

食品中氟離子及氯離子之檢驗方法
Method of Test for Fluoride and Chloride in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於嬰兒配方奶粉及特定疾病配方食品中氟離子(F^-)及氯離子(Cl^-)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效離子層析儀(high performance ionic chromatograph, HPIC)分析之方法。

2.1. 裝置：

2.1.1. 高效離子層析儀：

2.1.1.1. 檢出器：電導度檢測器(conductivity detector, CD)。

2.1.1.2. 層析管：IonPac™ AS15，9 μm ，內徑4 mm × 25 cm，或同級品。

2.1.1.3. 保護管：IonPac™ AG15，9 μm ，內徑4 mm × 5 cm，或同級品。

2.1.1.4. 陰離子自我再生型抑制器：AERS 500，4 mm，或同級品。

2.1.2. 振盪器(Shaker)。

2.1.3. 離心機(Centrifuge)：可達4300 ×g以上者。

2.1.4. 固相真空萃取裝置(Solid phase extraction vacuum manifolds)。

- 2.2. 試藥：氫氧化鈉、二氯甲烷及甲醇均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 M Ω ·cm以上)；氟離子(1000 $\mu g/mL$)及氯離子(1000 $\mu g/mL$)對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 容量瓶：10 mL及25 mL。

2.3.2. 離心管：50 mL，PP材質。

2.3.3. 固相萃取匣：Sep-Pak® Plus C₁₈，0.36 g，或同級品。

2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 μm ，Nylon材質。

2.4. 移動相溶液之調製：

2.4.1. 移動相溶液A：

稱取氫氧化鈉8 g，以去離子水溶解使成2000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作動相溶液A。

2.4.2. 移動相溶液B：去離子水。

2.5. 標準溶液之配製：

取氟離子及氯離子對照用標準品各0.1 mL及2 mL，分別以去離子水定容至10 mL，作為標準原液，冷藏儲存。臨用時取適量各標準原液混

合，以去離子水稀釋至氟離子0.01~1 µg/mL及氯離子1~100 µg/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

2.6.1. 萃取：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，加去離子水20 mL，振盪5分鐘，以去離子水定容至25 mL。取10 mL至離心管中，加入二氯甲烷3 mL，振盪5分鐘，以4300 ×g離心5分鐘，取上清液，供淨化用。

2.6.2. 淨化：

取2.6.1.供淨化用溶液5 mL，注入預先以甲醇10 mL及去離子水15 mL潤洗且排淨之固相萃取匣，棄流出液前2 mL，收集剩餘流出液，以濾膜^(註)過濾供作檢液。

註：濾膜使用前應先以去離子水3 mL潤洗，過濾時再以流出液1 mL潤洗。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各100 µL，分別注入高效離子層析儀中，依下列條件進行分析。就檢液與標準溶液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氟離子或氯離子之含量(mg/100 g)：

$$\text{檢體中氟離子或氯離子之含量(mg/100 g)} = \frac{C \times V}{M \times 10}$$

C：由標準曲線求得檢液中氟離子或氯離子之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效離子層析測定條件^(註)：

檢出器：電導度檢出器。

層析管：IonPac™ AS15，9 µm，內徑4 mm × 25 cm。

保護管：IonPac™ AG15，9 µm，內徑4 mm × 5 cm。

陰離子自我再生型抑制器：AERS 500，4 mm。

層析管溫度：30°C。

注入量：100 µL。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
---------	-------	-------

0 → 5	5 → 5	95 → 95
5 → 19	5 → 60	95 → 40
19 → 29	60 → 60	40 → 40
29 → 30	60 → 5	40 → 95
30 → 40	5 → 5	95 → 95

移動相流速：1.0 mL/min。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

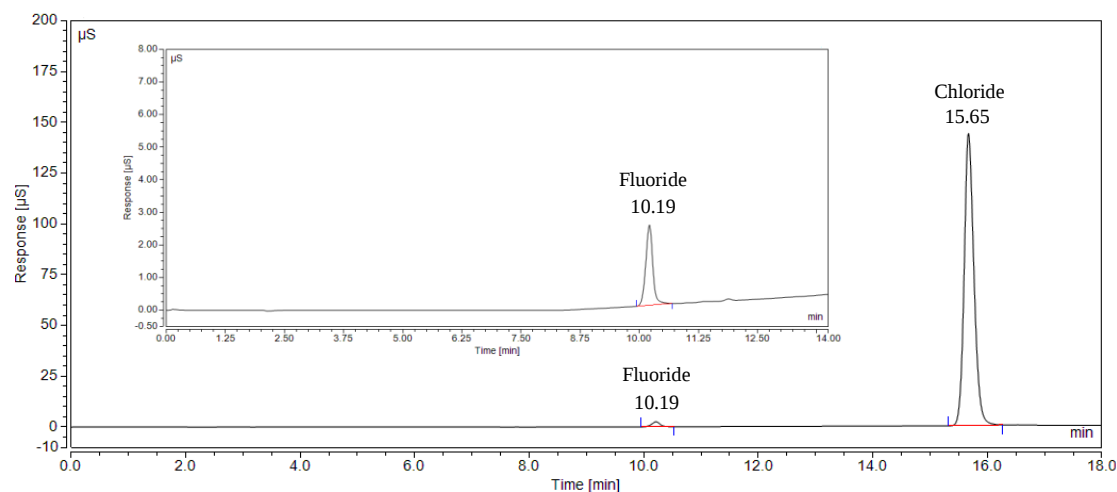
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，氟離子為0.025 mg/100 g，氯離子為2.5 mg/100 g。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Dongli, L., Qun, X. and Rohrer, J. 2016. Determination of anions in breast milk. Thermo Scientific Application Note 1112. AN71331-EN 0115S.

參考層析圖譜



圖、氟離子及氯離子標準品之 HPIC 圖譜