

食品中防腐劑之檢驗方法-丙酸之檢驗(草案)

Draft Method of Test for Preservatives in Foods –

Test of Propionic Acid

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中丙酸之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取或水蒸氣蒸餾後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 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：Agilent C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 離心機(Centrifuge)：轉速可達 4000 rpm 以上者。
 - 2.1.3. 超音波震盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.1.4. 水蒸氣蒸餾裝置：全型冷卻管之末端接管使達於容量瓶之底部。
 - 2.2. 試藥：磷酸及磷酸氫二銨均採用試藥特級；丙酸對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 離心管：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.2. 容量瓶：50 mL、100 mL、500 mL 及 1000 mL。
 - 2.3.3. 蒸餾瓶：1000 mL。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，Nylon 材質。
 - 2.4. 1M 磷酸溶液之調製：

量取磷酸 53.5 mL，加去離子水使成 1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：

稱取磷酸氫二銨 1.5 g，以去離子水溶解使成 1000 mL，以 1M 磷酸溶液調整 pH 值至約 3.0，以濾膜過濾，濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取丙酸約 1 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 100 mL，作為標準原液，貯存於 4°C。使用時，精確量取標準原液 5.0 mL，以去離子水定容至 50 mL。再分別精確量取 0.25、0.5、1.0、3.0、5.0 mL，加入 1M 磷酸溶液 0.2 mL，以去離子水稀釋至 0.025 ~ 0.5 mg/mL，供作標準溶液。

2.7. 檢液之調製：

2.7.1. 直接萃取法：

將檢體細切後，取約 5 g，精確稱定，置於離心管中，加入 1M 磷酸溶液 0.5 mL 及去離子水 40 mL，經超音波震盪 10 分鐘後，以 1M 磷酸溶液調整 pH 值至約 3.0。移入 100 mL 容量瓶，以去離子水定容，於 4000 rpm 離心 10 分鐘，取上清液經濾膜過濾後，供作檢液。

2.7.2. 水蒸氣蒸餾法^(註)：

將檢體細切後，取約 25 g，精確稱定，置於蒸餾瓶中，加去離子水 150 mL 及磷酸 20 mL，以每分鐘約 10 mL 之餾出速度，進行水蒸氣蒸餾。以內含有去離子水 10 ml 之 500 mL 容量瓶收集餾出液約 480 mL 時，停止蒸餾，以 1M 磷酸溶液調整 pH 值至約 3.0，加去離子水定容。經濾膜過濾後，供作檢液。

註：本法適用於脂肪含量較高之檢體或採直接萃取法而無法去除干擾物質影響之檢體。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 25 μ L，分別注入高效液相層析儀中，依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，並依下列計算式求出檢體中丙酸之含量(g/kg)：

$$\text{檢體中丙酸之含量(g/kg)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中丙酸之濃度(mg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長 214 nm。

層析管：Agilent C18，5 μm ，內徑 4.6 mm \times 25 cm。

移動相溶液：依 2.5 節所調製之溶液。

移動相流速：1.2 mL/min。

附註：

1. 本檢驗方法之檢出限量為 0.5 g/kg。
2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。