

食品中殘留溶劑之檢驗方法

Method of Test for Residual Solvents in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於膠囊錠狀食品中殘留丙酮(acetone)、異丙醇(isopropanol)、二氯甲烷(dichloromethane)、正己烷(*n*-hexane)及乙酸乙酯(ethyl acetate)等5品項溶劑之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經加熱後，其上部空間氣體以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)配合頂空進樣器(headspace sampler)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電子游離(electron ionization, EI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-624毛細管，內膜厚度1.4 μm ，內徑0.25 mm \times 60 m，或同級品。
 - 2.1.2. 頂空進樣器(Headspace sampler)：可振搖加熱，溫度可達95 $^{\circ}\text{C}$ 以上。
 - 2.2. 試藥：1,3-二甲基-2-咪唑啉酮(1,3-dimethyl-2-imidazolidinone, DMI)採用氣相層析級；丙酮、異丙醇、二氯甲烷、正己烷及乙酸乙酯對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 頂空分析瓶：22 mL，附鋁製瓶蓋及PTFE材質墊片。
 - 2.3.2. 容量瓶：10 mL。
 - 2.4. 標準溶液之配製：

先取適量DMI置於10 mL容量瓶中，分別加入丙酮、異丙醇、二氯甲烷、正己烷及乙酸乙酯對照用標準品各約10 mg，精確稱定，再以DMI定容，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取各標準原液混合，以DMI稀釋至丙酮0.5~5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，二氯甲烷2~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，異丙醇、正己烷及乙酸乙酯5~50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢量線之製作：

取空白檢體約2 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，分別加入標準溶液各200 μL ，迅速以瓶蓋封瓶後，混合均勻，供作檢量線溶液，以配置頂空進樣器之氣相層析質譜儀，依下列條件進行分析，就各溶劑之波峰面積，與對應之各溶劑添加量，分別製作丙酮0.1~1 μg ，二氯甲烷0.4~4 μg ，異丙醇、正己烷及乙酸乙酯1~10 μg 之檢量線。

頂空進樣測定條件^(註)：

樣品加熱溫度：95°C。

樣品加熱時間：20 min。

頂空進樣針溫度：110°C。

進樣體積：1 mL。

氣相層析質譜分析測定條件^(註)：

層析管：DB-624毛細管，內膜厚度1.4 μm，內徑0.25 mm × 60 m。

層析管溫度：初溫：40°C，9 min；

升溫速率：10°C/min；

中溫：60°C，5 min；

升溫速率：40°C/min；

終溫：225°C，4 min。

注入器溫度：250°C。

移動相氣體流速：氦氣，1 mL/min。

介面溫度：230°C。

離子源溫度：230°C。

離子化模式：EI，70 eV。

注入模式：分流(split)，分流比4：1。

偵測模式：選擇離子偵測(selected ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表：

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
丙酮	43	58、42
異丙醇	45	43、59
二氯甲烷	49	84、86
正己烷	86	41、57
乙酸乙酯	61	45、43

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.6. 檢液之調製：

將檢體磨碎、均質後，取約2 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，加入DMI 200 μL，迅速以瓶蓋封瓶後，混合均勻，供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

將檢體及檢量線溶液之頂空分析瓶置於頂空進樣器上，於95°C加熱20分鐘，依2.5.節條件進行分析，就檢體與檢量線溶液所得

波峰之滯留時間及選擇離子偵測相對離子強度^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各溶劑之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各溶劑之含量(ppm)} = \frac{C}{M}$$

C：由檢量線求得檢體中各溶劑之含量(μg)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得，容許範圍如下：

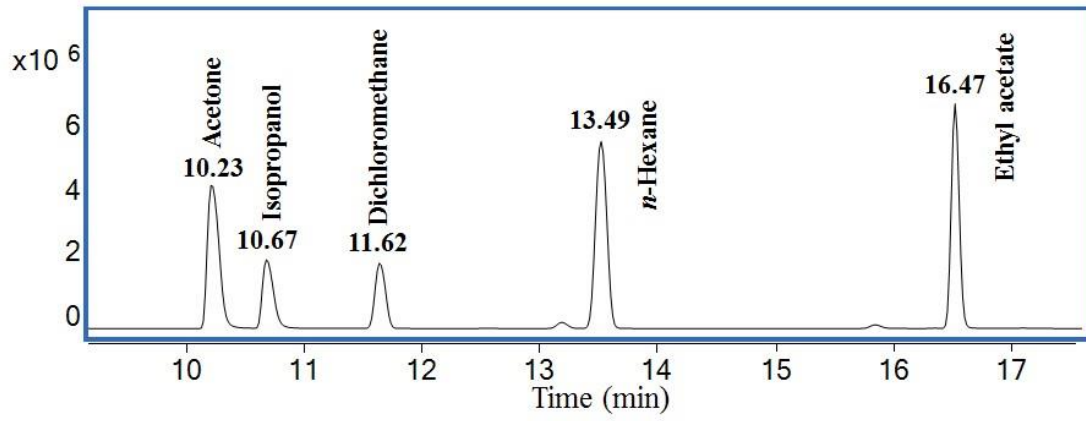
相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 10
> 20~50	± 15
> 10~20	± 20
≤ 10	± 50

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，丙酮為0.05 ppm，二氯甲烷為0.2 ppm，異丙醇、正己烷及乙酸乙酯均為0.5 ppm。
2. 倘檢體檢出丙酮時，應將頂空進樣之樣品加熱溫度調降至65°C進行分析，並以此條件之檢驗結果為準。
3. 倘檢體檢出「加工助劑衛生標準」所列溶劑品項，應視檢體之製程、組成及其所含原料之製程是否使用加工助劑、是否添加香料等食品添加劑、原料天然背景值文獻等相關資料，必要時，輔以現場稽查，據以綜合研判。
4. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Panosyan, A. G., Mamikonyan, G. V., Torosyan, M., Gabrielyan, E. S., Mkhitaryan, S. A., Tirakyan, M. R. and Ovanesyan, A. 2001. Determination of the composition of volatiles in cognac (brandy) by headspace gas chromatography–mass spectrometry. J. Anal. Chem. 56: 945-952.

參考層析圖譜



圖、以GC/MS分析丙酮等5項溶劑標準品之SIM圖譜