

食品中磷酸鹽之檢驗方法

Method of Test for Phosphate in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中磷酸鹽之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效離子層析儀(high performance ion chromatograph, HPIC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效離子層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：電導度檢出器(conductivity detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管(Analytical column)：IonPac[®] AS11-HC，內徑4 mm × 25 cm，或同級品。
 - 2.1.1.3. 保護管(Guard column)：IonPac[®] AG11-HC，內徑4 mm × 5 cm，或同級品。
 - 2.1.1.4. 陰離子自我再生型抑制器 (Anion self-regenerating suppressor)：ASRS 300，4 mm，或同級品。
 - 2.1.2. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.3. 離心機(Centrifuge)：可達3400 ×g以上者，並具15°C以下溫控功能。
 - 2.2. 試藥：氫氧化鈉及二氯甲烷均採用化學試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；磷酸二氫鉀(potassium dihydrogen phosphate, KH_2PO_4)、焦磷酸鉀(potassium pyrophosphate, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$)、三聚磷酸鈉(sodium tripolyphosphate, $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$)及三偏磷酸鈉(sodium trimetaphosphate, $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 離心管：15 mL及50 mL，PP材質。
 - 2.3.2. 容量瓶：50 mL及100 mL。
 - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。
 - 2.4. 流洗液之調製：
 - 2.4.1. 流洗液A：去離子水。
 - 2.4.2. 流洗液B：稱取氫氧化鈉8 g，以去離子水溶解使成2000 mL，經濾膜過濾，供作流洗液B。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取磷酸二氫鉀約143 mg、焦磷酸鉀約189 mg、三聚磷酸鈉約145

mg及三偏磷酸鈉約129 mg，精確稱定，分別以去離子水溶解並定容至100 mL，使各溶液相當於各含磷酸根(PO_4^{3-})、焦磷酸根($\text{P}_2\text{O}_7^{4-}$)、三聚磷酸根($\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$)及三偏磷酸根($\text{P}_3\text{O}_9^{3-}$) 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量各標準原液混合後，以去離子水稀釋至2~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，經濾膜過濾，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

將檢體細切均質後，取約1 g，精確稱定，置於50 mL離心管中，加入95°C去離子水45 mL，振盪5分鐘，於15°C，3400 ×g離心5分鐘，取上清液移入50 mL容量瓶中，以去離子水定容，混合均勻。取此溶液5 mL置於15 mL離心管中，加入二氯甲烷10 mL，振盪5分鐘，於15°C，3400 ×g離心5分鐘，取上清液經濾膜過濾後，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各25 μL ，分別注入高效離子層析儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中磷酸根(PO_4^{3-})之含量(g/kg)：

$$\text{檢體中磷酸根之含量(g/kg)} = \frac{C \times V \times F}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中磷酸根、焦磷酸根、三聚磷酸根或三偏磷酸根之濃度($\mu\text{g}/\text{mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：磷酸根之換算因子

磷酸根：1

焦磷酸根：1.092

三聚磷酸根：1.127

三偏磷酸根：1.203

高效離子層析測定條件^(註)：

檢出器：電導度檢出器。

層析管：IonPac[®] AS11-HC，內徑4 mm × 25 cm。

保護管：IonPac[®] AG11-HC，內徑4 mm × 5 cm。

陰離子自我再生型抑制器：ASRS 300，4 mm。

流洗液：流洗液A與流洗液B以下列條件進行梯度分析。

時間(min)	A (%)	B (%)
0 → 8	73 → 73	27 → 27
8 → 23	73 → 20	27 → 80
23 → 28	20 → 20	80 → 80
28 → 29	20 → 73	80 → 27
29 → 35	73 → 73	27 → 27

流洗液流速：1.0 mL/min

- 註：1. 所採用之層析管柱應有效將磷酸根與硝酸根(nitrate)及亞硝酸根(nitrite)等分離。
2. 上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

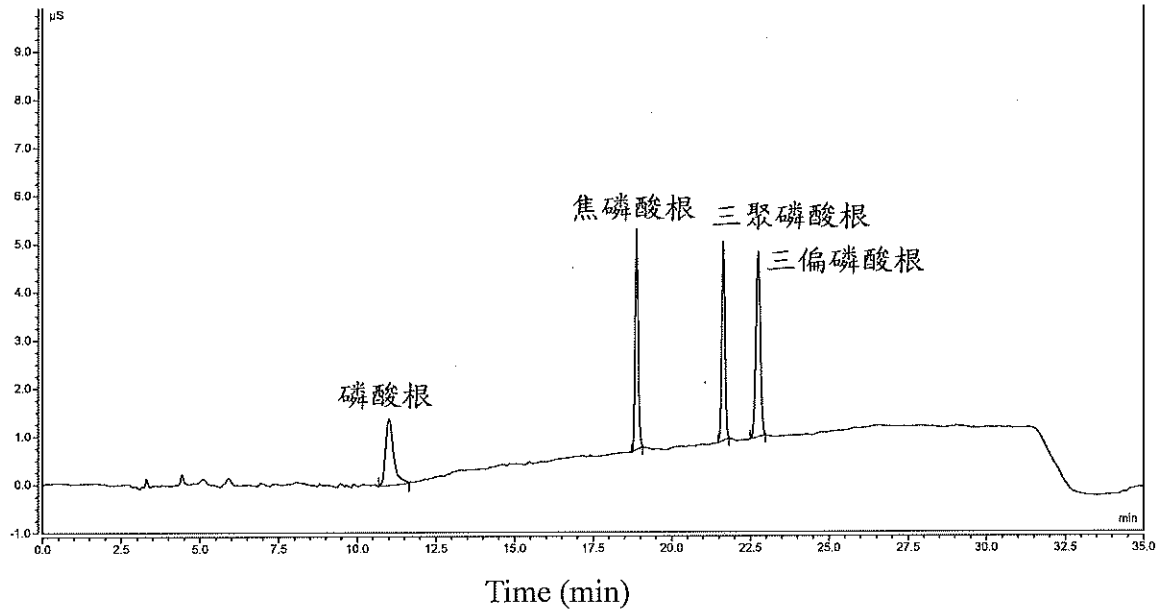
- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，磷酸根、焦磷酸根、三聚磷酸根及三偏磷酸根均為0.1 g/kg。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
3. 動植物體內天然存在磷酸鹽，無法逕由產品中磷酸鹽檢出值判定是否符合規範，仍應配合產品原料來源、加工流程及稽查結果等相關資訊綜合研判。

參考文獻：

Cui, H., Cai, F. and Xu, Q. 2000. Determination of tripolyphosphate in frozen cod and scallop adductor by ion chromatography. J. Chromatogr. A 884: 89-92.

公開日期：99年7月2日
第1次修正：103年8月12日
第2次修正：106年11月14日
第3次修正：108年5月22日
TFDAA0021.03

參考層析圖譜



圖、磷酸根、焦磷酸根、三聚磷酸根及三偏磷酸根標準品之HPIC圖譜