

§03015

混合濃縮生育醇

Tocopherols Concentrate, Mixed

1.含量：高阿爾發類(high- α type)者：總生育醇含量不得低於 50.0%，且其中 d- α -生育醇($C_{29}H_{50}O_2$)含量不得低於總生育醇量之 50.0%，而 d- β -，d- γ -($C_{28}H_{48}O_2$)與 d- δ -生育醇($C_{27}H_{46}O_2$)量之總和不得低於總生育醇量之 20.0%；低阿爾發類(low- α type)者：總生育醇含量不得低於 50.0%，且其中 d- β -，d- γ -與 d- δ -生育醇之總和不得低於總生育醇量之 80.0%。

2.性狀：混合濃縮生育醇概分兩類：高阿爾發與低阿爾發類。皆由食用植物油製品以減壓蒸汽蒸餾法(vacuum steam distillation)製得，且均含一定最低限量之總生育醇，唯其 d-生育醇(d-tocopherols)之含量則各異。高阿爾發類者含相對較高量之 d- α -生育醇，因此可被視為是一種維生素 E(vitamin E)，同時亦是一種抗氧化劑，低阿爾發類則含相對較高量之 d- β -，d- γ -與 d- δ -生育醇，而 d- α -生育醇之含量則較少，因此不被視為一種維生素 E，而僅被視為是一種抗氧化劑。上述二類為調整所需之總生育醇含量，可加入一種食用植物油，且各型(forms)生育醇可經由適當之物理或化學方法加以調整。

本品外觀呈棕紅～紅色，透明而具黏性之油狀物，帶溫和之特異臭及味。本品可能呈現微結晶型臘狀成分之輕微分離現象；在空氣中及曝於光線下，會慢慢氧化而變暗色，於鹼性介質中尤然。本品不溶於水，可溶於酒精；與丙酮、氯仿、乙醚及植物油可互相混合。

3.鑑別：

(1)取本品約 50 mg 溶於無水酒精 10 mL 中，然後一邊旋拌，一邊加入硝酸 2 mL，並於 75°C 下加熱 15 分鐘，則此溶液呈現鮮紅～橙色。

(2)高阿爾發類：檢品溶液層析譜之主峰(溶媒峰除外)滯留時間與標準品一致，且均與分析時之內部標準品(internal standard)峰成比例。

低阿爾發類：檢品溶液層析譜之第三主峰(在內部標準品峰之正前一個出現之波峰)滯留時間與標準製品一致，且均與分析時之內部標準品峰成比例。

4.酸度：取本品 1 g，加以酚酞試液為指示劑經 0.1N 氫氧化鈉中和之乙醇與乙醚等容混液 25 mL，加酚酞試液 0.5 mL，用 0.1N 氫氧化鈉

滴定至液呈淡紅色持續 30 秒，其 0.1N 氫氧化鈉液消耗量不得超過 1.0 mL。

5. 重金屬：取本品 0.5 g，按照重金屬檢查第Ⅱ法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 0.004% 以下。
6. 鉛：取本品 1.0 g，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在 10 ppm 以下。
7. 比旋光度：取相當於 100 mg 總生育醇之本品，精確稱定，置於分液漏斗中加乙醚 50 mL 溶解之。再加溶於氫氧化鈉溶液(1→125)之 10% 鐵氰化鉀溶液 20 mL，振搖 3 分鐘，以每次水 50 mL 洗乙醚層 4 次，洗液棄之，乙醚層用無水硫酸鈉脫水後在水浴上減壓濃縮至約剩 7~8 mL，離開水浴，趕走殘餘的乙醚後，立即將殘渣溶於異辛烷(isooctane) 5.0 mL 中，按照旋光度測定法(附錄 A-11)測定之，其比旋光度 $[\alpha]_D^{25}$ = 高阿爾發類者不得低於 +24°；低阿爾發類者不得低於 +20°。

8. 含量測定：

(1) 內部標準溶液製備：

取 hexadecyl hexadecanoate 約 60 mg，精確稱定，置於 200 mL 容量瓶中，以吡啶，無水丙酸(2：1)定容至 200 mL，作為內部標準品溶液。

(2) 標準溶液製備：

取 α -生育醇標準品各約 12、25、37 及 50 mg，精確稱定，分別置於有 19/8 磨砂玻璃瓶頸的 50 mL 三角瓶中，並分別加入內部標準品 25.0 mL，混合後在水凝式凝裝置迴流 10 分鐘，作為標準溶液。

(3) 檢品溶液製備：

取約 60 mg 之本品，精確稱定，置於另一 50 mL 三角瓶中，加入內部標準品 10.0 mL 混合，在與製備標準溶液之同樣裝置下迴流 10 分鐘，作為檢品溶液。

(4) 定量：

先注入標準溶液 2-5 μ L 於氣相層析儀中，計算相對表現係數 F

$$F = \frac{A_S}{A_I} \times \frac{C_I}{C_S}$$

A_S = 標準溶液中丙酸 α -生育醇酯之波峰面積

A_I = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之波峰面積

C_S = 標準溶液中丙酸 α -生育醇酯之濃度(mg/mL)

C_1 = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之濃度(mg/mL)

F 值為經連續注射所求得之常數 (三次計算值在 2%的範圍內)

再注入檢品溶液(2-5 μ L)於氣相層析儀中，由下列公式計算各種形式生育醇的含量。

$$\delta\text{-生育醇之含量} = \frac{C_1 \times a_{\delta}}{F \times a_1 \times W} \times 100(\%)$$

$$\beta\text{-和 } \gamma\text{-生育醇之含量} = \frac{C_1 \times a_{\beta+\gamma}}{F \times a_1 \times W} \times 100(\%)$$

$$\alpha\text{-生育醇之含量} = \frac{C_1 \times a_{\alpha}}{F \times a_1 \times W} \times 100(\%)$$

F = 相對表現係數

C_1 = 標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之濃度(mg/mL)

a_{δ} = 檢品溶液丙酸 δ -生育醇之波峰面積

$a_{\beta+\gamma}$ = 檢品溶液 β -和 γ -生育醇酯之總波峰面積

a_{α} = 檢品溶液丙酸 α -生育醇酯之波峰面積

a_1 = 檢品溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之波峰面積

W = 檢品重量(g)

氣相層析條件：

檢出器：氬鎢離子化檢出器

層析管：內徑 4 mm，長度 2 m 之硼矽玻璃管柱

層析管用填充劑：酸鹼洗過之矽化矽藻土(80~100 mesh)上覆被有 2~5%之 methyl polysiloxane

層析管溫度：260~280°C

注入器溫度：290°C

檢出器溫度：300°C

移動相氣體流速：調整 hexadecyl hexadecanoate 波峰出現在 12~14 分鐘。

註：定量前先進行氣相層析系統相適性分析；將檢品溶液注入適當的次數作層析，以確定當內部標準品波峰之相對滯留時間為 1.00 時， δ -生育醇酯之波峰滯留時間約 0.5， β -和 γ -生育醇酯之波峰滯留時間約在 0.63，其分離係數 R 不得低於 2.5。