

食品中多氯聯苯之檢驗方法(一)

Methods of Test for Polychlorinated Biphenyls in Food (1)

代碼：FDBRTPCB00

鍵語：食品、Food、多氯聯苯、PCB、Polychlorinated、Biphenyl

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中多氯聯苯之檢驗。

2. 檢驗方法：

2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析儀

2.1.1.1. 檢出器：

(1) 氫焰離子檢出器(Flame Ionization Detector)

(2) 電子捕獲檢出器(Electron Capture Detector)

2.1.1.2. 層析管：內徑 2~4 mm，長 200 cm 之玻璃管。

2.1.1.3. 層析管用填充劑：

(1) Gaschrom Q (80~100 mesh)上覆被有 QF-1 2%，SE-30 2%，OV-1 2%，DC-200 2%，OV-17 2%，或 DEGS (Diethylene glycol succinate) 2% + 磷酸 0.5% 等。

(2) Chromosorb. W (80~100 mesh)上覆被有 QF-1 2%，SE-30 2%，OV-1 2%，DC-200 2%，OV-17 2%，或 DEGS (Diethylene glycol succinate) 2% + 磷酸 0.5% 等。

2.1.2. 粉碎機。

2.1.3. 攪拌器。

2.1.4. 離心機(Centrifuge)：轉速可達 4000 rpm。

2.1.5. 減壓濃縮裝置。

2.2. 試藥：

乙醇、草酸鈉(或草酸鉀)、乙醚、石油醚、氯化鈉、水、無水硫酸鈉、氫氧化鈉、矽膠(Silica gel)(註一)、正己烷、五氯化銻(劇毒物，使用時應注意)、鹽酸、酒石酸、苯均採用殘留農藥分析用，多氯聯苯分析用或無妨礙分析物質存在者。

2.3. 器具(註二)及材料：

- 2.3.1. 分液漏斗。
- 2.3.2. 層析管：內徑 1 cm，長 30 cm 之玻璃管。
- 2.3.3. 水浴：附有自動溫度調節器，其溫差為 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 2.3.4. 迴流冷凝管。
- 2.3.5. 皂化瓶。
- 2.3.6. 無水硫酸鈉管柱：內徑 2 cm，長 20 cm 之玻璃管，使用時填充無水硫酸鈉高度 5 cm。

2.4. 標準溶液之調製：

精確稱取各種多氯聯苯標準品以正己烷調製成 1~10 ppm 之標準溶液。必要時可擇取適當標準溶液混合使用。

2.5. 檢液之調製：

2.5.1. 檢體之處理：

- 2.5.1.1. 一般檢體：檢體細切磨碎後精確秤取 10~25 g (含脂量約 3 g)。
- 2.5.1.2. 食用油脂類：精確稱取約 3 g。
- 2.5.1.3. 牛乳：精確秤取牛乳 100 g (若檢體為乳粉或煉乳者，以水稀釋至牛乳之濃度)，置分液漏斗中，加草酸鈉(或草酸鉀) 1 g，溶解後先加乙醇 100 mL 充份混合後次加乙醚 50 mL，激烈振搖 1 分鐘，再加石油醚 50 mL，激烈振搖 1 分鐘，靜置分層後取有機溶媒層，水層再以每次 50 mL 之石油醚、乙醚(1:1)混合液萃取二次。合併萃取液移入另一已含 2% 氯化鈉溶液 500 mL 之分液漏斗中，輕輕迴轉使混合均勻後靜置。去除水層，有機溶媒層以每次 100 mL 之水洗滌二次後，以無水硫酸鈉管柱脫水，並以石油醚 20 mL 清洗管柱，合併流出液，減壓濃縮至 5 mL。
- 2.5.1.4. 蔬菜及水果：檢體細切，以攪拌器攪勻後精確稱取 50~150 g，置分液漏斗中，加正己烷 150~250 mL，激烈振搖 10 分鐘後以 1500 rpm 離心 10 分鐘，取正己烷層。水層(含殘渣)再以正己烷 150~250 mL 依上述步驟再萃取一

次。合併萃取液以無水硫酸鈉管柱脫水，並以正己烷 20 mL 清洗管柱，合併流出液，減壓濃縮至 5 mL。

2.5.1.5. 穀類及核果類：精確稱取已粉碎至 20 mesh 以下之檢體 50 g，至於攪拌器中，加適量之水及正己烷 100 mL，以高速攪拌 1 分鐘後，以 1500 rpm 離心 10 分鐘，取正己烷層。水層(含殘渣)再以每次 50 mL 之正己烷萃取二次，合併萃取液，減壓濃縮至 5 mL。

2.5.2. 皂化：

取 2.5.1.節所得之檢體(或濃縮液)置於皂化瓶中，加 1N 氫氧化鈉酒精溶液 50 mL，在沸騰水浴中加熱迴流 1 小時後，冷卻至 50°C，加正己烷 50 mL，充分振搖後，冷卻至室溫，移入分液漏斗中，加水 25 mL 及乙醇、正己烷(1:1)之混合液 20 mL，激烈振搖靜置分層後取正己烷層，水層再以每次 50 mL 之正己烷萃取二次。合併萃取液，以每次 100 mL 之水洗滌三次後，以無水硫酸鈉管柱脫水，並以正己烷 20 mL 清洗管柱，合併流出液，減壓濃縮至 5 mL。

2.5.3. 淨化：

取 3 g 矽膠，加適量正己烷充分混合後，填充於內徑 1 cm，長 30 cm 之層析管中，上層覆以 2 g 之無水硫酸鈉，再以正己烷 20 mL 沖洗，調整流速為 3 mL/min。俟矽膠層析管中無水硫酸鈉上部之正己烷將流盡時，再將 2.5.2.節之 5 mL 濃縮液徐徐注入層析管中，濃縮液以每次 5 mL 之正己烷清洗二次，洗液待無水硫酸鈉上部之濃縮液將流盡時再注入層析管中，並以少量之正己烷清洗層析管內壁，待無水硫酸鈉上部之正己烷將流盡時，以正己烷溶離，捨棄最初溶離液 30 mL，收集其後之溶離液 100 mL，減壓濃縮至 5 mL 供作檢液。

2.6. 鑑別試驗：

將 2.5.3.節之檢液以二種以上之層析管進行氣相層析，所得之氣相層析圖譜與標準溶液者相互比較，其波峰型態(Peak Pattern)

若與標準溶液所得者符合一致，即表示檢液中含有多氯聯苯，且類似該標準溶液所含者。

氣相層析測定條件：

檢出器：電子捕獲檢出器。

層析管溫度：180°C

注入器溫度：200~210°C

檢出器溫度：200~210°C

移動相氣體及流速：N₂，30 mL/min

2.7. 含量測定：

將與檢液所含多氯聯苯一致之標準溶液調製各種不同濃度，以各濃度對其在氣相層析圖上之波峰總高度製成檢量線，依檢液之氣相層析圖中與標準溶液相同滯留時間之波峰高度總和(註三)由檢量線求出多氯聯苯之含量。

註一：矽膠使用前應以 130°C 加熱 7 小時後置乾燥器中冷卻備用。因矽膠種類甚多，活性各異，使用時宜先用多氯聯苯標準溶液依 2.5.3. 節之步驟操作，以測出應捨棄及收集之溶離液量。

註二：器具應經正己烷、丙酮等充分洗淨備用。

註三：檢液之氣相層析圖譜中與 DDE [1,1-dichloro-2,2-bis(p-chlorophenyl)ethylene] 相同滯留時間之波峰不予計算。

參考文獻：

日本藥學會。1980。日本衛生試驗法註解。