

食品中甲基汞檢驗方法(三)

Method of Test for Methyl Mercury in Foods (3)

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：檢體經萃取後，以液相層析感應耦合電漿質譜儀 (liquid chromatograph/inductively coupled plasma mass spectrometer, LC/ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析感應耦合電漿質譜儀：
 - 2.1.1.1. 層析管：Synergi™ Hydro-RP 80Å C18 層析管，4 μm，內徑 4.6 mm × 15 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)：附有水浴槽自動溫度調節，溫度在 ±4°C 以內者。
 - 2.2. 試藥：硝酸、L-半胱胺酸(L-cysteine)及 L-半胱胺酸鹽酸鹽(L-cysteine hydrochloride monohydrate)均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)；氯化甲基汞對照用標準品(1000 μg/mL)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 萃取瓶：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL，Borosilicate 材質。
 - 2.3.3. 樣品瓶：2 mL，褐色，Borosilicate 材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 μm，PVDF 材質。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸蒸氣酸洗 2 小時後，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸以去離子水沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 萃取液之調製：

稱取 L-半胱胺酸鹽酸鹽 10 g，以去離子水溶解使成 1000 mL^(註)。

註：萃取液應新鮮配製，並於 24 小時內使用完畢。

2.5. 移動相溶液之調製：

稱取L-半胱胺酸及L-半胱胺酸鹽酸鹽各1g，以去離子水溶解使成1000 mL，經濾膜過濾，供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

精確量取適量氯化甲基汞對照用標準品，以去離子水稀釋至濃度相當於含甲基汞10 µg/mL，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以萃取液稀釋至0.4~20 ng/mL，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

將檢體均質後，取約0.5 g，精確稱定，置於萃取瓶中，加入萃取液45 mL，以手劇烈振搖10秒，於60°C水浴中超音波振盪萃取40分鐘。取出冷卻至室溫，以萃取液定容至50 mL，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白萃取瓶，加入萃取液45 mL，以上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各50 µL，注入液相層析感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及²⁰⁰Hg與²⁰²Hg之波峰面積比^(註1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中甲基汞之含量(ppm)：

$$\text{檢體中甲基汞之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{W \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲基汞濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中甲基汞濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

W：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註2)

液相層析條件：

層析管：Synergi™ Hydro-RP 80Å C18 層析管，4 µm，內徑4.6 mm
× 15 cm。

層析管溫度：25°C。

移動相溶液：依 2.5.節調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

感應耦合電漿質譜儀條件：

電漿無線電頻功率：1550 W。

電漿氬氣流速：15 L/min。

輔助氬氣流速：0.9 L/min。

霧化氬氣流速：1.0 L/min。

質量：

定量：202 m/z ；定性：200 m/z 。

註：1. ^{200}Hg 與 ^{202}Hg 之波峰面積比應介於 1.2~1.4。

2. 上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為 0.04 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. USFDA. 2008. Elemental analysis manual for food and related products. 4.8. High performance liquid chromatographic inductively coupled plasma mass spectrometric determination of methylmercury and total mercury in seafood.
2. Hight, S. C. and Cheng, J. 2006. Determination of methylmercury and estimation of total mercury in seafood using high performance liquid chromatography (HPLC) and inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS): method development and validation. Anal. Chim. Acta 567: 160-172.