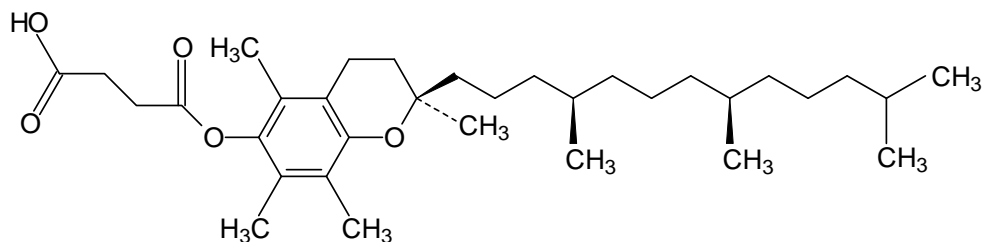


§08025

## 酸式丁二酸 *d*- $\alpha$ -生育醇酯

### *d*- $\alpha$ -Tocopheryl Acid Succinate



分子式： $C_{33}H_{54}O_5$

分子量：530.79

1. 含量：本品所含  $C_{33}H_{54}O_5$  應在 96.0~102.0%。
2. 性狀：本品為維生素 E 之一種，係由食用植物油製品以減壓蒸汽蒸餾及丁二酸酯化製得。  
本品外觀呈白~灰白色之結晶粉末、幾乎無臭、無味，於 75°C 即可熔融。  
本品不溶於水，可溶於乙醇、乙醚、丙酮及植物油，極易溶於氯仿；在空氣中安定，但在鹼性狀況下或加熱時不安定。
3. 鑑別：
  - (1) 將本品依下述第 7 項“比旋光度測定法”製備成測試溶液後，取 10 mL，一邊旋拌，一邊加入硝酸 2 mL，並於約 75°C 下加熱 15 分鐘，則此溶液呈現鮮紅~橙色。
  - (2) 檢品溶液層析譜之主峰(溶媒峰除外)若與分析時之內部標準品(internal standard)波峰比較，其滯留時間(retention time)與標準品者一致。
4. 酸度：取本品 1.0 g，加以酚酞試液為指示劑，預經 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 氫氧化鈉液消耗量應在 18.0~19.3 mL 之間。
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 200 mg  $\alpha$ -生育醇之本品，精確稱定，置於附玻璃蓋之 250 mL 的圓底燒瓶，溶於無水酒精 50 mL 中迴流 1 分鐘，當該液沸騰時，經由冷凝管慢慢加入 1 g 之氫氧化鉀，避免過熱。繼續迴流 20 分鐘，然後不需冷卻，即可經由冷凝管滴加鹽酸 2 mL(當本品在鹼性基質中，為防止被空氣氧化，此步驟是必需的)。放冷，全部移入 500 mL 之分液漏斗中，分別以水及乙醚各 100 mL 洗燒瓶，合併洗液於分液漏斗中，激烈振搖，靜置分層。將上下層分置於兩個分液漏斗中，水層以每次乙醚 50 mL 萃取兩次。合併萃取液於乙醚層。以每次水 100 mL 洗乙醚層 4 次後將乙醚層減壓濃縮至約剩 7~8 mL。自然風乾殘餘的乙醚後，立即將殘渣用硫酸試液-乙醇溶液(1→72)定容至 200 mL，作

為檢品溶液。

精確量取相當於 100 mg  $\alpha$ -生育醇之檢品溶液，置於分液漏斗中加水 200 mL，第一次用乙醚 75 mL 萃取，次以每次乙醚 25 mL 萃取 2 次，合併乙醚萃取液於另一分液漏斗中，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，自然風乾殘餘的乙醚後，立即將殘渣溶於異辛烷(isooctane) 5 mL 中，按照旋光度測定法(附錄 A-11)測定之，其比旋光度 $[\alpha]_{25D}$ 不得低於+24°。

註：比旋光度之測定項使用低—化學線的玻璃器材( Low-actinic glassware)

## 8. 含量測定：

### (1) 內部標準溶液製備：

取 hexadecyl hexadecanoate，精確稱定，使每 mL 正己烷中含 3 mg 之 hexadecyl hexadecanoate 作為內部標準品溶液。

### (2) 標準溶液製備：

取醋酸  $\alpha$ -生育醇酯標準品約 30 mg，精確稱定，溶於內部標準溶液 10.0 mL 中，作為標準溶液。

### (3) 檢品溶液製備：

取約 30 mg 之本品，溶於內部標準溶液 10.0 mL 中，作為檢品溶液。

### (4) 定量：

先注入標準溶液 2~5  $\mu$ L 於氣相層析儀中，計算相對反應係數 F

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

$A_S$ ：標準溶液中醋酸  $\alpha$ -生育醇酯之波峰面積

$A_I$ ：標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之波峰面積

$C_S$ ：標準溶液中醋酸  $\alpha$ -生育醇酯之濃度(mg/mL)

$C_I$ ：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  $\mu$ L)於氣相層析儀中，由下列公式計算醋酸  $dL$ - $\alpha$ -生育醇酯的含量百分比。

$$\text{醋酸 } \alpha\text{-生育醇酯之含量} = \frac{C_I \times a_u}{F \times a_l \times W} \times 100(\%)$$

F：相對表現係數

$C_I$ ：標準溶液中 hexadecyl hexadecanoate 之濃度(mg/mL)

$a_u$ ：檢品溶液醋酸  $\alpha$ -生育醇酯之波峰面積

$a_l$ ：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：氫焰離子化檢出器

層析管：內徑 4mm，長度 2m 之硼矽玻璃管柱

83年10月12日衛署食字第83059688號公告訂定  
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正

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

層析管溫度：240~260°C

注入器溫度：290°C

檢出器溫度：300°C

移動相氣體流速：若使用2%之層析柱，調整為 hexadecyl  
hexadecanoate 波峰出現在18至20分鐘。

若使用5%之層析柱，調整為 hexadecyl  
hexadecanoate 波峰出現在30至32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，當  $\alpha$ -生育醇對照標準品與醋酸  $\alpha$ -生育  
醇酯對照標準品在正己烷中各為 1 mg/mL 時其分離係數 R  
不得低於 1.0。