

嬰兒奶嘴中亞硝胺含量之檢驗方法
Method of Test for Nitrosamines on Baby Nipples

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於嬰兒奶嘴中 N-nitrosodimethylamine (NDMA) 、 N-nitrosodiethylamine (NDEA) 、 N-nitrosodipropylamine (NDPA) 、 N-nitrosodibutylamine (NDBA) 、 N-nitrosopiperidine (NPIP) 、 N-nitrosopyrrolidine (NPYR) 、 N-nitrosomorpholine (NMOR) 七種亞硝胺之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析－熱能分析測定法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 熱能分析儀(Thermal Energy Analyzer, 簡稱 TEA)
 - 2.1.2. 氣相層析儀
 - 2.1.2.1. 層析管：內徑 3 mm × 3 m 不鏽鋼管或玻璃管。
 - 2.1.2.2. 層析管用填充劑：Chromosorb W-HP (80/100 mesh) 上覆被有 FFAP 20%。
 - 2.1.3. 粟氏脂肪抽出裝置(Soxhlet apparatus), 如附圖一。
 - 2.1.4. 常壓蒸餾裝置, 如附圖二。
 - 2.1.5. Kuderna Danish (K-D) 濃縮裝置, 如附圖三。
 - 2.2. 試藥：

二氯甲烷、乙醇(均須經過測試為不含亞硝胺者)、氫氧化鈉、碳酸鈉、無水硫酸鈉均為特級試藥。亞硝胺標準品(七種亞硝胺之混合標準液)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 圓筒濾紙：口徑比抽出管內徑小 2~4 mm, 高度略低於粟氏脂肪抽出器 D 管之頂點者。
 - 2.3.2. 分液漏斗：250 mL。
 - 2.3.3. 小漏斗：直徑 9 cm。
 - 2.4. 標準溶液之調製：

取已知正確濃度之亞硝胺混合標準溶液, 以乙醇稀釋至 0.1~

0.4 µg/mL 之混合溶液，供作標準溶液。

2.5. 檢體之取樣：

任取 12 個檢體，將每個切成 44 片，混合均勻後稱取 3 份，每份的重量近似一個完整檢體之重，但須為一整數片。

2.6. 檢液之調製：

每份檢體切成約 5 mm²小塊，置於 250 mL 圓底燒瓶內，加 100 mL 二氯甲烷，浸泡 16 至 21 小時後，移入置於 Soxhlet 抽出管內之圓筒濾紙內，浸泡檢體的圓底燒瓶用 25 mL 二氯甲烷洗滌後依並移入圓筒濾紙內，套上冷凝管在水浴上抽取 1 小時後取下放冷，移入常壓蒸餾裝置內加 100 mL 5N 氫氧化鈉溶液和少許沸石進行蒸餾，將餾出二氯甲烷抽棄之，收集約 70 mL 餾出之水溶液，置於分液漏斗中加 300 mg 的碳酸鈉，再以每次 50 mL 二氯甲烷抽取三次，下層液經過充填 30 g 無水硫酸鈉的漏斗脫水後，移入 K-D 濃縮裝置，以 15 mL 二氯甲烷沖洗無水硫酸鈉後一併倒入 K-D 裝置，加入一粒沸石，放置於 60°C 水浴中濃縮至 4 mL，在以氮氣於室溫下濃縮至 1 mL 供作檢液。每次需另作一支空白試驗作為對照用。

2.7. 定量：

精確量取檢液及標準溶液各 3~5 µL 分別注入氣相層析—熱能分析儀中，參照下列條件進行分析，就檢液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之。並就波峰面積依檢量線求出檢體中亞硝胺之含量，其計算式如下：

$$\text{亞硝胺含量(ppb)} = C \times \frac{V}{W} \times 1000$$

C：由檢量線求得之亞硝胺濃度(µg/mL)

V：檢液之總量(mL)

W：檢體重量(g)

氣相層析參照之測定條件：

作溫度程式操作(Temperature programming)

層析管溫度：初溫 145°C 4 min

終溫 195°C 32 min

溫度上升速率 5.5~8°C/min

注入器溫度：220~250°C

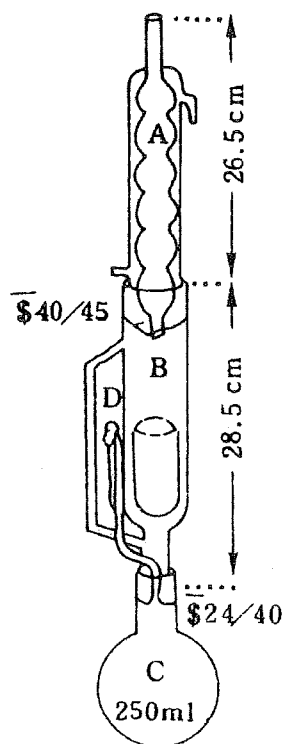
移動相檢體：N₂

檢出器：熱能分析儀

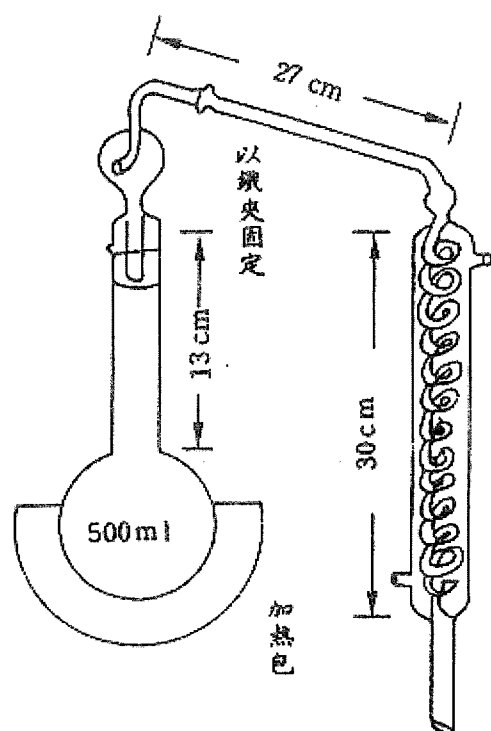
高溫爐溫度：475~500°C

冷卻管溫度(cold trap)：-120~130°C^(註)

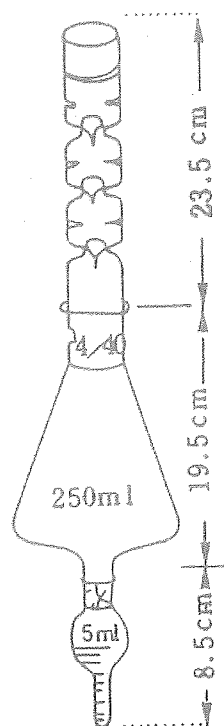
註：冷卻管冰浴以液態氮與乙醇調至所需溫度。



圖一 粟氏脂肪抽出裝置



圖二 常壓蒸餾裝置



圖三 Kuderna Danish (K-D) 濃縮裝置