



## 化學製劑中甲基汞檢測方法—氣相層析儀電子捕捉偵測器法(GC/ECD)

中華民國81年8月24日（81）環署檢字第26926號公告

NIEA T901.10T

中華民國100年12月15日環署檢字第1000110041號公告修正為NIEA T901.11C



### 一、方法概要

化學製劑中甲基汞以甲苯（或苯）溶解經稀釋至適當濃度後以氣相層析儀/電子捕捉偵測器（GC/ECD）定量之。

### 二、適用範圍

本方法適用於分析化學製劑中所含甲基汞，本方法可偵測甲基汞含量為0.02mg/g以上之樣品。

### 三、干擾

試藥、溶劑或玻璃儀器等所含雜質，可能污染並干擾分析結果，故試藥及溶劑以使用農藥殘量分析級（Residue-analyticalgrade）為原則，否則亦應使用純度最高級者。為確保試驗之正確性，必須執行空白試驗。

### 四、設備

（一）分析天平：可精秤至0.1mg。

（二）微量注射器：1.0μL～5.0μL。

（三）吸量管：1.0mL，2.0mL，3.0mL，4.0mL，5.0mL。

（四）量瓶：100mL。

（五）氣相層析儀：附有電子捕捉偵測器（ElectronCaptureDetector，ECD）。

（六）儀器操作條件如下：

（供參考用，可視實際需要適當改變）

注射器溫度： 210°C。

管柱溫度： 175°C。

偵測器溫度： 300°C。

載流氣體：甲烷／氬氣（5／95），並需使用去水及去氧裝置，流速50mL/min。

（七）層析管：

長6ft，直徑2mm，矽烷化（silanized）之玻璃管柱，充填物為5%DEGS-PS覆於100-120meshsupelcoport或其他極性相似之層析管。

### 五、試劑

（一）試劑

1.溶劑：甲苯，農藥殘量分析級。

2.1000ppm氯化汞管柱處理溶液：溶解0.1g HgCl<sub>2</sub>於100.0mL甲苯中。

3. 甲基汞儲備溶液：秤取0.1000g氯化甲基汞於100mL量瓶以甲苯稀釋至刻度（1mL=1000 $\mu$ g CH<sub>3</sub>HgCl），以鐵弗龍膠帶纏住瓶口。
4. 甲基汞標準溶液：精取1.00mL甲基汞儲備溶液，置於100mL量瓶內，以甲苯稀釋至刻度。1mL=10 $\mu$ g CH<sub>3</sub>HgCl。

## 六、採樣及保存

樣品瓶塞應保持密閉，以鐵弗龍膠帶纏住瓶口。

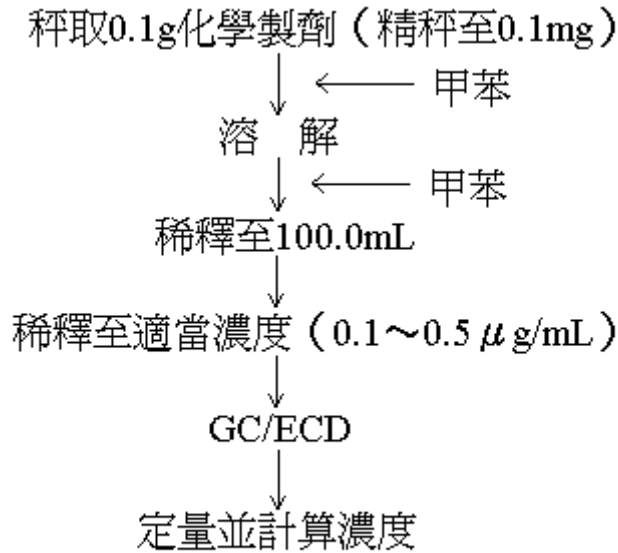
## 七、步驟

### （一）檢量線製備：

1. 分別精取甲基汞標準溶液（10.0 $\mu$ g/mL）0.00，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00mL以甲苯稀釋至100mL。
2. 調整適當之儀器條件（如3.）分別注入一定體積（1 $\mu$ L~5 $\mu$ L）之標準溶液，記錄滯留時間（計算標準偏差S）及尖峰面積，然後繪製尖峰面積—甲基汞注入量之檢量線。
3. 氣相層析儀管柱（column）的處理：利用5%DEGS-PS測定氯化甲基汞前，先要將管柱以氯化汞溶液處理過後才能使用，即使在一段時間後，也要定期再處理，否則其效能會減低，其處理過程如下：
  - （1）若每次連續使用2至3天才處理時，先調整管柱溫度至200 $^{\circ}$ C，然後以5至10分鐘的間隔，注入20 $\mu$ L氯化汞溶液5次。讓管柱整夜維持在200 $^{\circ}$ C，此時所得的層析圖將是大且寬的波峰。次日早晨，將管柱溫度調至155 $^{\circ}$ C後又注入兩次20 $\mu$ L氯化汞溶液，大約經1至2小時，有些大且寬的波峰出現，此時管柱即已處理妥。調整溫度至175 $^{\circ}$ C，待基準線穩定後，即可使用。
  - （2）每天之樣品分析結束時，若已經（1）步驟或以175 $^{\circ}$ C分析樣品之後降低管柱溫度至115 $^{\circ}$ C，並注入20 $\mu$ L氯化汞溶液一次，寬廣之訊號會在11~20小時後流出，隔天再用時，將管柱溫度升至操作溫度。待基準線穩定後，即可使用。
  - （3）分析樣品期間若管柱效能降低，則升高溫度至180 $^{\circ}$ C，注入兩次20 $\mu$ L氯化汞溶液，大約經1~2小時後可以發現寬廣之訊號，待其完全消失後，將溫度降至175 $^{\circ}$ C，待基準線穩定後，即可繼續分析。

### （二）樣品配製及分析：

1. 精秤取0.1g（w）（精秤至0.1mg）化學製劑置於100mL量瓶中，以甲苯溶解後稀釋至刻度。
2. 分取適量之上項溶液（V<sub>1</sub>），再以甲苯稀釋至適當體積（V<sub>2</sub>）（使含甲基汞濃度在0.1~0.5 $\mu$ g/mL之間）。
3. 氣相色層分析：
  - （1）分析樣品時之儀器操作條件應與製備檢量線時相同，注入相同量之一定體積（如V<sub>3</sub>1 $\mu$ L~5 $\mu$ L）之試樣稀釋液，記錄注射量及尖峰面積。比較樣品各尖峰之滯留時間與標準品之滯留時間，若樣品滯留時間與標準品之滯留時間相差在標準品平均滯留時間 $\pm 3S$ （標準偏差）內，視為同一化合物。
  - （2）若樣品尖峰面積超過檢量線的範圍，必須做適當之稀釋，直至落在檢量線範圍以內。
  - （3）若某些尖峰被干擾則可更改分析條件以減少干擾。



圖一、化學製劑中甲基汞的分析流程圖

## 八、結果處理

使用下列公式計算樣品中所含甲基汞之濃度：

$$\text{濃度} (\mu\text{g/g}) = A \times \frac{V_2}{V_3} \times \frac{100}{V_1} \times 10^3 \times \frac{1}{W}$$

A：由檢量線或校正因子換算求得之甲基汞含量 (µg)

V<sub>1</sub>：試樣溶液由100mL所分取之體積 (mL)

V<sub>2</sub>：試樣稀釋後之體積 (mL)

V<sub>3</sub>：試樣稀釋液注入氣相層析儀之體積 (µL)

W：試樣取量 (g)

## 九、品質管制

- (一) 在分析任何一批或一組樣品時，必須作試劑空白試驗，若一批或一組樣品的數目超過10個時，每10個樣品須作一個空白試驗。
- (二) 在分析任何一批或一組樣品時必須作樣品添加分析，若一批或一組樣品的數目超過10個時，至少每10個樣品須作一個樣品添加分析，且其回收率需落在80~120%之間。
- (三) 每一批或一組樣品須作1~2個重複試驗 (duplicate)。

## 十、精密度與準確度

略

註：作業安全因甲基汞具有劇毒，所有的操作過程都必需在排煙櫃內進行。GC上亦應有抽氣設備。

## 十一、參考資料

- (一) Mercury(Methyl) in Fish and shell fish,Rapid GC-Method.AOAC Methods.988.11,1990.
- (二) 行政院環保署。1991。化學品中甲基汞檢驗方法。環境中微量特殊毒性物質分析方法研究，pp：1-5。台北。

