

中華民國國家標準

CNS

飼料添加物檢驗法

— 二丁基羥基甲苯與丁基羥基甲氧苯之測定

總號 9027

類號 N4097

Method of Test for Feed Additives: Determination of Dibutyl Hydroxy Toluene (BHT) and Butyl Hydroxy Anisol (BHA)

1. 適用範圍：本標準規定配合飼料中飼料添加物二丁基羥基甲苯與丁基羥基甲氧苯之檢驗法。
2. 儀器：
 - 2.1 氣相色層分析儀：裝有火焰離子化檢測器 (Flame ionization detector, FID)。操作條件為：
 - (1)溫度：層析管 160°C，檢測器 210°C，樣品注入部 200°C。
 - (2)氮氣流速：使 QF-1 層析管可以在 3~4 分內溶離 BHT 或使 Apiezon 層析管可以在 3~4 分內溶離 BHA。
 - (3)氫氣流速：5% Apiezon 層析管約 40ml/分鐘。
10%QF-1 層析管約 25ml/分鐘。
 - (4)空氣流速：約 340ml/分鐘。
 - (5)驗電計 (Electrometer) 靈敏度：500 × (5 × 10⁻¹⁰ 安培可得全標度偏移)，配 1 mv 的記錄器，如需要可調整氫和空氣的流速，或者調整驗電計靈敏度，使 0.1μg BHA 可獲得50%的偏移度；繼續注入等量的標準混合物，直到獲得穩定的尖峰高度。
於 Apiezon 層析管 (1.2m × 4mm) 依序會出現 BHA, BHT, di BHA。
QF-1 層析管 (1.8m × 4mm) 依序會出現 BHT, BHA, di BHA。
 - 2.2 GLC 層析管：
 - (1)玻璃管 (1.2m × 4mm) 裝液相 Apiezon L，另一玻璃管 (1.8m × 4mm) 裝液相 QF-1 Silicone oil；使用擔體為 80~100 目細度的 Gas-chrom Q (Applied science laboratories)。以二氯二甲基甲矽烷 (dichlorodimethyl silane) 洗層析管內材料及少量玻璃棉後，再以甲醇洗，然後乾燥。(注意：二氯二甲基甲矽烷有毒，不可觸及眼睛和皮膚，應使用有效的除氣設備。)
 - (2)緩慢撒約 50g Gas-Chrom Q 到幾乎盛滿四氯化碳 (CCl₄) 的 800ml 燒杯中，使用真空吸引與安全瓶除去留於表面的細顆粒，傾去溶劑，乾燥之。
 - (3)20.0g 乾燥 Gas-Chrom Q 移入 500ml 圓底瓶中，加 100ml 氯仿 (CHCl₃) 或二氯甲烷 (CH₂Cl₂)，並加含有一公克 Apiezon 或 2 公克 QF-1 之 50ml CHCl₃ 或 CH₂Cl₂ 溶液，並溫和混合均勻後。使用旋轉式真空蒸發器和水浴蒸乾之。(CH₂Cl₂ 用 35°C, CHCl₃ 用 70°C。)
 - (4)以少量玻璃棉塞入層析管出口。出口處施以真空，由入口處慢慢添加填充劑 (1.2m 管用 Apiezon L/Gas-Chrom Q; 1.8m 管用 QF-1/Gas Chrom Q) 稍微輕擊管壁，使裝填緊密，裝填至距注入部加熱區的 1cm 內。以細玻璃棉塞住，於 200°C 下通低流速氮氣 (約 10ml/min)，調節 3 天或直到獲得穩定基線為止。
 - 2.3 色析柱：25 × 200mm 附有小滴口端 (6mm 外徑，50mm 長) 的玻璃管，可附一中等孔隙的濾板，不附濾板亦可，另備一與管徑相合的裝填棒。
 - 2.4 細玻璃棉：以二硫化碳 (CS₂) 洗後，乾燥。
3. 試劑：
 - 3.1 二硫化碳 (CS₂)：試劑級，近乎無色；若呈黃色，須先蒸餾方能使用。
 - 3.2 BHA, BHT 和 di-BHA 的標準混合液：BHA, BHT 和 di-BHA 各 0.02μg/μl 於 CS₂ 中；BHA, BHT 各 1.00mg 溶於少量 CS₂ 中；加 10.0ml 內部標準液，並以 CS₂ 稀釋至 50ml，或者以 CS₂ 稀釋最高濃度溶液以調配之。配製新藥貯於低光化學線玻璃瓶中。
 - 3.3 內部標準液：0.1μg di-BHA/μl CS₂。配新藥，貯於低光化學線玻璃瓶中。
 - 3.4 二氯二甲基甲矽烷 (dichlorodimethylsilane, SiCl₂(CH₃)₂) 液：取 5ml SiCl₂(CH₃)₂ 以甲苯稀釋至 100ml。
4. 測定：所有溶液均應避免光照，在 1 天內完成分析，選擇其中 1 根層析管進行分析。
 - 4.1 磨細飼料使通過 0.8mm 篩網，混合均勻。必要時，磨細的樣品可在氮氣下冷凍貯藏數日。
 - 4.2 若需要，加少量玻璃棉於色析柱底部，加入 20.0g 樣品；此時無須使用溶劑，以填充桿壓緊，然後加上玻璃棉壓緊。

(共 2 頁)

公布日期
71 年 6 月 17 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)