

菇蕈類中重金屬檢驗方法

Method of Test for Heavy Metals in Mushrooms

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於菇蕈類中鉛及鎘之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.2. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.3. 攪拌均質器(Blender)。
 - 2.1.4. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.5. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節器，溫差在 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 以內者。
 - 2.2. 試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；鉛(lead)標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)、鎘(cadmium)標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)及銨(rhodium)內部標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)均採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ ，PTFE材質。
 - 2.3.5. 乾燥器。
 - 2.3.6. 坩堝：50 mL，附蓋，陶瓷製。

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，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，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，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 5%硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 50 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加入去離子水使成1000 mL。
 - 2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銨內部標準品0.5 mL，以5%硝酸溶液定容至50 mL，

移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量內部標準原液，以5%硝酸溶液稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取鉛及鎘標準品各0.5 mL，分別以5%硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量各標準原液混合，加入內部標準溶液，以5%硝酸溶液配製為0~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.7. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，就鉛或鎘與銦訊號強度比值，與對應之鉛或鎘濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氫氣流速：15 L/min。

輔助氫氣流速：0.9 L/min。

霧化氫氣流速：1.0 L/min。

偵測離子(m/z)：鉛：208、206、207；

鎘：114、112、111；

銦：103。

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。

2.8. 檢液之調製：

將檢體均質後，取生鮮檢體約2 g，乾燥檢體約0.5 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容至50 mL，移入儲存瓶中，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液0.5 mL及硝酸(超純級) 6 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件^(註)：

條件 步驟	輸出功率 (W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1	1000	5	0	100
2	1000	15	5	220

3	1800	10	10	240
---	------	----	----	-----

註：上述消化條件不適時，可依所使用之裝置設定適合之消化條件。

2.9. 水分之測定：

取均質後檢體約5 g，置於預經乾燥恆重之坩堝(m_0)中，精確稱定(m_1)，放入烘箱中，於105°C加熱16小時後，將坩堝蓋妥，移至乾燥器中放冷，約30分鐘後稱量，再將坩堝移入烘箱乾燥1小時，依上述稱量步驟，直至恆重(m_2)為止，並依下列公式計算檢體之水分含量(%)：

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

m_0 ：含蓋坩堝之重量(g)

m_1 ：含蓋坩堝及檢體取樣之重量(g)

m_2 ：含蓋坩堝及檢體烘乾至恆重後之重量(g)

2.10. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速率分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依2.7.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中鉛或鎘與銨訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中鉛或鎘之含量(mg/kg)：

$$\text{檢體中鉛或鎘之含量(mg/kg)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times (1 - W/100) \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛或鎘之濃度(ng/mL)

C_0 ：由標準曲線求得空白檢液中鉛或鎘之濃度(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(%)

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，鉛及鎘均為0.1 mg/kg (以乾重計)。
2. 檢體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。

參考文獻：

1. Chew, G., Sim, L. P., Ng, S. Y., Ding, Y., Shin, R. Y. C. and Lee, T. K. 2016. Development of a mushroom powder certified reference material for calcium, arsenic, cadmium and lead measurements. Food Chem. 190: 293-299.
2. U.S. Food and Drug Administration. 2015. Elemental analysis manual for food and related products. 4.7. Inductively coupled plasma - mass spectrometric determination of arsenic, cadmium, chromium, lead, mercury, and other elements in food using microwave assisted digestion.
[<https://www.fda.gov/media/87509/download>]