

## 102年度米中重金屬檢驗之能力試驗

江爾雲<sup>1</sup> 李婉嬪<sup>1</sup> 阮子軒<sup>2</sup> 陳惠章<sup>2</sup> 蘇秀琴<sup>2</sup> 徐錦豐<sup>2</sup> 李明鑫<sup>1</sup> 陳惠芳<sup>1</sup>

<sup>1</sup>食品藥物管理署風險管理組 <sup>2</sup>食品藥物管理署南區管理中心

### 摘要

102年度舉辦實驗室對於米中重金屬檢驗能力試驗，測試樣品係以米為基質，參與測試之實驗室有21家，包括5縣市衛生局、1家政府機關及15家民間實驗室，各項重金屬判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。評列為「滿意」有11家，佔52.4%，「應注意」有3家，佔14.3%，「不滿意」有7家實驗室，佔33.3%。本次參加之實驗室為食品藥物管理署認證項目者共計5家，除僅1家實驗室評列為「應注意」已請實驗室自行矯正外，其餘皆呈滿意結果。透過本次能力試驗，不僅了解絕大多數實驗室對米中之重金屬檢驗能力表現大致良好，也提供實驗室間檢驗技術能力比較之機會，可作為實驗室持續改進其品質管理系統之參考。

**關鍵詞：**能力試驗、米、重金屬

### 前言

環境中源自於工業和農業而產生之有毒元素(如鉛、鎘及汞等)，其透過各種途徑進入體內<sup>(1)</sup>，另不同作物中其吸收土壤中重金屬含量亦不同，其中以米類吸收含量最高<sup>(2)</sup>，蔬果類次之，尤其米為全球一半以上人口之主要糧食<sup>(3)</sup>，若長期食用遭受有毒金屬元素污染之米類，可能導致人體器官出現障礙或慢性症狀。

鉛、汞及鎘於美國毒性物質及疾病登記署(The Agency for Toxic Substances and Disease Registry, ATSDR)之2013年有害物質排行榜中分別名列第2、3及7名<sup>(4)</sup>，為避免因食用米類而攝入有毒金屬元素，聯合國農糧組織/世界衛生組織食品法典委員會(Joint FAO/WHO Codex Alimentarius Commission, Codex)已陸續訂出各類食品中鉛、鎘限量標準<sup>(5-6)</sup>，衛生福利部為加強食米衛生安全之管理，亦有訂定「米重金屬限量標準」之規定，食米中重金屬鉛、鎘及汞應分別符合0.2 ppm、0.4 ppm

及0.05 ppm等限量標準<sup>(7)</sup>。

為了解政府機關及民間實驗室等有關重金屬檢驗能力，食品藥物管理署(以下簡稱TFDA)自99年起即辦理如包裝飲用水及菇類之重金屬等能力試驗<sup>(8-10)</sup>，102年度TFDA舉辦以米為基質之重金屬能力試驗，藉以評估實驗室對於該項之檢驗能力。對於部分評列為「不滿意」之實驗室，請實驗室自行矯正，以提升實驗室之檢驗能力。

### 材料與方法

#### 一、測試日期及參與之實驗室

本能力試驗係於102年4月30日將檢體分別送至參加實驗室，計有21家實驗室，測試時間為期2週，參與實驗室北區6家、中區3家及南區12家。

#### 二、試驗特性及設計

(一)本試驗以米作為基質，每瓶測試樣品內含

3種重金屬(鉛、鎘及汞)，每種重金屬含3種不同濃度，將其分為2組，每間實驗室會隨機分配到2組(1瓶/組)測試樣品及1瓶空白樣品，樣品編號以隨機編碼分配，並隨測試樣品附上說明書<sup>(11-12)</sup>。

(二)參與本能力試驗計畫實驗室之安排，以實驗室位處地點為區隔方式，以北、中、南區域交錯方式隨機分配次序，各實驗室均以代碼表示，對外一律保密，且實驗室會個別接到能力試驗總體表現報告。

### 三、樣品配製及運送

#### (一)標準溶液之配製

精確量取鉛標準品(1000 µg/mL)、鎘標準品(1000 µg/mL)及汞標準品(1000 µg/mL)，以1%硝酸溶液稀釋成下列各組之標準溶液濃度：

1. 第I組:鉛5.0 ppm、鎘9.0 ppm、汞1.1 ppm
2. 第II組:鉛9.0 ppm、鎘17.0 ppm、汞1.7 ppm
3. 第III組:鉛18.0 ppm、鎘32.0 ppm、汞3.4 ppm

#### (二)樣品之配製

購買市售米商品以粉碎機粉碎後，以篩網過篩後混合均勻。

測試樣品之配製其分別取第I組、第II組及第III組標準溶液各5 mL，以噴霧方式均勻噴灑於粉碎均勻之米基質100 g中，使標準溶液充分吸收於米基質中，混合均勻，使其鉛之添加濃度分別為0.25、0.45及0.90 ppm；鎘添加濃度分別為0.45、0.85及1.60 ppm；汞添加濃度分別為0.055、0.085及0.17 ppm，再放入抽風櫃中至少陰乾3天，以篩網過篩後，置於塑膠樣品瓶中混合均勻(至少2天)，作為測試樣品I、II及III。

#### (三)樣品均一性及穩定性評估

樣品於舉辦本試驗前一日配製完畢，由配製日起貯存1日、1週及2週，評估其均一

性與穩定性。

#### (四)運送

由宅急便運輸方式統一配送至各實驗室，實驗室收到樣品後儘速進行檢驗。另本次能力試驗基質為米，請各實驗室以隨檢體寄送之空白檢體進行添加分析，並計算其回收率；另進行二重複分析並計算其相對差異百分比，每瓶測試樣品足供1次測試。

### 四、測試方法

樣品之測試方法參考行政院衛生署97年9月24日署授食字第0971800362號公告「食品中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗(三)」<sup>(13)</sup>、「食品中重金屬檢驗方法－鎘之檢驗(三)」<sup>(14)</sup>、93年1月8日署授食字第0939300138號公告「食品中重金屬檢驗方法－汞之檢驗(二)」<sup>(15)</sup>及100年10月31日署授食字第1001903783號公告重金屬檢驗方法總則<sup>(16)</sup>。

### 五、統計方法與結果

本次辦理米中重金屬檢驗分析能力試驗，除以Robust-Z進行判定外，其結果為應注意或不滿意者再參考TFDA「食品化學檢驗方法之確效規範」<sup>(17)</sup>，以回收率進行判定。依該規範重金屬添加值>0.01-0.1 ppm或0.1-1 ppm時，測試結果介於添加值之70-120%範圍內者判定為「滿意」；介於60-70%或120-130%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。重金屬添加值>1-10 ppm，測試結果介於添加值之75-120%範圍內者判定為「滿意」；介於65-75%或120-130%範圍內，判定為「應注意」；超出此範圍之測試結果，判定為「不滿意」。各項重金屬判定標準係以Robust-Z或回收率擇優者為評定結果。

(一)以Robust-Z值進行統計，評估實驗室間之表現。其判定基準為： $|Z| \leq 2$ 為滿意， $2 < |Z| < 3$ 為應注意， $|Z| \geq 3$ 為不滿意。計算公式為Robust-Z值=(測試值-中

位數) / 常態化四分位全距。

註：名詞解釋及計算公式

1. 中位數(Median)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/2處之值。
2. 低四分位數(Q1)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於1/4處之值。
3. 高四分位數(Q3)：參加實驗室之測試結果排序後，取其位於3/4處之值。
4. 四分位全距(IQR)：Q3-Q1。
5. 常態化四分位全距(nIQR)：IQR × 0.7413。
6. 變異係數(CV, %)：(標準差/平均值) × 100。

(二)以回收率進行統計

回收率 = 測試結果測定值 / 添加值 × 100%。

1. 鉛之測試樣品I、II及III其添加值分別為0.25 ppm、0.45 ppm及0.90 ppm。
2. 鎘之測試樣品I、II及III其添加值分別為0.45 ppm、0.85 ppm及1.60 ppm。
3. 汞之測試樣品I、II及III其添加值分別為0.055 ppm、0.085 ppm及0.17 ppm。

(三)Youden圖

製作方式為同一實驗室之2組測試樣品結果，以其中一個樣品之測試結果為縱軸，另一個樣品之測試結果為橫軸，得到一個點，再將所有實驗室之測試結果標示於圖上，以95%信賴區間做出橢圓圖形即為Youden圖，位於橢圓圖形外之實驗室，其可能存在系統或隨機誤差。

## 結果與討論

### 一、樣品均一性及穩定性

樣品配製完畢，進行均一性與穩定性評估，如表一。由配製日至貯存1天及貯存2週後，3重複之測試結果其變異係數分別皆小於12.4及7.6%，顯示添加之重金屬(鉛、鎘及汞)在米中基質中均一性及穩定性良好。

## 二、各實驗室測試結果

(一)鉛

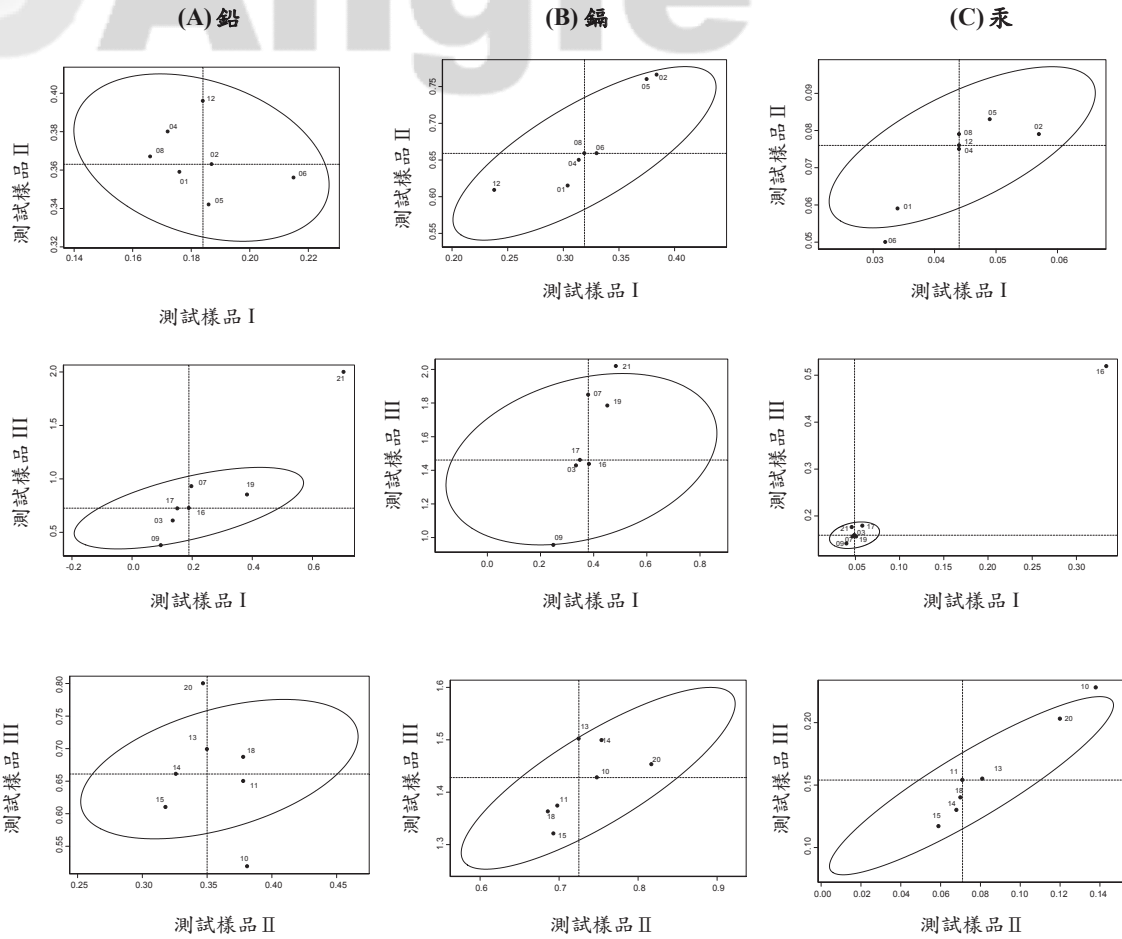
1. 測試樣品I：測試結果介於0.096-0.704 ppm，Robust-Z值介於-4.24-24.71，其中實驗室代碼03、09、19及21再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔71.4%。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.318-0.396 ppm，Robust-Z值介於-1.95-1.59，全數實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔100.0%。
3. 測試樣品III：測試結果介於0.378-1.999 ppm，Robust-Z值介於-2.63-10.88，其中實驗室代碼09及21再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔85.7%。

(二)鎘

1. 測試樣品I：測試結果介於0.238-0.484 ppm，Robust-Z值介於-2.08-2.84，其中實驗室代碼12、19及21再以回收率進行判定，除實驗室代碼12仍為應注意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔92.9%。
2. 測試樣品II：測試結果介於0.609-0.817 ppm，Robust-Z值介於-1.24-1.73，全數實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔100.0%。
3. 測試樣品III：測試結果介於0.955-2.019 ppm，Robust-Z值介於-5.98-6.69，其中實驗室代碼07、09、19及21再以回收率進行判定，除實驗室代碼09及21仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔85.7%。

(三)汞

1. 測試樣品I：測試結果介於0.032-0.334 ppm，Robust-Z值介於-3.00-57.40，其中實驗室代碼01、06、16及17再以回收



圖一、Youden圖

表一、能力試驗添加樣品均一性及穩定性測試結果

儲存時間	種類	I			II			III		
		鉛	鎘	汞	鉛	鎘	汞	鉛	鎘	汞
貯存1天 均一性	Mean (ppm)	0.250	0.475	0.056	0.444	0.815	0.093	0.866	1.644	0.188
	SD	0.003	0.011	0.002	0.039	0.008	0.012	0.045	0.097	0.014
	CV%	1.0	2.3	3.1	8.9	1.0	12.4	5.2	5.9	7.5
貯存1週 穩定性	Mean (ppm)	0.261	0.499	0.059	0.448	0.885	0.096	0.831	1.650	0.203
	SD	0.019	0.003	0.005	0.019	0.026	0.006	0.024	0.025	0.008
	CV%	7.5	0.5	8.5	4.1	2.9	6.3	2.9	1.5	3.7
貯存2週 穩定性	Mean (ppm)	0.273	0.549	0.064	0.491	0.976	0.102	0.934	1.855	0.205
	SD	0.009	0.017	0.006	0.018	0.013	0.010	0.006	0.033	0.010
	CV%	3.2	3.1	9.5	3.6	1.4	9.9	0.7	1.8	5.1
貯存1週至 2週穩定性	Mean (ppm)	0.266	0.518	0.061	0.469	0.904	0.097	0.885	1.726	0.204
	SD	0.015	0.027	0.005	0.026	0.061	0.007	0.051	0.100	0.010
	CV(%)	5.6	5.2	7.6	5.5	6.8	7.1	5.8	5.8	4.7

## 102年度米中重金屬檢驗之能力試驗

率進行判定，除實驗室代碼01、06及16仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔78.6%。

2. 測試樣品II：測試結果介於0.050-0.138 ppm，Robust-Z值介於-2.89-6.89，其中實驗室代碼06、10及20再以回收率進行判定後仍為應注意或不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔78.6%。
3. 測試樣品III：測試結果介於0.117-0.519

ppm，Robust-Z值介於-1.56-14.52，其中實驗室代碼10及16再以回收率進行判定後仍為不滿意外，其餘實驗室皆為滿意結果，滿意之實驗室佔85.7%。

本次測試樣品中各重金屬測試結果之摘要表及評定統計表如表二及表三。本次評列為「滿意」之實驗室：鉛佔81.0%、鎘佔85.7%及汞佔76.2%。

另Youden圖(圖一)示各實驗室不同濃度及種類之重金屬成對測試結果之分佈位置，評列為滿意之實驗室大部分會位於橢圓圖形內、不滿意之實驗室會位於橢圓圖形外。如發生滿意或應注意之實驗室位於橢圓圖形外之情形，表示其亦可能存在系統性或隨機性誤差，實驗室亦應自行矯正，如實驗室代碼06、10、16、20及21，顯示其可能存在系統或隨機誤差，應予以注意。

綜合以上，實驗室代碼02、04、05、07、08、11、13、14、15、17及18在重金屬之測試結果皆表現良好；實驗室代碼19及21在鉛之測試結果表現為不滿意；實驗室代碼06、10、16及20在汞之測試結果表現不滿意，實驗室應提升各別重金屬之檢測能力；實驗室代碼09在鉛

表二、測試樣品中各重金屬測試結果之摘要統計表

測試樣品	參加數	重金屬測試結果		
		最小值(ppm)	最大值(ppm)	
I		鉛	0.096	0.704
		鎘	0.238	0.484
		汞	0.032	0.334
II	21	鉛	0.318	0.396
		鎘	0.609	0.817
		汞	0.050	0.138
III		鉛	0.378	1.999
		鎘	0.955	2.019
		汞	0.117	0.519

表三、各實驗室之測試結果評定統計表

測試樣品	評定結果	添加值 (ppm)	滿意家數(%)	應注意家數(%)	不滿意家數(%)
I	鉛	0.25	10 (71.4)	1 (7.1)	3 (21.4)
	鎘	0.45	13 (92.9)	1 (7.1)	0
	汞	0.055	11 (78.6)	1 (7.1)	2 (14.3)
II	鉛	0.45	14 (100.0)	0	0
	鎘	0.85	14 (100.0)	0	0
	汞	0.085	11 (78.6)	1 (7.1)	2 (14.3)
III	鉛	0.90	12 (85.7)	1 (7.1)	1 (7.1)
	鎘	1.60	12 (85.7)	1 (7.1)	1 (7.1)
	汞	0.17	12 (85.7)	1 (7.1)	1 (7.1)
各項重金屬結果	鉛		17 (81.0)	1 (4.8)	3 (14.3)
	鎘		18 (85.7)	2 (9.5)	1 (4.8)
	汞		16 (76.2)	1 (4.8)	4 (19.0)
總結果			11 (52.4)	3 (14.3)	7 (33.3)

及鎘之測試結果皆表現不滿意，顯示其重金屬檢測能力應待加強。

## 結 論

102年度TFDA首次舉辦米中之重金屬檢驗能力試驗，以米為基質，添加鉛、鎘及汞等重金屬作為測試樣品。本次能力試驗參加實驗室21家之測試結果，評列為滿意者佔5成以上，為TFDA認證項目者計5家實驗室，有4家呈現滿意之結果，滿意率達8成，顯示透過認證機制之把關，其檢驗能力均達一定之品質及公信力。

米可能因生長環境受污染，而造成吸收或累積過量之重金屬，因其具累積性，大量且長期攝入具危害人體之隱憂，為保障食米安全衛生，除衛政、環保及農政單位持續監測管理外<sup>(18)</sup>，實驗室檢測能力亦更顯重要，未來將持續辦理，以提升實驗室間檢驗技術能力，另亦期透過能力試驗提供實驗室間在檢驗技術能力相互比較之機會，作為改進其品質管理系統之參考，並兼具輔助監督管理實驗室之雙重功能。

## 參考文獻

1. 王有忠。1989。食品安全。116-130頁，華香園，台北。
2. Codex Alimentarius Commission: Discussion paper on cadmium. [[http://ftp.fao.org/codex/ccfac31/fa99\\_21e.pdf](http://ftp.fao.org/codex/ccfac31/fa99_21e.pdf)].
3. Qian, Y., Chen, C., Zhang, Q. and et. al. 2010. Concentrations of cadmium, lead, mercury and arsenic in Chinese market milled rice and associated population health risk. Food Control 21: 1757-1763.
4. U.S. ATSDR. 2011. CERCLA priority list of hazardous substances. [<http://www.atsdr.cdc.gov/SPL/index.html>].
5. US EPA. 1997. Mercury study report to congress volume 1 : Executive Summary. EPA 452/R-97-003. [<http://epa.gov/ttnatw01/112nmerc/volume.pdf>].
6. FAO/WHO Food Standards Programme. 2003. Maximum levels for lead. Codex Stan 230-2001, Rev.1-2003. Codex Alimentarius commission, Rome.
7. 衛生福利部。2011。食米重金屬限量標準。102.8.20部授食字第1021350146號令。
8. 江爾藝、白美娟、李婉嬪、李明鑫、陳惠芳。2011。九十九年包裝飲用水重金屬檢驗之能力試驗。食品藥物研究年報，2: 8-21。
9. 江爾藝、黃景義、邱志昇、白美娟、李婉嬪等。2011。99年度包裝飲用水重金屬檢驗之能力試驗。100年度食品衛生檢驗科技研討會學術壁報論文。
10. 江爾藝、李婉嬪、李明鑫、陳惠芳。2013。101年度食用菇類中重金屬檢驗之能力試驗。食品藥物研究年報，4: 379-387。
11. ISO. 2010. Conformity assessment—General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 17043. [[http://www.iso.org/iso/catalogue\\_detail.htm?csnumber=29366](http://www.iso.org/iso/catalogue_detail.htm?csnumber=29366)].
12. NATA. 2012. Guide to Proficiency Testing. Australia. [<http://www.pta.asn.au/documents/PTPM-01-1-04-Guide-to-Proficiency-Testing-Australia.pdf>].
13. 行政院衛生署。2008。食品中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗(三)。97.09.24署授食字第0971800362號公告。
14. 行政院衛生署。2008。食品中重金屬檢驗方法－鎘之檢驗(三)。97.09.24署授食字第0971800362號公告。
15. 行政院衛生署。2004。食品中重金屬檢驗方法－汞之檢驗(二)。93.01.08署授食字第0939300138號公告。
16. 行政院衛生署。2011。重金屬檢驗方法總則。100.10.31署授食字第1001903783號公告。
17. 衛生福利部。2012。食品化學檢驗方法之確效規範。 [<http://www.fda.gov.tw/TC/site-Content.aspx?sid=1861>]。

18. 許哲綸、高雅敏、周秀冠、鄭守訓、徐錦豐等。2009。食米中重金屬(鎘、汞、鉛)

含量之調查。藥物食品檢驗局調查研究年報，27: 205-215。

## Results of Proficiency Testing in 2013: Heavy Metals in Rice

ERH-YUN CHIANG<sup>1</sup>, WAN-CHEN LEE<sup>1</sup>, JUAN, TZU-HSUAN<sup>2</sup>,  
CHEN, HWI-CHANG<sup>2</sup>, SU, HSIU-CHIN<sup>2</sup>, HSU CHIN-FENG<sup>2</sup>,  
MING-SHIN LEE<sup>1</sup> AND HWEI-FANG CHENG<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Division of Risk Management, FDA <sup>2</sup>Central Center for Regional Administration, FDA

### ABSTRACT

A proficiency test was held in 2013 in order to understand the analytical competence of laboratories in testing for heavy metals in rice. A total of 21 laboratories participated in the test. The analytical results were analyzed using Robust-Z and Recovery. The better of the two results was used. Among the laboratories evaluated, 11, 3 and 7 laboratories were graded as satisfactory, acceptable and unsatisfactory, respectively. One accredited laboratory receiving the acceptable assessment was asked to improve their performance on their own, the other 4 accredited laboratories were graded as satisfactory. The proficiency test revealed that most laboratories competent in testing for heavy metals in rice. It also provided the opportunity for laboratories to assess their performance in relation to other laboratories and make necessary improvements to their quality system.

Key words: proficiency testing, rice, heavy metals