



魚介類酸性消化總則—微波消化／元素分析

中華民國83年4月12日（83）環署檢字第00566號公告

NIEA C303.01T

中華民國100年12月14日環署檢字第1000109874號公告修正為NIEA C302.02C



一、方法概要

取魚介類樣品0.5g（乾重），加入濃硝酸及過氧化氫試劑，經微波消化破壞有機質，再稀釋至體積50mL，並視樣品中待測元素種類及濃度選擇火焰式原子吸收光譜儀（FLAAS）、石墨爐原子吸收光譜儀（GFAAS），或以感應耦合電漿發射光譜儀（ICP-AES），測定所含元素濃度。

二、適用範圍

本方法適用於魚介類樣品以FLAAS、GFAAS或ICP-AES分析之前處理。魚介類樣品經由本方法適當的消化處理後，可分析下表所列之元素。

測定方法	FLAAS	GFAAS	ICP-AES
測定元素	鋁鎘鈷鉛鉬鉀鉍 鋇鈣銅鎂鎳鈇鉍 鉻鐵錳鐵鈉鋅	砷鉻鉛鉍 鉍鈷鉬鈇 鎘鐵硒	鋁鎘鈷鉛鉬鉀鉍 鋇鈣銅鎂鎳鈇鉍 鉻鐵錳鐵鈉鋅 砷

三、干擾

- （一）樣品消化過程中若使用的藥劑純度不足或容器的清洗不完全等均可能導入污染物，造成高空白值。
- （二）消化條件若控制不當（溫度太高或太低），亦可能導致樣品消化不完全；或某些待測元素揮發逸失，造成分析誤差。

四、設備

- （一）冷凍乾燥機。
- （二）磨碎機：內含一網孔大小為1mm之篩網，能將樣品適當粉碎均勻，盛裝部份為不易污染之材質。
- （三）分析天平：精秤至0.01g。
- （四）微波消化器。
 - 1.微波裝置至少574W且可以±10%方式調整。
 - 2.微波裝置需為耐酸蝕專用設備。
 - 3.使用內襯有鐵氟龍之材質消化瓶，耐壓110psi以上且具安全洩壓裝置。
 - 4.具有轉速至少3rpm之轉盤使各樣品能平均反應分解。
 - 5.不可使用家庭微波裝置。
- （五）離心機及離心試管。
- （六）過濾裝置。
- （七）濾膜：直徑9-11cm，孔徑20-25μm。
- （八）定量瓶：50mL。

五、試劑

- (一) 試劑水：於20°C溫度下，電阻係數大於或等於16MΩ-cm。
- (二) 濃硝酸：分析試藥級，65%。
- (三) 過氧化氫：分析試藥級，30%。

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需儘速解剖，取出所要的部位。
- (三) 所有盛裝樣品的容器，必須經過清潔劑、酸及試劑水之清洗。
- (四) 樣品須於採樣後冷凍保存。

七、步驟

- (一) 將具代表性之魚介類樣品凍結後放入冷凍乾燥機之真空瓶內，乾燥至魚介類樣品成恆重。
- (二) 將乾燥後之魚介類樣品放入磨碎機，將樣品磨碎成均勻粉末。
- (三) 混和樣品使完全達均勻後，稱取樣品約0.50g樣品放入微波消化瓶內（精秤至0.01g）。
- (四) 加入5mL濃硝酸，鎖緊有洩壓閥裝置之消化瓶，並對稱放入微波消化器中。並以漸進式進行微波消化。
- (五) 依照儀器設備之使用規定系統設定，依序鍵入輸出功率、加熱時間、壓力控制及風扇速率等，並設定多段式進行加熱，表一為功率630W的微波消化裝置6個消化瓶之系統設定程式範例。

階段	1	2	3	4
輸出功率* (%) (W)	50 (315)	60 (378)	70 (441)	70 (441)
壓力控制 (psi)	20	40	80	135
加熱時間 (min)	10	10	10	10
風扇速率 (%)	100	100	100	100

表一 功率630W之微波消化系統設定範例

※輸出功率、視微波爐機型而定。

視樣品消化情形可調整微波消化條件。

- (六) 待樣品冷卻後，開啟消化瓶加入2mL過氧化氫試劑，並鎖緊消化瓶，再進行一段程式消化。以功率630W的儀器裝置6個消化瓶為例，輸出功率為50%，壓力控制為135psi，加熱時間為5分鐘，風扇速率為100%。
- (七) 待消化瓶冷卻後，先以少量試劑水淋洗消化瓶內壁，再將消化溶液移至50mL定量瓶，並稀釋至定體積。
- (八) 若消化液中殘存有不溶物或小顆粒，須藉過濾、離心或靜置沈降方法移除，以免堵塞光譜儀之霧化裝置。
 1. 過濾。
 2. 離心：於2000~3000rpm轉速下離心10分鐘，使上層液澄清。
- (九) 消化液可直接進行元素測定，其方法可使用FLAAS，GFAAS或ICP-AES。若無法立即測定，則置於4°C以下冷藏。

- (十) FLAAS及GFAAS分析方法可參考環保署公告之原子吸收光譜法(環署檢-4120.0)。ICP-AES分析方法可參考環保署公告之感應耦合電漿原子發射光譜法通則(NIEAM104.00T)。

八、結果處理

略

九、品質管制

- (一) 每一批樣品於前處理過程中，需同時製備空白液及執行空白液之消化，以檢測樣品是否遭受污染。
- (二) 每一批樣品需作至少一個重覆樣品消化，以檢測其精密度。
- (三) 每一批樣品需同時消化至少一個添加樣品或標準參考物質，以檢測其準確度。
- (四) 魚介類樣品不宜超過0.5g以避免消化過程產生之氣體壓力太大。若消化魚介類所產生之壓力若超過洩壓閥之工作壓力而破壞其封閉式系統時，則此批樣品數據不予採用。

十、精密度及準確度

略

十一、參考資料

- (一) 環保署環境檢驗所，1992，原子吸收光譜法，感應耦合電漿電子發射光譜法通則，廢棄物檢驗方法彙編，pp.18-27，41-49。
- (二) 環保署環境檢驗所，1990，環境中微量特殊毒性物質分析方法研究，I·稻米中鎘分析方法研究，51pp，EPA-79-009-01-144。
- (三) American Society for Testing and Materials，1991·Standard practice for sample digestion using closed vessel microwave heating technique for the determination of total recoverable metals in water·Annual Book of ASTM Standards·Vol·11·01：D4309-91。
- (四) U.S. EPA，1990·Acid digestion of sediments,sludges,and soils,Test methods for evaluating solid waste,Method 3050A,November。
- (五) U.S. EPA.1990. Microwave assisted acid digestion of aqueous samples and extracts.Method 3015,November。
- (六) Aysola，P·Anderson，P·andlangford，C·1987·Wetashing in biological samples in a microwave oven under pressure using poly (Tetrafluoroethylene) vessels·AnalChem·59：1582-1583。
- (七) McCarthy，H·and Ellis，P·1991，Comparison of microwave digestion with conventional wet ashing and dry ashing digestion for analysis of lead，cadmium，chromium，copper，and zinc in shell fish by flame atomic absorption spectroscopy·J·Assoc off Anal Chem 74·566-569。