

§12049

果膠(草案)

§16031

Pectins

1. 外觀：白色、淡黃、淺灰或淺褐色粉末。

2. 鑑別：1. 果膠試驗：

(1)檢品溶液之調製：取檢品0.05 g，以2-丙醇潤濕之，加水50 mL，於磁石攪拌器上，以0.5 M氫氧化鈉溶液調整pH值至12，停止攪拌並維持15分鐘，再以0.5 M鹽酸溶液調降pH值至7.0，加水使成100 mL，供作檢品溶液。

(2)測定法：依下表於1 cm石英比色管中配製待測物，充分振搖後，於0及10分鐘測定235 nm之吸光度，並依下列計算公式求出 A_0 及 A_{10} ，由於不飽和產物量與吸光度之變化($A_{10}-A_0$)成正比，該值應大於0.023。而其它膠之吸光度則無變化，以此與其它膠區別。

	緩衝溶液 (pH 7.0) *	檢品溶液	去離子水	酵素溶液**
酵素空白	0.5 mL	1.0 mL	1.0 mL	-
檢品空白	0.5 mL	-	1.5 mL	0.5 mL
檢品	0.5 mL	1.0 mL	0.5 mL	0.5 mL

*取三(羥甲基)胺基甲烷

[tris(hydroxymethyl)aminomethane] (如TRIZMA Base, Sigma) 6.055 g及氯化鈣(calcium chloride dihydrate)

0.147 g，以水溶解使成1 L，以1 M鹽酸調整pH值至7.0。

**純果膠解離酶(pectate lyase)以緩衝溶液(pH 7.0)以1:100比例稀釋。

$$A_0 \text{ (0分鐘之吸光度)} = \text{檢品} - (\text{酵素空白} + \text{檢品空白})$$

$$A_{10} \text{ (10分鐘之吸光度)} = \text{檢品} - (\text{酵素空白} + \text{檢品空白})$$

2. 醃胺基試驗：取檢品0.5 g，精確稱定，加濃鹽酸2 mL及60%乙醇50 mL，旋渦混合20分鐘。以玻璃過濾器過濾，再以鹽酸-60%乙醇混合溶液每次10 mL沖洗6次，將濾渣溶於水100 mL中，必要時可加0.1 M氫氧化鈉溶液數滴幫助溶解。取此溶液4 mL置於試管中(建議內徑15.5 mm × 長度146 mm)，加5 M氫氧化鈉溶液1 mL混合並形成凝膠。將硼酸試液[取硼酸5 g，以水500 mL溶解，加入指示劑(取甲基紅67 mg及溴甲酚綠33 mg，溶於96%乙醇100 mL中)]

25 mL及乙醇200 mL，加水使成1000 mL。取此溶液5 mL，滴加0.01 N氫氧化鈉溶液不超過3滴，液色必須由紅色變綠色。] 2.5 mL加入小玻璃管(建議內徑7.8 mm × 長度79 mm)中，使此玻璃管滑入試管中，以石蠟膜封閉，並於30°C反應過夜。若有醃胺基存在，將釋放氨氣，指示劑會由紅色變為綠色，此限於醃胺果膠之測試。

3. 乾燥減重：本品於105°C乾燥2小時，其減失重量應在12%以下(附錄A-3)。

4. 二氧化硫：取本品1~2 g，精確稱定，按照衛生福利部公告「食品中二氧化硫之檢驗方法」進行分析，其所含二氧化硫應在50 mg/kg以下。

5. 溶劑殘留：利用頂空氣相層析法測定檢品中甲醇、乙醇及異丙醇之含量，其所含甲醇、乙醇及異丙醇之總殘留量，應在1%以下。

(1)標準原液之配製：

於1000 mL容量瓶中加入水500 mL，分別取甲醇、乙醇及異丙醇各5 g (W_{standard})，精確稱定，以水定容至1000 mL，供作標準原液。

(2)內部標準溶液之配製：

於1000 mL容量瓶中加入水500 mL，取2-丁醇5 g，精確稱定，以水定容至1000 mL，供作內部標準溶液。

(3)檢品溶液之調製：

將檢品混勻，取約1 g (W_{sample})，精確稱定，置於100 mL燒杯中，加入蔗糖5 g，混合均勻。於裝有磁石攪拌子之100 mL錐形瓶中，加入水95 mL及內部標準溶液1.0 mL，一邊快速攪拌，一邊緩慢加入果膠-蔗糖混合物，塞住錐形瓶，持續攪拌2小時直至果膠完全溶解，供作檢品溶液。於頂空分析瓶稱取檢品溶液1 g (M_{sample})，精確稱定，以氣相層析儀進行分析。

(4)校準溶液之配製：

精確量取標準原液及內部標準溶液各2 mL，置於200 mL容量瓶中，以水定容至200 mL，供作校準溶液。於頂空分析瓶稱取校準溶液1 g (M_{standard})，精確稱定，以氣相層析儀進行分析。

(5)測定法：

將檢品溶液及校準溶液之頂空分析瓶置於頂空進樣器上，

依下列條件進行分析。就檢品溶液與校準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式分別求出檢品中甲醇、乙醇或異丙醇之含量(%)：

檢品中甲醇、乙醇或異丙醇之含量(%)

$$= \frac{R_{\text{sample}} \times W_{\text{standard}} \times M_{\text{standard}}}{R_{\text{standard}} \times W_{\text{sample}} \times M_{\text{sample}} \times 1000} \times 100$$

R_{sample} ：檢品溶液中甲醇、乙醇或異丙醇與內部標準品之相對波峰面積

R_{standard} ：校準標準溶液中甲醇、乙醇或異丙醇與內部標準品之相對波峰面積

W_{standard} ：乙醇、異丙醇或甲醇標準品之稱重量(g)

W_{sample} ：檢品之取樣重(g)

M_{standard} ：校準溶液之採取量(g)

M_{sample} ：檢品溶液之採取量(g)

頂空進樣條件^(註)：

檢品加熱溫度：70°C。

檢品加熱時間：10 min。

頂空進樣針溫度：80°C。

轉移溫度：80°C。

注入量：1.0 mL。

注入模式：分流。

氣相層析條件^(註)：

檢出器：火焰離子檢出器。

層析管：DB-wax毛細管(膜厚1 μm，內徑0.53 mm × 0.8 m)串聯DB-1毛細管(膜厚5 μm，內徑0.53 mm × 30 m)，或同級品。

層析管溫度：初溫：35°C，5 min；

升溫速率：5°C/min；

終溫：90°C，6 min。

注入器溫度：140°C。

檢出器溫度：300°C。

載流氣體及流速：氮氣，208 kPa，5 mL/min。

註：上述條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

6. 酸不溶性灰：取本品3 g，精確稱定，置於坩堝中，於低溫(約550°C)熾灼直至完全灰化為止。所得之殘渣加稀鹽酸(10%) 25 mL，煮沸5分鐘，以無灰濾紙過濾，經熱水洗滌，於 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 熾灼，冷卻後稱重，其重量應在1%以下。

7. 總不溶物：將70 mm玻璃纖維濾紙[GF/B (Whatman代碼1821070)，或同級品]於 105°C 乾燥1小時，濾紙置於乾燥器中冷卻後稱重(M_1)。取檢品約1 g (S)，精確稱定，置於250 mL燒杯中，加入2-丙醇5 mL以分散檢品，於磁石攪拌下，加入含0.1% (w/w) 乙二醇四乙酸(鈉鹽)之0.03 M氫氧化鈉100 mL，於室溫攪拌約30分鐘，再加熱至沸騰(如產生過多泡沫，則移開熱源)，趁熱以玻璃纖維濾紙抽真空過濾，燒杯以預經GF/B過濾之溫水(約 50°C) 100 mL分5次沖洗，洗液一併過濾，將濾紙於 105°C 乾燥1小時，移至乾燥器中冷卻後稱重(M_2)。依下列公式計算總不溶物，其總不溶物應在3%以下。

$$\text{總不溶物}(\%) = [(M_2 - M_1) / S] \times 100$$

8. 氮含量：取本品，依2.2.醃胺基試驗以酸及乙醇洗後，按照氮測定法(附錄A-22)測定之，其氮含量應在2.5%以下。

9. 半乳糖醛酸：本品以不含灰分乾基計算，半乳糖醛酸含量應在65%以上。

(1)取檢品5 g，精確稱定，置於燒杯中，加入濃鹽酸5 mL及60%乙醇100 mL之混合溶液，攪拌10分鐘，轉移至玻璃過濾管(容量為30至60 mL)中，以鹽酸-60%乙醇混合溶液每次15 mL清洗6次，再以60%乙醇清洗，直至濾液中不含氯化物，最後再以乙醇20 mL清洗，於 105°C 乾燥2.5小時，冷卻並稱重。取此乾燥檢品總淨重之10% (相當於未洗之檢品0.5 g)置至250 mL錐形瓶中，並以乙醇試液(於無水乙醇中加入約0.1%高錳酸鉀及0.1%氫氧化鉀，並於全玻璃裝置中蒸餾，取餾出液360 mL及水150 mL，混合均勻) 2 mL潤濕檢品，加入新煮沸後冷卻之水100 mL，塞住錐形瓶且不時搖晃直至溶解，加入酚酞試液5滴，以0.1 N氫氧化鈉溶液滴定，記錄該值作為初始滴定量(V_1)。

(2)於上述溶液精確加入0.5 N氫氧化鈉溶液20 mL，塞住錐形瓶，劇烈搖晃後靜置15分鐘，加入0.5 N鹽酸溶液20 mL，搖晃直至粉紅色消失，以0.1 N氫氧化鈉溶液滴定至淺粉紅色，劇烈搖晃後顏色維持不變，記錄該值作為皂化滴定

量(V_2)。

(3)將上述錐形燒瓶中之內容物移至凱氏氮蒸餾裝置之500 mL蒸餾燒瓶中，接收瓶內裝有已去除二氧化碳之水150 mL及0.1 N鹽酸20 mL之混合溶液，用小漏斗中加入氫氧化鈉溶液(1→10) 20 mL至蒸餾瓶中，密封連接處，開始小心加熱蒸餾燒瓶以避免產生過多氣泡，持續加熱直至收集餾出液80~120 mL。於接收瓶中加入幾滴甲基紅試液，用0.1 N氫氧化鈉溶液滴定，以S表示滴定量(mL)。以0.1 N鹽酸溶液20.0 mL進行空白試驗，並以B表示滴定量(mL)，醃胺之滴定量為(B-S)。

(4)取9.(1)乾燥檢品總淨重之10% (相當於未洗之檢品0.5 g)，置於50 mL燒杯中，以乙醇2 mL潤濕，及以0.1 N氫氧化鈉溶液30 mL溶解，於室溫攪拌1小時，將此皂化之果膠溶液移至50 mL容量瓶中，並以水定容。取此溶液25 mL移至蒸餾設備中，加入Clark溶液(取七水合硫酸鎂100 g及濃硫酸0.8 mL，以水溶解後使成180 mL) 20 mL。該設備由連接到圓底燒瓶之蒸汽產生器及冷凝管組成，蒸汽產生器及圓底燒瓶均裝有加熱包。將裝有檢品之圓底燒瓶加熱蒸餾，收集前餾出液15 mL於量筒中，再持續蒸餾直至以200 mL燒杯收集餾出液150 mL為止。針對前餾出液15 mL，用0.05 N氫氧化鈉溶液滴定至pH 8.5，並記錄所需之體積A (mL)。以水25 mL進行空白試驗，記錄所需之體積 A_0 (mL)，乙酸酯之滴定量為(A- A_0)。

(5)利用以下公式計算檢品中半乳糖醛酸之含量(%)^(註)：

$$19.41 \times [V_1 + V_2 + (B - S) - (A - A_0)] \times \frac{1000}{X}$$

X：經酸及乙醇清洗並乾燥之檢品重(mg)

註1：若果膠是非醃胺化類型，則僅需測定 V_1 及 V_2 ，並將(B - S)視為零。

註2：對於來自蘋果或柑橘之果膠，於計算半乳糖醛酸及醃胺化比例時，其(A - A_0)中A與 A_0 差異不大。

註3：若有需求，可依下列公式計算酯化比例(以羧基總量之百分比計)：

$$100 \times \frac{V_2 - (A - A_0)}{V_1 + V_2 + (B - S) - (A - A_0)}$$

註4：若有需求，可依下列公式計算乙酸酯比例(以來自半乳糖醛酸之羧基總量之百分比計)：

$$100 \times \frac{A - A_0}{V_1 + V_2 + (B - S) - (A - A_0)}$$

10. 醯胺化比例：取本品同9.半乳糖醛酸之測定，利用下列公式計算醯胺化比例，其佔果膠羧基總量應在25%以下。

$$100 \times \frac{B - S}{V_1 + V_2 + (B - S) - (A - A_0)}$$

11. 鉛：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告「重金屬檢驗方法總則」進行分析，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。

參考文獻：

FAO. 2009. Pectins monograph 7. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph7/additive-306-m7.pdf]