

食用菇類中重金屬檢驗方法－鉛之檢驗

Method of Test for Heavy Metals in Edible Mushrooms- Test of Lead

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：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。

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. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。

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；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。

2.3. 器具及材料：

- 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：25 mL及100 mL，Pyrex材質。
- 2.3.6. 石墨管。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸(試藥特級)蒸氣酸洗2小時後，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，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：

取硝酸溶液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。臨用時精確量取適量標準原液，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分，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分次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(m_0)中，精確稱定(m_1)，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(m_2)為止。

$$\text{水分含量 } W (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

m_0 ：含蓋稱量瓶空重(g)

m_1 ：含蓋稱量瓶及生鮮檢體重(g)

m_2 ：含蓋稱量瓶及烘乾檢體重(g)

2.8. 含量測定：

精確量取空白檢液20 μ L及基質修飾劑2 μ L，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(μ g/mL)

C_0 ：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(μ 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測定條件^(註)：

條件 步驟	溫度 (°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)。
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。