

§08024

濃縮醋酸 *d*- α -生育醇酯

d- α -Tocopheryl Acetate Concentrate

- 1.含量：**本品所含 $C_{31}H_{52}O_3$ 應在 40.0%以上。
- 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乙酸酯化製得；並可以適當物理或化學方法調整其醋酸 *d*- α -生育醇酯(*d*- α -tocopheryl acetate)含量。
本品為黃褐色、透明而具黏性之油狀物、幾乎無臭。
本品不溶於水，可溶於乙醇，並可與乙醚、丙酮、氯仿及植物油互相混溶；在鹼性狀況下不安定。
- 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，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：**取約含 200 mg α -生育醇之本品，精確稱定，置 150 mL 之圓底附玻璃蓋的燒瓶，溶於無水酒精 25 mL 中，加硫酸試液·乙醇溶液(1→7) 20 mL 於全部為玻璃的迴流裝置 3 小時，要避免光。放冷移入 200 mL 容量瓶中以硫酸試液·乙醇溶液(1→72)定容，作為檢品溶液。
取相當於 100 mg α -生育醇之檢品溶液，精確量取，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) 5.0 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°。
- 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 α -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 醋酸 d- α -生育醇酯之本品，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 μ L 於氣相層析儀中，計算相對表現係數 F

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

A_S ：標準溶液中醋酸 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 ：標準溶液中醋酸 α -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 μ L)於氣相層析儀中，由下列公式計算醋酸 α -生育醇酯的含量百分比。

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

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 α -生育醇酯之波峰面積

a_i ：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

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 $^{\circ}$ C

注入器溫度：290 $^{\circ}$ C

檢出器溫度：300 $^{\circ}$ 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， α -生育醇對照標準品與醋酸 α -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。