



魚介類甲基汞檢測方法

中華民國83年9月30日（83）環署檢字第45807號公告

NIEA C501.00T

中華民國100年12月14日環署檢字第1000109874號公告修正為NIEA C501.01C



一、方法概要

魚介類組織先以丙酮清洗後，次加入鹽酸溶液將甲基汞形成氯化甲基汞，再用苯將其萃取出來，經去水濃縮後以氣相層析儀／電子捕捉偵測器（GC／ECD）定量之。

二、適用範圍

本方法適用於魚介類中甲基汞化合物之檢測，其偵測極限為2ng/g。

三、干擾

- （一）試藥、溶劑或玻璃器皿所含雜質，可能污染並干擾分析結果，故試藥及溶劑以使用殘量級為原則，否則亦應使用純度最高級者，為確保試藥或溶劑之適用性，必須執行空白試驗。
- （二）魚介類肉中其他雜質亦可能造成分析時之干擾。

四、設備

- （一）分液漏斗：玻璃製500mL。
- （二）脫水玻璃管柱：200mm×20mm（內徑）
- （三）減壓濃縮裝置
- （四）離心機：轉速為2000rpm以上者。
- （五）50mL離心管
- （六）量瓶100mL，硼矽玻璃製
- （七）天平：可精確秤至0.1mg。
- （八）微量注射器：1μL
- （九）氣相層析儀附電子捕捉偵測器。儀器分析條件如下（僅供參考用，可視實際需要適當調整之）：
 - 溫度（℃）注入器200
 - 層析管150
 - 偵測器300
 - 載送氣體：Ar-CH₄
 - 流速30mL/min
- （十）層析管

1.長2m，內徑2mm，矽烷化（silanized）之玻璃管柱，充填物為5%DEGS-PS覆於100Meshsupelcoport。

2.其他性質相似之層析管。

(十一) 高溫爐：可昇溫至600°C。

(十二) 通風櫥

(十三) 玻璃棒

五、試劑

(一) 丙酮、苯、異丙醇及甲苯：殘量分析級或同等級品。

(二) 鹽酸溶液：

以等體積之濃鹽酸及去離子水混合，使用前以兩倍體積之苯萃取出之干擾物質，於分液漏斗中，劇烈搖晃15秒後捨棄苯於密閉瓶內，共萃取四次。

(三) 硫酸鈉：於600°C高溫爐中加熱過夜，冷卻後儲存於玻璃瓶。

(四) 甲基汞儲備溶液：

精稱0.1252g氯化甲基汞於100mL量瓶中，以甲苯稀釋至刻度（1mL=1000 μ gCH₃HgCl）。以鐵氟龍膠帶纏住封口。

(五) 氯化汞管柱處理液：

溶解0.1g之氯化汞於100mL甲苯中。

六、採樣與保存

(一) 魚介類樣品採集後，先鑑定種類再記錄體長體重及採樣地點及時間。

(二) 若分析的部份為肌肉及內臟，則須儘速解剖，取出所要的部位。

(三) 所有盛裝樣品的容器，必須經過清潔劑、自來水及去離子水之清洗。

(四) 樣品須於採樣後冷凍保存。

七、步驟

除稱重外所有前處理必須在通風櫥內進行。

(一) 取代表性及已知含水量之樣品2g於離心管中。

(二) 加入25mL丙酮，再加蓋，劇烈搖晃15秒。

(三) 去蓋，以錫箔封口，置於離心機以2000rpm離心2-5分鐘，小心去除丙酮層，並重覆步驟(二)(三)兩次。

(四) 以玻璃棒攪碎組織加入20mL苯，置於離心機以2000rpm離心2-5分鐘後，去除有機層。

(五) 加入2.5mL鹽酸溶液於離心管中，再加入20mL苯劇烈振盪2分鐘，去蓋，以錫箔覆蓋，置於離心機中以2000rpm離心5分鐘。

(六) 靜置，若發現有乳化現象，則加2mL異丙醇，再離心，靜置使其分層。

(七) 將有機層移至減壓濃縮裝置，以3-4mL苯淋洗離心管壁，再加入20mL苯重覆萃取2次後移入減壓濃縮裝置。

(八) 萃取液經減壓濃縮體積至8mL後移入25mL量瓶，並加苯至體積為20mL。

(九) 將少許玻璃棉放入脫水玻璃管柱之底部，閉栓，倒入20mL苯萃取液。加入約4g無水硫酸鈉，輕敲脫水管柱，使無水硫酸鈉沈降，前述苯萃取液通過脫水管柱後，將萃取液收集

之。

(十) 氣相層析儀分析：

1. 氣相層析儀管柱的處理：

利用5%DEGS-PS測定氯化甲基汞前要先將管柱以氯化汞溶液處理過後才能使用，即在使用一段時間後，也要定期再處理，否則將會使其效能降低，其過程如下：

- (1) 伴隨200°C管柱態調整 (conditioning)：若管柱方經由200°C狀態調整一夜後，利用此一步驟調整管柱溫度至160°C並連接檢知器。當基準線平穩後，在5至10分鐘內連續注入20μL氯化汞 (1000ppm) 溶液5次，其間可以查覺有寬廣之訊號出現，經由90至105分鐘後最後一個訊號出現，此時氯化甲基汞之強度滯留時間之訊號穩定，調整管柱溫度至155°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) 步驟或分析樣品之後降低管柱溫度至115°C，並注入20μL氯化汞溶液一次，寬廣之訊號會在11-15小時後出現，隔天再使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：若分析期間管柱效能降低，則升高溫度至160°C，注入20μL氯化汞溶液，檢測基準線，60-90分鐘後可以發現寬廣之訊號，待其完全消失後降低溫度至155°C，基準線穩定後即可繼續分析。

2. 檢量線製備

取氯化甲基汞標準溶液，稀釋成相當於1、0.5、0.2、0.1、0.05μgHg/mL濃度，各取1μL注入經以1000ppm氯化汞溶液處理過之層析管柱中。每一濃度作三重覆，以所得之波峰積分面積平均值濃度值作圖，製成檢量線。

3. 樣品分析：

以苯將步驟 (九) 之萃取液定容至20mL，然後依設備四、(九) 所述儀器分析條件，注入1μL，比較其與標準品之滯留時間如圖一，以定性試樣是否含有甲基汞，再定量其濃度。

八、處理結果

由檢量線求得欲測之檢體所含甲基汞可依下式計算。

$$\text{檢體中甲基汞濃度 } (\mu\text{g/g}) = A \times \frac{V_1}{V_2} \times \frac{1}{W} \times 10^3$$

A：由檢量線求得之甲基汞檢出量 (μg)

V₁：試樣粹取濃縮液之體積 (mL)

V₂：試樣粹取濃縮液注入量 (μL)

W：檢體重量 (g)

九、品質管制

- (一) 在分析任何一批或一組樣品時，必須作試劑之空白試驗。若一批或組樣品數目超過十個時，每十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標準品添加分析，若一批或一組樣品的數目超過十個時，至少每十個樣品須作一個標準品添加分析，且其回收率需落在75-125%之間。
- (三) 每一批或每一組樣品須作一個重覆分析 (Duplicate)。

十、精密度與準確度

單一實驗室分析魚介類甲基汞標準樣品及真實樣品添加甲基汞結果如下二表分別所示。

表一 甲基汞標準樣品甲基汞分析結果

| 樣品 | 確認值 | 分析值 |
|-------------------------------------|---------------|---------------|
| DORM-1(dogfishmuscle tissue) | 0.731±0.060 | 0.75±0.01 |
| DOLT-1(dogfishliver tissue) | 0.080±0.011 | 0.092±0.009 |
| TORT-1(defattedlobstertomalley) | 0.128±0.014 | 0.161±0.017 |
| LUTS-1(non-defattedlobstertomalley) | 0.0094±0.0006 | 0.0124±0.0006 |
| NBS-50 | 0.95±0.01* | 0.77±0.01 |

*係總汞含量確認值，甲基汞含量佔80-90%以上。

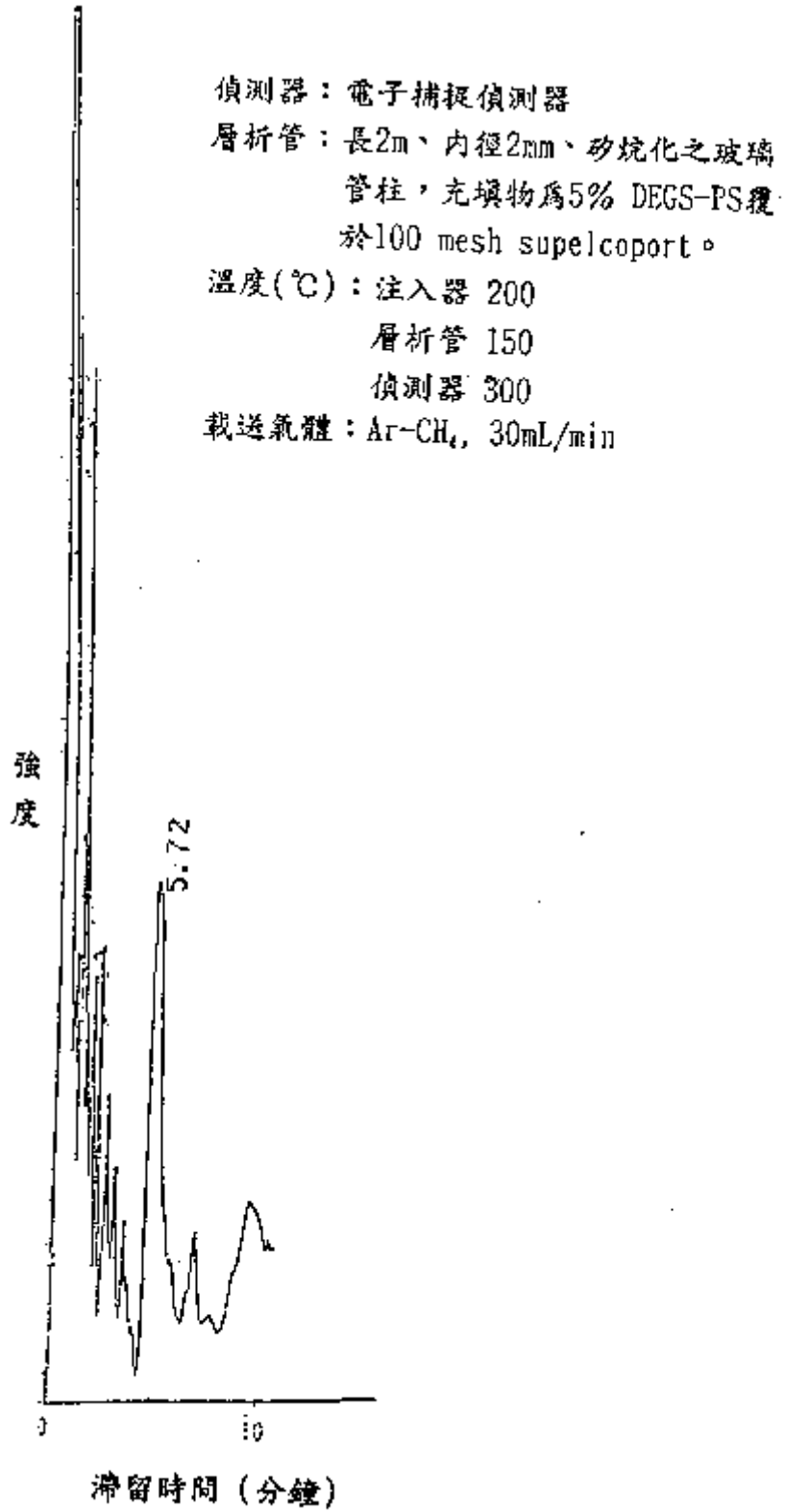
表二 真實樣品甲基汞分析表結果

| * 樣品 | 分析值 (µg/g) | 添加量 (µg) | 添加回收率 (%) |
|---------|--------------------|-------------|--------------|
| 旗魚 | 0,392±0.015 | 1 | 108 |
| 鮪魚 | 0.114±0.015 | 1 | 96 |

*樣品來源：市場購買。

十一、參考資料

- (一) Official methods of analysis.1990.15thed Association of official analytical chemists,Inc.Arlington,Va.pp266-268。
- (二) 陸瑩、劉沛宏、蕭祥憲及王麗琴。1990。環境中微量特殊毒性物質分析方法研究II、魚肉中汞分析方法研究。行政院環境保護署報告：EPA-79-009-01-144。
- (三) 潘子明及吳順振。1993，魚貝類中甲基汞含量檢測方法之研究。中國環境工程學刊第三卷第二期。pp123-129。



圖一、甲基汞之氣相層析圖