



## 魚介類酸性消化總則－熱板消化／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 C303.02T

中華民國100年12月14日環署檢字第1000109874號公告修正為NIEA C303.03C



### 一、方法概要

取魚介類樣品0.5-1.0g（乾重），加入濃硝酸及過氧化氫試劑，經加熱迴流消化破壞有機質，再稀釋至體積25mL，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），測定所含元素之濃度。

### 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 鎘鐵錳	鋁鎘鈷鉛鉬鉀鉍 鋇鈣銅鎂鎳鈇鉍 鉻鐵錳鐵鈉鋅 錳

### 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）三角錐型燒杯：250mL。
- （五）錶玻璃。
- （六）通風櫥。
- （七）電熱板或其他加熱器：溫度可調式並能維持90～95℃。
- （八）離心機及離心管。
- （九）過濾裝置。
- （十）濾膜：直徑9-11cm，孔徑20-25μm。
- （十一）定量瓶：25mL。

### 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、魚介類採樣及保存

- (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、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，乾燥至樣品成恆重或置烘箱在105°C烘乾至恆重。
- (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0.50~1.00g樣品放入250mL三角錐型燒杯（精秤至0.01g）。若能消化完全，則可用較大量之樣品。
- (四) 加入10mL濃硝酸混和均勻，蓋上錶玻璃先放置通風櫥中靜置4小時。再將樣品緩慢加熱至95°C，在不沸騰狀況下迴流至溶液呈紅棕色或黑色，待冷卻後再加入5mL濃硝酸，蓋上錶玻璃，再繼續迴流；重覆此步驟直到溶液呈淡黃色。樣品不可沸騰，亦不可全乾。
- (五) 上述迴流後之樣品冷卻後加入2mL過氧化氫試劑，蓋上錶玻璃，緩慢加熱進行氧化反應至體積約2mL。此步驟須小心操作，勿產生激烈冒泡，以免樣品流失。
- (六) 冷卻後，以少量試劑水淋洗錶玻璃及燒杯內壁，並移至25mL定量瓶將消化液稀釋至體積25mL。
- (七) 若消化液中殘存有不溶物或小顆粒，須藉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。
- (八) 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。
- (九) FLAAS及GFAAS分析可參考環保署公告之原子吸收光譜法（環署檢-4120.0）。ICP-AES分析可參考環保署公告之感應耦合電漿原子發射光譜法總則（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複樣品消化，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，以檢測其標準度。

## 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) U.S. EPA，1990·Acid digestion of sediments,sludges, and soils,Test methods for evaluating solid waste,Method 3050A,November。
- (四) 曾昭恒、劉素君、葉錦芬及楊末雄，1987，以感應耦合電漿原子發射光譜法及氫化原子吸收光譜法建立環境及生物樣品中微量元素的準確分析技術。化學45：97-108。
- (五) American Society for Testing and Materials 1990. Standard guide for preparation of biological samples for inorganic chemical analysis. Annual book of ASTM standards 11.01D4638-86:285-289.
- (六) 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 chem74.566-569.