

食品中甲基汞檢驗方法（二）草案
Draft 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，再的去離子水潤洗後，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 μ L，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 (μ g/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 (μ g/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。