

食品中甲基汞檢驗方法（二）

Method of Test for Methyl Mercury in Foods (2)

1.適用範圍：本檢驗方法適用於水產動物類中甲基汞之檢驗。

2.檢驗方法：氣相層析質譜法（gas chromatography mass spectrometry, GC/MS）

2.1. 裝置

2.1.1. 氣相層析質譜儀：

2.1.1.1. 檢出器：質譜選擇檢出器（mass selective detector, MSD）

2.1.1.2. 層析管柱：HP-5MS，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm $\times$ 30 m，或同級品。

2.1.2. 微波消化器（Microwave digester）：開放式，可設定微波輸出功率。

2.1.3. 攪拌均質機（Blender）。

2.1.4. 振盪器（Shaker）。

2.1.5. 超音波震盪器（Ultrasonicator）。

2.1.6. 離心機（Centrifuge）。

2.1.7. 去離子水製造器（Deionized water generator）：製造之去離子水，其電阻係數可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上。

2.2. 試藥：醋酸採用超微量級；正庚烷、20%四甲基氫氧化銨溶液(20% tetramethylammonium hydroxide solution, in H_2O)、四乙基硼酸鈉（sodium tetraethylborate）、醋酸鈉（sodium acetate）、醋酸銅（copper acetate）、氫氧化鉀（potassium hydroxide）及乙醇（ethanol）均採用試藥特級；氯化丙基汞（propyl mercury chloride）及氯化甲基汞（methyl mercury chloride）對照用標準品。

2.3. 器具及材料^(註)

2.3.1. 消化瓶：50 mL，附30 cm冷凝管，Pyrex材質。

2.3.2. 容量瓶：25 mL、50 mL、100 mL，Pyrex材質。

2.3.3. 塑膠瓶：10 mL，PP材質。

2.3.4. 反應瓶：40 mL，Pyrex材質，附塑膠蓋及Teflon墊片。

2.3.5. 注射針筒：1 mL，PVC材質。

2.3.6. 玻璃注射針筒：5 mL。

2.3.7. 漏斗：Pyrex材質。

2.3.8. 攪拌磁石：Teflon被覆。

註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水（1：1, v/v）溶液放置過夜，取出將附著之

硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.4. 標準溶液之配製：

2.4.1 內部標準溶液

取氯化丙基汞約 100 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至 100 mL，作為內部標準原液，使用時再以去離子水稀釋至 0.5 µg/mL，供作內部標準溶液。

2.4.2 標準溶液

取氯化甲基汞約 116 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，使用時再以去離子水稀釋至甲基汞濃度為 0.01~1.0 µg/mL，供作標準溶液。

2.5. 試劑之配製：

2.5.1 衍生化試劑

稱取四乙基硼酸鈉 1 g，以 2% 氫氧化鉀溶液溶解並定容至 100 mL，以塑膠瓶分裝冷凍儲藏，保存期限為 1 個月。

2.5.2 醋酸緩衝溶液

稱取醋酸鈉 82 g，加去離子水 700 mL 溶解後，以醋酸調整 pH 值至 5.0，再加去離子水使成 1,000 mL。

2.5.3 醋酸銅溶液

稱取醋酸銅 0.8 g，加去離子水溶解，再加去離子水使成 100 mL。

2.6. 衍生化標準溶液之調製：

分別量取標準溶液 1 mL，置於反應瓶內，加內部標準溶液 1 mL，再加入醋酸銅溶液 1 mL 及醋酸緩衝溶液 5 mL 後，以注射針筒注入衍生化試劑 1 mL，攪拌 10 分鐘後，再以玻璃注射針筒注入正庚烷 2 mL，震盪 10 分鐘，以 2000 rpm 離心 10 分鐘，取上層液，供作衍生化標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1 微波輔助萃取法

取均質後檢體約 0.5 g，精確稱定，置消化瓶中，加內部標準溶液 1 mL，再加 20% 四甲基氫氧化銨溶液 5 mL，接上冷凝管，以微波消化器 45 W 加熱 2.5 分鐘，移至反應瓶中，以醋酸中和，再加入醋酸銅溶液 1 mL 及醋酸緩衝溶液 5 mL 後，以注射針筒注入衍生化試劑 1 mL，攪拌 10 分鐘後，再以玻璃注射針筒注入正庚烷 2 mL，震盪 10 分鐘，以 2000 rpm 離心 10 分鐘，取上層液，供作檢液。

2.7.2 超音波萃取法

取均質後檢體約 0.5 g，精確稱定，置反應瓶中，加內部標準溶液 1 mL，再加 20% 四甲基氫氧化銨溶液 5 mL，以超音波震盪至溶液澄清，以醋酸中和，再加入醋酸銅溶液 1 mL 及醋酸緩衝溶液 5 mL 後，以注射針筒注入衍生化試劑 1 mL，攪拌 10 分鐘後，再以玻璃注射針筒注入正庚烷 2 mL，震盪 10 分鐘，以 2000 rpm 離心 10 分鐘，取上層液，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及衍生化標準溶液各 1 µL，注入氣相層析質譜儀中，參照下列條件進行氣相層析質譜分析，就檢液與衍生化標準溶液所得之波峰滯留時間及質譜圖比較鑑別之，並依下列計算公式求出檢體中甲基汞之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中甲基汞之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線^(註1)求得檢液中甲基汞之濃度 (µg/mL)

V：檢體最後定容之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

氣相層析質譜測定條件^(註2)：

層析管溫度：初溫：60°C

溫度上升速率：20°C/min

終溫：280°C，10 min

檢出器溫度：280°C

注入器溫度：260°C

注入方式：不分流 (splitless)

移動相氣體及流速：He, 10 psi

離子化模式：電子游離法 (70 eV)

偵測模式：選擇離子質譜 (selective ion mass, SIM)

註：1. 分別計算甲基汞衍生物之 m/z 217 及 m/z 246 離子波峰面積之和與丙基汞衍生物之 m/z 231 及 m/z 274 離子波峰面積之和，以其比值對甲基汞之濃度 (µg/mL) 製作標準曲線。

2. 若無法依測定條件分析，則參照所使用儀器之適合條件設定。

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為 0.04 ppm。

2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。