

魚肉中一氧化碳之檢驗方法

Method of Test for Carbon Monoxide in Fish

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於魚肉中一氧化碳 (carbon monoxide) 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：火焰離子檢出器 (flame ionization detector, FID)。
 - 2.1.1.2. 甲烷化裝置 (Methanizer)：包含控溫裝置及還原管 (充填鎳催化劑)。
 - 2.1.1.3. 層析管：SUS 管柱，內含充填物 molecular sieve 13X，60~80 mesh，內徑 3 mm × 2 m 或同級品。
 - 2.1.2. 攪拌均質器 (Blender)。
 - 2.1.3. 振盪器 (Shaker)。
 - 2.1.4. 冷凍離心機：轉速可達 3,000 rpm 以上者，可控溫 10℃ 以下。
 - 2.2. 試藥：硫酸及正辛醇 (*n*-octyl alcohol) 採用試藥特級，氮氣 (純度 99.995%)，一氧化碳對照用標準品 (5%，氮氣為稀釋氣體)。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 氣體採樣袋：1 L，PVF (polyvinyl fluoride) 材質附 PP (polypropylene) 製接頭及開關閥。
 - 2.3.2. 氣體採樣瓶：125 mL，玻璃材質附鐵氟龍開關閥。
 - 2.3.3. 上部空間採樣分析瓶 (Headspace vial)：60 mL，中孔螺旋蓋附鐵氟龍/矽膠 (Teflon/silicone) 雙層墊片。
 - 2.3.4. 氣針：可定量用，25 μL、250 μL、1 mL 及 5 mL，附鐵氟龍活栓開關閥。
 - 2.3.5. 塑膠離心管：50 mL，附螺旋蓋。
 - 2.4. 20%硫酸溶液之配製：

量取硫酸 64 mL，緩緩加入去離子水 300 mL 中，再加去離子水使成 500 mL。
 - 2.5. 真空包裝魚肉袋中一氧化碳之檢驗^(註1)：
 - 2.5.1. 標準曲線之製作：

將 5% 一氧化碳標準氣體收集於氣體採樣袋中^(註2)。準備 7 個氣體採樣瓶，預先以氮氣充填^(註3)，並以氣針分別抽取出 10 μL、25 μL、100 μL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL 及 2.0 mL 等不同體

積氣體。再從氣體採樣袋抽取5%一氧化碳標準氣體10 μL 、25 μL 、100 μL 、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL及2.0 mL等不同體積，分別注入上述氣體採樣瓶中，混合均勻，供作4、10、40、100、200、400及800 ppm之一氧化碳稀釋標準氣體，當日新鮮配製。分別精確抽取1.0 mL之一氧化碳稀釋標準氣體，注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就波峰面積與對應之一氧化碳濃度 (ppm) 製作標準曲線。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：初溫：120°C，7 min

升溫速率：40°C/min

終溫：200°C，5 min

檢出器溫度：250°C

注入器溫度：150°C

移動相氣體氮氣流速：50 mL/min

燃燒用氣體氮氣流速：50 mL/min

助燃用氣體空氣流速：500 mL/min

甲烷化裝置用氣體氮氣流速：35 mL/min

甲烷化還原溫度：390°C

2.5.2. 檢體之分析：

以氣針取清淨空氣1.5 mL注入真空包裝內，馬上將針孔貼上膠帶，再精確抽取袋內氣體1.0 mL直接注入氣相層析儀中，並依標準曲線求得真空袋中一氧化碳濃度 (ppm)。

註1：此方法僅供篩檢用，測得之一氧化碳濃度低於10 ppm時，判定為未經一氧化碳處理。高於10 ppm時，則另取魚肉進行檢驗。

註2：氣體採樣袋預先以5%一氧化碳標準氣體充滿洗滌三次以上，再將5%一氧化碳標準氣體收集於氣體採樣袋中，勿充填超過採樣袋容積之80%，並於2小時內使用。

註3：氣體採樣瓶預先以氮氣流通500 mL以上，馬上關閉進出口開關閥，並確保採樣瓶內為常壓狀態。

2.6. 魚肉中一氧化碳之檢驗：

2.6.1. 稀釋標準氣體之配製：

將5%一氧化碳標準氣體收集於氣體採樣袋中。取氣體採樣瓶，預先以氮氣充填，以氣針抽取出氣體1 mL，再從氣體採樣袋抽取5%一氧化碳標準氣體1 mL，注入氣體採樣瓶中，混合均勻，供作400 ppm之稀釋標準氣體，當日新鮮配製。

2.6.2. 檢量線之製作：

準備6個上部空間採樣分析瓶，分別加入4℃冰水30 mL，再加入正辛醇15 μL及20%硫酸溶液10 mL，混勻後旋上瓶蓋。先以氣針分別抽取上部空間採樣分析瓶之上部空間氣體0、0.1、0.5、1.0、2.5及5.0 mL等不同體積，再從氣體採樣瓶中抽取一氧化碳稀釋標準氣體(400 ppm)0、0.1、0.5、1.0、2.5及5.0 mL等不同體積，分別注入上述上部空間採樣分析瓶中，使分析瓶中含一氧化碳量分別為0、47、233、466、1165及2330 ng^(註4)，強力振盪2分鐘，靜置10分鐘後，再振盪1分鐘，立刻以氣針分別精確抽取分析瓶上部空間氣體1.0 mL，注入氣相層析儀中，參照2.5.1節層析條件進行氣相層析，就波峰面積與對應之一氧化碳含量(ng)製作檢量線。

註4：一氧化碳由體積換算為質量，採用之參數為1 mL 純一氧化碳標準氣體=1.165 mg 一氧化碳(20℃)。

2.6.3. 檢體之處理^(註5)：

取切塊之魚肉約60 g，精確稱定，加入4℃冰水120 g，於冷卻狀態下低速均質1分鐘，供作檢體溶液。取檢體溶液40 g置於離心管中，於10℃以3,000 rpm離心10分鐘，取上澄液以4℃冰水定容至30 mL。取15 mL置於上部空間採樣分析瓶中，加入4℃冰水15 mL及正辛醇15 μL，傾斜瓶身，小心加入20%硫酸溶液10 mL，馬上旋上瓶蓋。強力振盪2分鐘，靜置10分鐘後，再振盪1分鐘，立刻抽取上部空間氣體進行氣相層析分析。

註5：為減少一氧化碳之揮散，使用之器皿及水於使用前均應置於4℃冷藏庫預冷1小時。

2.6.4. 鑑別試驗及含量測定：

以氣針精確抽取檢體及一氧化碳標準品分析瓶之上部空間氣體1.0 mL^(註6)，注入氣相層析儀中，參照2.5.1節層析條件進行氣相層析，就檢體與標準品所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中一氧化碳之含量(ppb)^(註7)：

$$\text{檢體中一氧化碳含量 (ppb)} = \frac{C \times 9}{M}$$

C：由檢量線求得分析瓶中一氧化碳之含量 (ng)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

9：由 $(30/15) \times (60+120)/40$ 計算而得

註6：每一分析瓶限供分析一次。

註7：魚肉中測得之一氧化碳含量低於20 ppb時，判定為未經一氧化碳處理。高於20 ppb時，再測定檢體溶液4°C冷藏貯藏後之一氧化碳含量變化。檢體溶液經4°C冷藏1~2天後一氧化碳含量明顯降低時，判定為經一氧化碳處理，否則判定為未經一氧化碳處理。

附註：

1. 本檢驗方法於真空包裝魚肉袋及魚肉中之最低檢出限量分別為2 ppm及5 ppb。
2. 食品中若有影響檢驗結果之物質，應自行探討。