

食品中調味劑之檢驗方法－

醋磺內酯鉀、糖精、甘精及環己基(代)磺醯胺酸之檢驗

Method of Test for Flavoring Agents in Foods- Test of Acesulfame Potassium, Saccharin, Dulcin and Cyclamate

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中醋磺內酯鉀(acesulfame potassium)、糖精(saccharin)、甘精(dulcin)及環己基(代)磺醯胺酸(cyclamate)調味劑之檢驗。
2. 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：
 - 2.1.1.2.1. Phenyl, 5 μm , 內徑 4.6 mm $\times$ 15 cm, 或同級品(分析醋磺內酯鉀、糖精及甘精)。
 - 2.1.1.2.2. RP₁₈, 3.5 μm , 內徑 4.6mm $\times$ 10 cm, 或同級品(分析環己基(代)磺醯胺酸)。
 - 2.1.2. 均質機(Homogenizer)。
 - 2.1.3. 振盪器(Shaker)。
 - 2.2. 試藥：乙醇、乙腈及正己烷均採用液相層析級；碳酸氫鈉、磷酸、硫酸及 6%次氯酸鈉溶液均採用試藥特級；醋磺內酯鉀、糖精、甘精及環己基(代)磺醯胺酸鈉對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 抽氣瓶：250 mL。
 - 2.3.2. 布赫納漏斗(Buchner funnel)：直徑 8 cm。
 - 2.3.3. 離心管：15 mL 及 50 mL, PP 材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 μm , Nylon 材質。
 - 2.3.5. 容量瓶：50 mL、100 mL 及 1000 mL。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 50%硫酸溶液：

量取硫酸500 mL緩緩倒入預先冰冷的去離子水400 mL中，冷卻後加去離子水使成1000 mL。
 - 2.4.2. 0.2%磷酸溶液：

量取磷酸 2.3 mL 加去離子水使成 1000 mL。

2.4.3. 0.02%磷酸溶液：

以 2.4.2 節 0.2%磷酸氫鈉溶液稀釋 10 倍製備之。

2.4.4. 5%碳酸氫鈉溶液：

稱取碳酸氫鈉 50 g 溶於去離子水，再加去離子水使成 1000 mL。

2.5. 移動相溶液之調製：

2.5.1. 乙腈與 0.2%磷酸溶液以 12：88 (v/v) 之比例混勻，以濾膜過濾，取濾液，供作醋磺內酯鉀、糖精及甘精分析之移動相溶液。

2.5.2. 乙腈與 0.02%磷酸溶液以 7：3 (v/v) 之比例混勻，以濾膜過濾，取濾液，供作環己基(代)磺醯胺酸分析之移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

2.6.1. 醋磺內酯鉀、糖精及甘精標準溶液：

取醋磺內酯鉀及糖精對照用標準品各約 500 mg，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 100 mL，冷藏，供作標準原液。另取甘精對照用標準品約 500 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至 100 mL，冷藏，供作標準原液。使用時各取適量標準原液混合，以去離子水稀釋至 2~250 µg/mL，供作標準溶液。

2.6.2. 環己基(代)磺醯胺酸標準溶液：

取相當於含環己基(代)磺醯胺酸約 500 mg 之對照用標準品，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 100 mL，冷藏，供作標準原液。使用時取適量標準原液，以去離子水稀釋至 2~250 µg/mL，供作標準溶液。

2.7. 衍生化標準溶液之調製：

取 2.6.2 節不同濃度之標準溶液各 5 mL，分別置於 50 mL 離心管中，依序加入正己烷 5 mL、6%次氯酸鈉溶液 1 mL 及 50%硫酸溶液 1 mL，振盪 1 分鐘，靜置分層。取上層液 3 mL，置於另一 15 mL 離心管中，加入 5%碳酸氫鈉溶液 5 mL，振盪 1 分鐘，靜置分層。取上層液以濾膜過濾，供作分析環己基(代)磺醯胺酸之衍生化標準溶液。

2.8. 檢液之調製：

2.8.1. 萃取：

將檢體細切後，取約 10 g，精確稱定，置於均質機中，加入去離子水 30 mL，靜置 10 分鐘，使組織膨脹後，均質 1 分鐘。以布赫納漏斗抽氣過濾，再以去離子水 15 mL 清洗均質杯殘渣並

過濾，合併濾液，混合均勻，並以去離子水定容至50 mL，以濾膜過濾後，供作檢液。如檢體為液體時，稱取約10 g，精確稱定，加去離子水混合均勻，並以去離子水定容至50 mL，以濾膜過濾後，供作檢液。

2.8.2. 衍生化：

取 2.8.1.節之檢液 5 mL，置於 50 mL 離心管中，依序加入正己烷 5 mL、6%次氯酸鈉溶液 1 mL 及 50%硫酸溶液 1 mL，振盪 1 分鐘，靜置分層。取上層液 3 mL，置於另一 15 mL 離心管中，加入 5%碳酸氫鈉溶液 5 mL，振盪 1 分鐘，靜置分層。取上層液以濾膜過濾，供作分析環己基(代)磺醯胺酸之衍生化檢液。

2.9. 鑑別試驗及含量測定：

2.9.1. 醋磺內酯鉀、糖精及甘精：

精確量取 2.8.1.節之檢液及標準溶液各 20 μ L，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，依下列計算式求出檢體中醋磺內酯鉀、糖精或甘精之含量(g/kg)：

$$\text{檢體中醋磺內酯鉀、糖精或甘精之含量(g/kg)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中醋磺內酯鉀、糖精或甘精之濃度(μ g/mL)

V：檢體經定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長 230 nm。

移動相溶液：依2.5.1節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

2.9.2. 環己基(代)磺醯胺酸：

精確量取 2.8.2.節之衍生化檢液及衍生化標準溶液各 20 μ L，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就衍生化檢液與衍生化標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，依下列計算式求出檢體中環己基(代)磺醯胺酸之含量(g/kg)：

$$\text{檢體中環己基(代)磺醯胺酸之含量(g/kg)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中環己基(代)磺醯胺酸之濃度
($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體經定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長 314 nm。

移動相溶液：依2.5.2節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

- 附註：1. 本檢驗方法之檢出限量醋磺內酯鉀、糖精、甘精及環己基(代)磺醯胺酸皆為 **0.01 g/kg**。
2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。