

# 食品中重金屬之檢驗方法—鎘之檢驗

## Method of Test for Heavy Metals in Food— Test of Cadmium

代碼：NLFDRMCAD20

鍵語：食品、Food、重金屬、heavy metal、鎘、Cadmium、原子吸光、Atomic Absorption。

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於除油脂外其他食品中鎘之檢驗。

2. 檢驗方法：

2.1. 裝置：

2.1.1. 電熱板：附有自動溫度調節器，其溫差在 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2.1.2. 灰化爐：附有自動溫度調節器，其溫差在 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2.1.3. 原子吸光分光光儀 (Atomic Absorption Spectrophotometer)：具有波長 228.8nm，並附有鎘之中空陰極射線管者。

2.1.4. 蒸餾水製造器：全部為派勒克斯 (pyrex) 玻璃製者或製造之水不影響本檢驗方法者。

2.2. 試藥：硝酸、鹽酸、氫氟酸、檸檬酸、醋酸銨、檸檬酸銨、溴麝香草藍 (Bromothymolblue，簡稱 BTB)、乙醇、氫氧化銨 (氨水)、硫酸銨均採用試藥特級；二乙基—氨基二硫代甲酸鈉 (Sodium diethyldithiocarbamate，簡稱 DDC)，甲基異丁基酮 (Methyl isobutyl Ketone，簡稱 MIBK) 採用原子吸光分析級。

2.3. 水：本檢驗方法所用之水應先經離子交換處理，再以 2.1.4. 節蒸餾之水。

2.4. 器具及材料 (註 1)：

2.4.1. 坩鍋：瓷製者及白金製者，並附蓋。瓷製坩鍋須底部瑯瑯質完好，表面光滑者。

2.4.2. G3 玻璃過濾器 (G3 Glass filter)。

2.5. 標準溶液之調製：精確量取適量原子吸光分析用之鎘標準原液。

其濃度為  $1000 \mu\text{g/ml}$ ，以 3N 鹽酸溶液稀釋至  $20 \mu\text{g/ml}$  供作標準溶液，臨用時調製成  $1 \mu\text{g/ml}$ 。

2.6. 檸檬酸銨溶液之調製：稱取檸檬酸銨 250g 溶於水使成 1000ml。

2.7. 10% 二乙基-氨基二硫代甲酸鈉溶液之調製：稱取二乙基-氨基二硫代甲酸鈉 10g 先溶於 80ml 之水如有不溶物時，須先行過濾（濾紙以 1N 鹽酸溶液洗滌，以水完全洗淨）再加水使成 100ml，臨用時調製。

2.8. 甲基異丁基酮飽和溶液之調製：取甲基異丁基酮加少量水，激烈振盪使成飽和狀態靜置分層後取甲基異丁基酮層備用。

2.9. 0.1% 溴麝香草藍指示劑之調製：稱取溴麝香草藍 0.1g 溶於乙醇溶液 (1:1) 100ml，必要時過濾。

2.10. 檢液之調製：

2.10.1. 一般檢體：精確稱取相當於乾燥物 5 ~ 20g 之檢體於坩鍋中，加 2ml 1N 硫酸鈉溶液，以電熱板乾燥，碳化至無煙產生後（註 2），移入  $250^{\circ}\text{C}$  之灰化爐中，徐徐增溫至  $450 \sim 500^{\circ}\text{C}$ ，使灰化完全，若 24 小時後尚未灰化完全時，加入硝酸溶液 (1→2) 2 ~ 5ml 潤濕，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鍋以水潤濕灰分，加鹽酸 2 ~ 4ml 置於電熱板上蒸乾，再加 3N 鹽酸溶液 10ml，加熱溶解並移入 50ml 之容量瓶中，每次以 3N 鹽酸溶液 5ml 洗滌坩鍋蓋及坩鍋內壁二次，洗液併入容量瓶中，加水定容後供作檢液。若有不溶物時，應使用玻璃過濾器過濾，玻璃過濾器上之殘留物依次以鹽酸，加熱之鹽酸、50% 檸檬酸溶液 (1:1) 及加熱之 40% 醋酸銨溶液各 0.5 ~ 1.0ml 洗滌，洗液併入容量瓶中加水定容後供作檢液。若不溶物過多時，將其移入白金坩鍋，加氫氟酸 5ml，於電熱板上蒸乾分別加入水及鹽酸

數滴溶解，併入容量瓶中加水定容後供作檢液。

2.10.2. 煉乳：精確稱取檢體 25g 於坩鍋中加 2ml 1N 硫酸鈉溶液，以 120°C 烘乾後，移入灰化爐中溫度從 250°C 徐徐增至 350°C (每次增溫 50°C)，維持此溫度至無煙產生後，再徐徐增溫至 500°C (每次增溫 75°C)，繼續灰化 16 小時後取出，若灰化不完全時，以水潤濕，再滴加硝酸 0.5 ~ 3ml 後，置於電熱板上蒸乾，移入 250°C 之灰化爐中徐徐增溫至 500°C，灰化 1 ~ 2 小時，反覆操作至灰化完全。以下步驟依 2.10.1. 節。

2.10.3. 魚類：精確稱取檢體 25g 於坩鍋中，加 2ml 1N 硫酸鈉溶液，以 135 ~ 150°C 乾燥 2 小時，移入未加溫之灰化爐中，徐徐增溫至 500°C，灰化 16 小時，冷卻至室溫後，取出，徐徐加入硝酸 2ml，於電熱板上微溫加熱至乾涸，再移入未加溫灰化爐中，徐徐增溫至 500°C，灰化 1 小時，反覆操作至灰化完全，以下步驟依 2.10.1. 節。

2.11. 定量：精確量取適量 (含鎘量 2 $\mu$ g) 之 2.10. 節檢液於容量瓶中，加檸檬酸銨溶液 5ml 及 0.1% 溴麝香草藍指示劑 2 滴，以氫水中和至呈綠色後，先加入 40% 硫酸銨溶液 5ml，充分混合，次加 10% 二乙基-氨基二硫代甲酸鈉溶液 5ml 激烈振盪 1 分鐘，再加入甲基異丁基酮飽和溶液 5ml，激烈振盪 1 分鐘，靜置至分層，並加水使上層液升至瓶頸，以原子吸光分光光譜儀於波長 228.8nm 處測定上層液之吸光度，並依檢量線求出檢體中之含鎘量。其計算式如下：

$$\text{含鎘量(ppm)} = \frac{A \times 50}{V \times W}$$

A：由檢液 V 之吸光度依檢量線求得之鎘量 ( $\mu$ g)。

V：含量測定時所量取之檢液體積 (ml)。

W：檢體重量 (g)。

2.12. 檢量線之繪製：精確分別量取濃度為 1.0 $\mu$ g/ml 之標準溶液 0

， 2， 4， 6， 8ml 於坩鍋中，以下步驟依處理檢體之方法操作，惟於溶媒萃取時應取全量，就所得吸光度與其含量 ( $\mu\text{g}$ )，繪製檢量線。

註：1.分析用之玻璃器皿及坩鍋等均須以此劑刷洗，自來水洗淨後，浸於硝酸溶液 (1→2) 中放置過夜，取出將附着之硝酸溶液以水沖洗乾燥後備用。玻璃器皿應使用 pyrex 製者。

2.脂肪含量高檢體則以 350℃ 加熱至不再產生煙為止。

參考文獻：

日本藥學會，1980，衛生試驗法，注解。