

食品中甲基汞之檢驗方法

Method of Test for Methyl Mercury in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於魚蝦貝類 (fish and shellfish) 中甲基汞之檢驗。

2. 檢驗方法：氣相層析法 (gas chromatography, GC)

2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析儀：

2.1.1.1. 檢出器：電子捕獲檢測器 (electron capture detector, ECD)。

2.1.1.2. 層析管(註)：5% DEGS-PS Supercoport 100-120 mesh，內徑 2 mm × 3 m，或同級品。

註：為增加層析管分析甲基汞之理論板數，可採下列氯化汞處理法。

(1) 新填充並依照使用說明書之建議條件平衡後，或經使用 2-3 天後之層析管：將層析管溫度調至 200℃，每隔 5-10 分鐘注入 1000 µg/mL 氯化汞溶液 20 µL 1 次，共 5 次，層析管溫度維持在 200℃ 約 12 小時，層析圖會出現寬廣之波峰，將層析管溫度降至 155℃，再每隔 5-10 分鐘注入 1000 µg/mL 氯化汞溶液 20 µL 1 次，共 2 次，經 3-4 小時後層析圖會出現寬廣之波峰，待基線穩定時即可進行分析工作。

(2) 經 1 天分析工作後之層析管：將層析管之溫度降至 115℃ 後，注入 1000 µg/mL 氯化汞溶液 20 µL 1 次，經 3-4 小時後層析圖會出現寬廣之波峰，待基線穩定時即可進行分析工作。

(3) 分析工作中之層析管：當層析管之表現劣化而甲基汞之滯留時間改變與波峰變寬時，將層析管溫度調至 155℃，每隔 5-10 分鐘注入 1000 µg/mL 氯化汞溶液 20 µL 1 次，共 2 次，經 3-4 小時後層析圖會出現寬廣之波峰，待基線穩定時即可進行分析工作。

2.1.2. 攪拌均質機 (Homogenizer)。

2.1.3. 振盪器 (Shaker)。

2.1.4. 離心機 (Centrifuge)。

2.2. 試藥：甲苯、丙醇、丙酮、無水硫酸鈉、鹽酸及氯化汞採用化學試藥特級；氯化甲基汞 (methyl mercuric chloride) 對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 玻璃離心瓶：50 mL，附 teflon 墊蓋。

2.3.2. 容量瓶：20 mL、100 mL。

2.4. 標準溶液之配製：

取氯化甲基汞對照用標準品約 125 mg，精確稱定，以甲苯溶解並定容至 100 mL，作為標準原液 (註)，使用時再以甲苯稀釋，供作標準溶液。

註：氯化甲基汞 1 g 相當於含汞 0.799 g，故此標準原液約為 1000 µg Hg/mL。

2.5. 氯化汞溶液之配製：取氯化汞 0.1 g，以甲苯溶解並定容至 100 mL。

2.6. 檢液之調製：

將魚蝦貝肉檢體細切，以均質機均質後，取檢體約1 g，精確稱定，置於離心瓶中，加丙酮25 mL，鎖緊墊蓋，激烈振盪15秒，轉鬆墊蓋後以2000 rpm離心5分鐘，棄丙酮層，殘渣再以丙酮25 mL同樣操作二次。殘渣加甲苯20 mL同樣操作一次，若殘渣結塊時，以玻棒攪散，棄甲苯層。殘渣加6 N鹽酸溶液2.5 mL及甲苯20 mL，溫和振盪5分鐘，以2000 rpm離心5分鐘，若有乳化現象，可加數滴丙醇於上層液中，輕輕攪拌上層液以消除乳化現象，取全部上層液以無水硫酸鈉脫水，以甲苯定容至20 mL，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 1 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依標準曲線求出檢體中甲基汞之含量 (ppm)：

$$\text{檢體中甲基汞含量 (ppm, 以汞計)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線或波峰面積求得檢液中汞之濃度 (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)

氣相層析測定條件

層析管溫度：155°C

檢出器溫度：300°C

注入器溫度：200°C

移動相氣體氮氣流速：30 mL/min

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為0.25 ppm。