

食用菇類中重金屬檢驗方法－鎘之檢驗修正總說明

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－鎘之檢驗」，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、修正檢液之調製其定容體積。
- 四、修正「含量測定」。
- 五、修正檢出限量。
- 六、增修訂部分文字。

食用菇類中重金屬檢驗方法－鎘之檢驗修正對照表

| 修正規定 | 現行規定 | 說明 |
|---|--|--|
| <p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食用菇類中鎘之檢驗。</p> <p>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></p> <p>2.1.裝置：</p> <p>2.1.1.石墨爐式原子吸收光譜儀：具有波長 228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器者。</p> <p>2.1.2.攪拌均質器(Blender)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。</p> <p>2.1.3.加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。</p> <p>2.1.4.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，穩定度在±0.3°C以內者。</p> <p>2.1.5. <u>酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。</u></p> <p>2.2.試藥： <u>鹽酸、硝酸及基質修飾劑(matrix modifier，含磷酸二氫銨 10000 µg/mL 及硝酸鎂 500 µg/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 MΩ·cm 以上)；鎘標準品(1000 µg/mL)採用 AA 或 ICP 分析級。</u></p> <p>2.3.器具及材料：</p> <p>2.3.1.坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。</p> | <p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食用菇類中鎘之檢驗。</p> <p>2.檢驗方法：石墨爐式原子吸收光譜法(graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)</p> <p>2.1.裝置：</p> <p>2.1.1.石墨爐式原子吸收光譜儀(<u>Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer</u>)：具有波長 228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器者。</p> <p>2.1.2.攪拌均質器(Blender)：不鏽鋼，附有可拆卸清洗之刀具。</p> <p>2.1.3.加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。</p> <p>2.1.4.灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，穩定度在±0.3°C以內者。</p> <p>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 MΩ·cm 以上。</u></p> <p>2.2.試藥： 硝酸及基質修飾劑(matrix modifier，含磷酸二氫銨 10000 µg/mL 及硝酸鎂 500 µg/mL 之混合溶液)均採用重金屬超微量級；鎘標準品(1000 µg/mL)採用 AA 或 ICP 分析級。</p> <p>2.3.器具及材料：</p> <p>2.3.1.坩堝^(註)：50 mL，瓷</p> | <p>一、修正「裝置」及「試藥」。</p> <p>二、修正標準溶液之配製濃度範圍。</p> <p>三、修正檢液之調製其定容體積。</p> <p>四、修正「含量測定」。</p> <p>五、修正檢出限量。</p> <p>六、增修訂部分文字。</p> |

| | | |
|---|--|--|
| <p>2.3.2.稱量瓶：50 mL，附蓋。</p> <p>2.3.3.恆溫箱：附有自動溫度調節器，溫差$\pm 2^{\circ}\text{C}$。</p> <p>2.3.4.乾燥器。</p> <p>2.3.5.容量瓶^(註)：25 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。</p> <p>2.3.6. 石墨管。</p> <p>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 2 小時後</u>，取出將附著之<u>硝酸以去離子水沖洗乾淨</u>，<u>乾燥備用</u>；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。</p> <p>2.4.試劑之調製：</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>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。</p> <p>2.5. 標準溶液之配製： 精確量取鎘標準品 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 <u>0.5 ~ 2 ng/mL</u>，供作標準溶液。</p> <p>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</p> | <p>製或白金製，附蓋。</p> <p>2.3.2.稱量瓶：50 mL，附蓋。</p> <p>2.3.3.恆溫箱：附有自動溫度調節器，溫差$\pm 2^{\circ}\text{C}$。</p> <p>2.3.4.乾燥器。</p> <p>2.3.5.容量瓶^(註)：25 mL、100 mL，Pyrex 材質。</p> <p>2.3.6.漏斗^(註)：Pyrex 材質。</p> <p>2.3.7.石墨管。</p> <p>註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。</p> <p>2.4.試劑之調製：</p> <p>2.4.1. 6M 鹽酸溶液： 量取鹽酸 500 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。</p> <p>2.4.2. 0.1M 硝酸溶液： 量取硝酸溶液 7 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。</p> <p>2.4.3. 0.05M 硝酸溶液： 量取 0.1M 硝酸溶液 500 mL，加去離子水使成 1000 mL。</p> <p>2.5. 標準溶液之配製： 精確量取鎘標準品 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。</p> <p>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，置於坩堝中。於加熱板上先以</p> | |
|---|--|--|

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°C 加熱 2 小時，再升溫至 450°C，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 100 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°C 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)

低溫乾燥，再以高溫碳化後，移入灰化爐中。先以 200°C 加熱 2 小時，再升溫至 450°C，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，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°C 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：

精確量取空白檢液 20 μL

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 228.8 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鎘之含量(ppm)：

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

$$M \times (1 - W/100) \times 1000$$

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度(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測定條件^(註)：

儀測定條件：

| 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 | 氫氣 |
| | 130 | 15 | 30 | 250 | 氫氣 |
| 灰化 | 500 | 10 | 20 | 250 | 氫氣 |
| 原子化 | 1500 | 0 | 5 | 0 | — |
| 清除 | 2450 | 1 | 3 | 250 | 氫氣 |

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)。

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 228.8 nm 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鎘之含量(ppm)。

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

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/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 | 氫氣 |
| | 130 | 15 | 30 | 250 | 氫氣 |
| 灰化 | 500 | 10 | 20 | 250 | 氫氣 |
| 原子化 | 1500 | 0 | 5 | 0 | — |
| 清除 | 2450 | 1 | 3 | 250 | 氫氣 |

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 0.001 ppm。

2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

3. 改用感應耦合電漿原

| | | |
|--|--|--|
| <p>2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p> <p>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。</p> | <p>子發射光譜儀(<u>inductively coupled plasma-optical emission spectrometer, ICP-OES</u>)或感應耦合電漿質譜儀(<u>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。</p> | |
|--|--|--|