

食用菇類中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗修正總說明

為加強食品重金屬之管理，並依據食品衛生管理法第二十五條規定：

「食品衛生檢驗之方法，由中央主管機關公告指定之。」爰修正「食用菇類中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗」，其修正要點如下：

- 一、修正「裝置」及「試藥」。
- 二、修正標準溶液之配製濃度範圍。
- 三、修正「含量測定」。
- 四、修正檢出限量。
- 五、增修訂部分文字。

食用菇類中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗修正對照表

修正規定	現行規定	說明
1.適用範圍：本檢驗方法適用於食用菇類中鉛之檢驗。 2.檢驗方法：<u>檢體經乾式灰化後，以石墨爐式原子吸收光譜儀(graphite furnace atomic absorption spectrophotometer, GFAAS)分析之方法。</u> 2.1.裝置： 2.1.1.石墨爐式原子吸收光譜儀：具有波長 283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器者。 2.1.2.攪拌均質器(Blender)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。 2.1.3.加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。 2.1.4.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，穩定度在$\pm 0.3^{\circ}\text{C}$以內者。 2.1.5. <u>酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</u> 2.2.試藥： 鹽酸、硝酸及基質修飾劑(matrix modifier)，含磷酸二氫銨 10000 $\mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 500 $\mu\text{g/mL}$ 之混合溶液)均採用重金屬超微量級；<u>去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；鉛標準品(1000 $\mu\text{g/mL}$)採用 AA 或 ICP 分析級。</u> 2.3.器具及材料： 2.3.1.坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。	1.適用範圍：本檢驗方法適用於食用菇類中鉛之檢驗。 2.檢驗方法：石墨爐式原子吸收光譜法(graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS) 2.1.裝置： 2.1.1.石墨爐式原子吸收光譜儀(Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer)：具有波長 283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器者。 2.1.2.攪拌均質器(Blender)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。 2.1.3.加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。 2.1.4.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，穩定度在$\pm 0.3^{\circ}\text{C}$以內者。 2.1.5. <u>去離子水製造器(Deionized water generator)：所製造去離子水之電阻係數可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上。</u> 2.2.試藥： 鹽酸、硝酸及基質修飾劑(matrix modifier，含磷酸二氫銨 10000 $\mu\text{g/mL}$ 及硝酸鎂 500 $\mu\text{g/mL}$ 之混合溶液)均採用重金屬超微量級；鉛標準品(1000 $\mu\text{g/mL}$)採用 AA 或 ICP 分析級。 2.3.器具及材料：	一、修正「裝置」及「試藥」。 二、修正標準溶液之配製濃度範圍。 三、修正「含量測定」。 四、修正檢出限量。 五、增修訂部分文字。

2.3.2.稱量瓶：50 mL，附蓋。 2.3.3.恆溫箱：附有自動溫度調節器，溫差$\pm 2^{\circ}\text{C}$。 2.3.4.乾燥器。 2.3.5.容量瓶^(註)：25 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。 2.3.6. 石墨管。 註：器具經洗淨後，使用<u>酸蒸氣清洗裝置</u>，以<u>硝酸(試藥特級)蒸氣酸洗</u> 2 小時後，取出將附著之<u>硝酸以去離子水沖洗乾淨</u>，乾燥備用；或浸於<u>硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液</u>，放置過夜，取出將附著之<u>硝酸以去離子水沖洗乾淨</u>，乾燥備用。 2.4.試劑之調製： 2.4.1. 6M 鹽酸溶液： 取鹽酸 500 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。 2.4.2. 0.1M 硝酸溶液： 取硝酸 7 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。 2.4.3. 0.05M 硝酸溶液： 取 0.1M 硝酸溶液 500 mL，加去離子水使成 1000 mL。 2.5. 標準溶液之配製： 精確量取鉛標準品 10 mL，以 0.05M 硝酸溶液定容至 100 mL，作為標準原液。<u>臨用時精確量取適量標準原液</u>，以 0.05M 硝酸溶液稀釋至 2～10 ng/mL，供作標準溶液。 2.6. 檢液之調製： 檢體去除不可食用部份，以去離子水洗淨後瀝乾水分，取均質後之檢體	2.3.1.坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 2.3.2.稱量瓶：50 mL，附蓋。 2.3.3.恆溫箱：附有自動溫度調節器，溫差$\pm 2^{\circ}\text{C}$。 2.3.4.乾燥器。 2.3.5.容量瓶^(註)：25 mL、100 mL，Pyrex 材質。 2.3.6.漏斗^(註)：Pyrex 材質。 2.3.7.石墨管。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液放置過夜，取出將附著之<u>硝酸溶液以水清洗</u>，再以<u>去離子水潤洗後</u>，乾燥備用。 2.4.試劑之調製： 2.4.1. 6M 鹽酸溶液： <u>量取鹽酸 500 mL</u>，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。 2.4.2. 0.1M 硝酸溶液： <u>量取硝酸溶液 7 mL</u>，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。 2.4.3. 0.05M 硝酸溶液： <u>量取 0.1M 硝酸溶液 500 mL</u>，加去離子水使成 1000 mL。 2.5. 標準溶液之配製： 精確量取鉛標準品 10 mL，以 0.05M 硝酸溶液定容至 100 mL，作為標準原液。<u>使用時再以 0.05M 硝酸溶液稀釋</u>，供作標準溶液。 2.6. 檢液之調製： 檢體去除不可食用部份，以去離子水洗淨後瀝乾水分，取均質後之檢體約 5 g，精確稱定，置於	
--	--	--

約 5 g，精確稱定，置於坩堝中。於加熱板上先以低溫乾燥，再以高溫碳化後，移入灰化爐中。先以 200℃ 加熱 2 小時，再升溫至 450℃，加熱 8 小時，冷卻後取出，若未完全灰化，則加入硝酸 1 mL 溼潤，加熱乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。冷卻至室溫後，取出坩堝，以 6M 鹽酸溶液 5 mL 溶解，再置於加熱板蒸乾後，加入 0.1M 硝酸溶液 15 mL，加蓋靜置 1~2 小時後，移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水 10 mL 洗滌坩堝蓋及坩堝內壁，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容後，供作檢液。另取一坩堝，置於加熱板上，先以低溫乾燥，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。 2.7. 水分之測定： 取 2.6 節均質後之檢體約 5 g，置於預經乾燥恆量之稱量瓶(m₀)中，精確稱定(m₁)，放入恆溫箱，於 105℃ 加熱 16 小時後，將稱量瓶蓋妥，移入乾燥器中放冷，約 30 分鐘後稱量，再將稱量瓶移入恆溫箱乾燥 1 小時，依上述稱量步驟，直至恆量(m₂)為止。 水分含量 W (%) = $\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$ m₀：含蓋稱量瓶之重量(g) m₁：含蓋稱量瓶及生鮮檢體之重量(g) m₂：含蓋稱量瓶及烘乾檢體之重量(g)	坩堝中。於加熱板上先以低溫乾燥，再以高溫碳化後，移入灰化爐中。先以 200℃ 加熱 2 小時，再升溫至 450℃，加熱 8 小時，冷卻後取出，若未完全灰化，則加入硝酸 1 mL 溼潤，加熱乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。冷卻至室溫後，取出坩堝，以 6M 鹽酸溶液 5 mL 溶解，再置於加熱板蒸乾後，加入 0.1M 硝酸溶液 15 mL，加蓋靜置 1-2 小時後，移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水 10 mL 洗滌坩堝蓋及坩堝內壁，洗液併入容量瓶中，加去離子水定容後，供作檢液。另取一坩堝，置於加熱板上，先以低溫乾燥，以下步驟同檢液之操作，供作為空白檢液。 2.7. 水分之測定： 取 2.6 節均質後之檢體約 5 g，置於預經乾燥恆量之稱量瓶(m₀)中，精確稱定(m₁)，放入恆溫箱，於 105℃ 加熱 16 小時後，將稱量瓶蓋妥，移入乾燥器中放冷，約 30 分鐘後稱量，再將稱量瓶移入恆溫箱乾燥 1 小時，依上述稱量步驟，直至恆量(m₂)為止。 水分含量 W (%) = $\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$ m₀：含蓋稱量瓶之重量(g) m₁：含蓋稱量瓶及生鮮檢體之重量(g) m₂：含蓋稱量瓶及烘乾檢體之重量(g) 2.8. 含量測定：	
--	--	--

2.8. 含量測定：

精確量取空白檢液 20 μL 及基質修飾劑 2 μL ，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長 283.3 nm 處依下列條件測定吸光值，檢液及標準溶液依序按上述空白檢液同樣操作。就檢液、空白檢液及標準溶液所得之吸光值，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times (1 - W/100) \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(ng/mL)

C_0 ：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

W：檢體之水分含量(%)
石墨爐式原子吸收光譜儀^(註)

測定條件：

條件 步驟	溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	升溫 時間 (sec)	持續 時間 (sec)	氣體 流量 (mL/min)	氣體 類別
乾燥	100	5	20	250	氬氣
	130	15	30	250	氬氣
灰化	500	10	20	250	氬氣
原子化	1500	0	5	0	—
清除	2450	1	3	250	氬氣

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. 本檢驗方法之定量極限為 0.1 ppm (以乾重計)。

精確量取空白檢液 20 μL 及基質修飾劑 2 μL ，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長 283.3nm 處參照下列條件測定吸光值，檢液及標準溶液依序按上述空白檢液同樣操作。就檢液吸光值扣除、空白檢液吸光值後與標準溶液所得之吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)。

$$\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M \times (1 - W/100)}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

W：檢體之水分含量(%)

石墨爐式原子吸收光譜儀^(註)

測定條件：

條件 步驟	溫度 ($^{\circ}\text{C}$)	升溫 時間 (sec)	持續 時間 (sec)	氣體 流量 (mL/min)	氣體 類別
乾燥	100	5	20	250	氬氣
	130	15	30	250	氬氣
灰化	500	10	20	250	氬氣
原子化	1500	0	5	0	—
清除	2450	1	3	250	氬氣

註：依表內測定條件分析不適時，可參照所使用儀器適合條件設定。

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為 0.005 ppm。

2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探

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。	討。 3. <u>改用感應耦合電漿原子發射光譜儀(inductively coupled plasma-optical emission spectrometer, ICP-OES)或感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma-mass spectrometer, ICP-MS)</u>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。	
--	---	--