element needed in a very minor quantities for human proper growth. The deficiency of copper may cause anemia, osteoporosis, and depigmentation, while overtake of copper may cause liver cirrhosis. This study investigated the contents of lead and copper in eggs and egg products purchased from Taiwan markets. Samples were prepared by microwave and graphite heating block digestions, followed quantifications were conducted by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The sample each (whole egg, egg yolk, and egg albumin) 0.5 g was accurately weighted into a digestion vessel and 5 mL of concentrated nitric acid (70%) was added. Then, the samples were heated by microwave or graphite heating block digestion for 40 and 120 min. Sample solution was analyzed by ICP-MS for lead and copper detected at m/z 208 and 65, respectively. The results showed that the determination coefficients of calibration curves all were above 0.999. The limits of quantitation (LOQs) for lead and copper were 0.03 and 0.25 ppm, respectively. The standard reference material of whole egg powder (SRM 1845a) was used for method validation, and the average recovery of copper was 103%. For spiking tests, lead and copper at the level of 0.03 ppm and 0.5 ppm, respectively, were added into fresh eggs, marinated eggs, century eggs, salted eggs, and iron-hard preserved eggs. The results of samples prepared by microwave digestion showed the average recoveries of lead and copper were 93.2 - 100.3% and 87.95 - 125.4%, respectively. Samples prepared by graphite heating block digestion showed the average recoveries of lead and copper were 80.5 - 115.8 and 87.9 - 125.4%, respectively. Twenty-three egg samples purchased from markets were analyzed by this method, and the result showed the contents of lead and copper were N.D.-0.03 ppm and 0.28 - 3.66 ppm, respectively, both below the regulation limits in Taiwan (lead 0.3 ppm; copper 5 ppm). The order of the copper contents in the 5 different eggs showed the lowest was fresh eggs, then marinated eggs, iron preserved eggs, salted eggs, and preserved eggs, which was the highest measured. The copper content of egg yolks was found to be higher than those in whole eggs and egg albumins in the five types of eggs studied.

Key words: lead, copper, microwave digestion, heating block digestion, ICP-MS