

中華民國國家標準

CNS

## 飼料中多氯聯苯之定量法

總號 6940

類號 N4065

## Method of Test for PCB in Feeds

1. 適用範圍：本標準規定飼料中多氯聯苯之檢驗方法。
2. 試藥之調製<sup>(1)</sup>：
  - 2.1 標準+氯化聯苯 (decachlorobiphenyl) 液：精確稱取 25 mg +氯化聯苯 [C<sub>12</sub>Cl<sub>10</sub>] 置於 250 ml 之量瓶中，加部份之苯 (Benzene) 搖溶，繼加苯至刻度，以供作標準+氯化聯苯原液之用 (該液 1ml 中含有 C<sub>12</sub>Cl<sub>10</sub> 100 $\mu$ g)。將各一定量之原液以苯稀釋，調製為標準+氯化聯苯液。
  - 2.2 圓柱層析法用充填劑：
    - 2.2.1 矽酸鎂：合成矽酸鎂 (粒徑149~250 $\mu$ ) 以 130°C 乾燥 3 小時以上後，置於乾燥器內放冷備用。
    - 2.2.2 矽膠 (Silica gel) (粒徑 44~149 $\mu$ )：以130°C 乾燥後，加入相當於乾燥矽膠之 3% 左右的水<sup>(2)</sup>混勻，放置一夜。
    - 2.2.3 矽藻土 (粒徑 5~40 $\mu$ )：取矽藻土 200 g 於 5 隻燒杯，加入鹽酸 (1+1) 3 l 混勻，放置一夜。此種矽藻土以玻璃濾過器 (G2) 濾過，以溫水洗淨。次用酒精，醋酸乙酯 (Ethylacetate)、正己烷各 2 l 順序洗淨後，風乾備用。
3. 步驟
  - 3.1 萃取：精確稱取試樣 10~50 g (W<sub>0</sub>) 於萃取用杯內，加入氫代甲烷 (acetonitril) 與水 (65+35) 溶液 350 ml，用均質機以高速 5 分鐘混合萃取後，以玻璃濾過器 (G 2) 過濾之。取一定量 (V<sub>1</sub>)<sup>(3)</sup> 之濾液於 1 l 分液漏斗，加正己烷 100 ml，經 2 分鐘振盪後，加入飽和食鹽水 10 ml 及水 600 ml，再經 30 秒鐘劇烈振盪。靜置後，捨棄下層液，上層液各用水 100 ml 洗淨三次<sup>(4)</sup>。將正己烷相之液量以具有玻璃塞之量筒測量後 (設為 V<sub>2</sub>)，加入適量之無水硫酸鈉脫水，而備用於矽酸鎂圓柱層析法。
  - 3.2 矽酸鎂圓柱層析法：將矽酸鎂 25 g 填充於圓柱 (內徑 22 mm，長度 300 mm，附玻璃過濾板)，輕予振落，其上置無水硫酸鈉約 1.5 cm 高。流入約 80 ml 正己烷用以洗淨矽酸鎂後，將 3.1 節之萃取液流入圓柱內，其流出速度控制在每分鐘 5 ml。加入少量之正己烷，用以流洗容器及圓柱內壁後流出，在液面達到充填劑上方 3 mm 高度時，加入乙醚-正己烷混合液 (6+94) 200 ml 溶出之。將溶出液置於 50°C 水浴槽上減壓濃縮至約 5 ml<sup>(5)</sup>，供為矽膠圓柱層析法之用。
  - 3.3 矽膠圓柱層析法：稱取矽藻土 5 g 及矽膠 20 g 於 200 ml 燒杯，混加正己烷約 80 ml 使呈稀泥狀，流入圓柱 (內徑 22 mm，長度 300 mm 附玻璃過濾板)。以少量正己烷洗落附於圓柱內壁之矽膠後，繼續流下直至正己烷之液面達到充填劑上方約 3 mm 處。圓柱之下端置 300 ml 接受器，然後將 3.2 節所得濃縮液緩緩流入矽膠圓柱，以少量之正己烷清洗容器及圓柱內壁。當液面達到充填劑上方 3 mm 處時，以正己烷 250 ml 溶出之。將溶出液於 50°C 水浴槽上減壓濃縮至約 5 ml<sup>(5)</sup>，供作+氯化聯苯合成之用。
  - 3.4 +氯化聯苯之合成：取 1~2 ml 矽膠圓柱溶出液<sup>(6)</sup>於反應管，加氯仿數滴，於 80°C 以上之水浴槽上約濃縮為 0.1 ml<sup>(7)</sup>，再加氯仿 2 ml，依同樣操作約濃縮為 0.1 ml，將此操作反覆一次。然後加五氯化銻 0.2 ml，密封後，以 165°C~175°C 加熱一夜。放冷後開封，緩緩加入鹽酸 (1+1) 1~3 滴<sup>(8)</sup>，再加鹽酸 (1+1) 1 ml。將反應管之內容物用鹽酸 (1+1) 5 ml，再用正己烷 15 ml 移入第一個 30 ml 分液漏斗。振盪後將鹽酸相移入第二個 30 ml 分液漏斗，加入正己烷 15 ml 振盪之，再將鹽酸相移入第三個 30 ml 分液漏斗，加入正己烷 15 ml 振盪之。將第一、第二、第三個分液漏斗之正己烷相收集於 100 ml 分液漏斗，各加水 20 ml 洗淨二次。將正己烷相以 10% 碳酸氫鈉水溶液 20 ml 洗淨一次，並各加水 20 ml 洗淨二次。將正己烷相通入圓柱 (內徑 22 mm，長度 300 mm，附玻璃過濾板，且充填無水硫酸鈉 10 cm 高者) 脫水之，以少量正己烷清洗分液漏斗及圓柱內壁。再以正己烷 100 ml 將+氯化聯苯溶出。溶出液中加入甲醇數滴，於 50°C 水浴槽上減壓濃縮至 5 ml，供作氣相層析法之試樣液。
  - 3.5 氣相層析法：取定量之各濃縮標準+氯化聯苯液，以微量注射器注入，得各濃度之尖峯面積。其次將試樣液注入，依同樣所得面積由絕對檢量線法求出+氯化聯苯之含量。

(共 2 頁)

公布日期  
70 年 1 月 27 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期  
年 月 日

印行日期 94 年 10 月

本標準非經本局同意不得翻印

甲 4 (210×297)