

食品中防腐劑之檢驗方法－丙酸之檢驗修正總說明

為加強食品添加物規格之管理，依據食品安全衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰修正「食品中防腐劑之檢驗方法－丙酸之檢驗」，其修正要點如下：

- 一、「裝置」修正「層析管」、「離心機」，另增列「攪拌均質機」、「酸鹼值測定儀」。
- 二、「器具及材料」修正「容量瓶」。
- 三、「檢液之調製」修正檢體之前處理及離心機操作條件。
- 四、「高效液相層析測定條件」修正「層析管」及增列「註」。
- 五、將「檢出限量」修正為「定量極限」。
- 六、增列參考文獻。
- 七、增修訂部分文字。

食品中防腐劑之檢驗方法－丙酸之檢驗修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食品中丙酸(propionic acid)之檢驗。</p> <p>1. 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。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：<u>ZORBAX SB-Aq</u>，5 μm，內徑4.6 mm×25 cm，或同級品。</p> <p>2.1.2. <u>攪拌均質機(Blender)</u>。</p> <p>2.1.3. <u>超音波振盪器(Ultrasonicator)</u>。</p> <p>2.1.4. 離心機(Centrifuge)：可達<u>3500 ×g</u>以上者。</p> <p>2.1.5. 水蒸氣蒸餾裝置：冷卻管之末端接管，<u>可達於容量瓶之底部</u>。</p> <p>2.1.6. <u>酸鹼值測定儀(pH meter)</u>。</p> <p>2.2. 試藥：磷酸(85%)及磷酸氫二銨均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；丙酸對照用標準品。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.2. 容量瓶：50 mL、100 mL及500 mL。</p> <p>2.3.3. 蒸餾瓶：1000 mL。</p> <p>2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。</p> <p>2.4. 1 M磷酸溶液之調製： 量取磷酸67.4 mL，加去離子水使成1000 mL。</p> <p>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1 M磷酸溶液調整pH值至3.0，<u>經濾膜過</u></p>	<p>1.適用範圍：本檢驗方法適用於食品中丙酸之檢驗。</p> <p>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。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 高效液相層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：<u>Agilent C18</u>，5 μm，內徑4.6 mm×25 cm，或同級品。</p> <p>2.1.2. 離心機(Centrifuge)：<u>轉速可達4000 rpm</u>以上者。</p> <p>2.1.3. <u>超音波震盪器(Ultrasonicator)</u>。</p> <p>2.1.4. 水蒸氣蒸餾裝置：冷卻管之末端接管<u>使達於容量瓶之底部</u>。</p> <p>2.2. 試藥：磷酸(85%)及磷酸氫二銨均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；丙酸對照用標準品。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 離心管：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.2. 容量瓶：50 mL、100 mL、<u>500 mL及1000 mL</u>。</p> <p>2.3.3. 蒸餾瓶：1000 mL。</p> <p>2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。</p> <p>2.4. 1 M磷酸溶液之調製： 量取磷酸67.4 mL，加去離子水使成1000 mL。</p> <p>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1 M磷酸溶液調整pH值至<u>約3.0</u>，<u>以濾膜過</u>濾，濾液供作移動相溶液。</p> <p>2.6. 標準溶液之配製：</p>	<p>一、「裝置」修正「層析管」、「離心機」，另增列「攪拌均質機」、「酸鹼值測定儀」。</p> <p>二、「器具及材料」修正「容量瓶」。</p> <p>三、「檢液之調製」修正檢體之前處理及離心機操作條件。</p> <p>四、「高效液相層析測定條件」修正「層析管」及增列「註」。</p> <p>五、將「檢出限量」修正為「定量極限」。</p> <p>六、增列參考文獻。</p> <p>七、增修訂部分文字。</p>

濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取丙酸對照用標準品約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，冷藏貯存。臨用時精確量取標準原液5 mL，以去離子水定容至50 mL。再精確量取0.25~5.0 mL，分別加入1 M磷酸溶液0.2 mL，以去離子水定容至10 mL，使其濃度為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、均質混勻後，取約5 g，精確稱定，置於離心管中，加入1 M磷酸溶液0.5 mL及去離子水40 mL，經超音波振盪10分鐘，以1 M磷酸溶液調整pH值至約3.0，以去離子水定容至100 mL，經3500×g離心10分鐘，取上清液，以濾膜過濾，供作檢液。

2.7.2. 水蒸氣蒸餾法^(註)：

將檢體細切、均質混勻後，取約25 g，精確稱定，置於蒸餾瓶中，加去離子水150 mL及1 M磷酸溶液20 mL，冷卻管末端須浸入已盛有去離子水10 mL之500 mL容量瓶中進行水蒸氣蒸餾。收集餾出液約480 mL時停止蒸餾，以1 M磷酸溶液調整pH值至約3.0，加去離子水定容，經濾膜過濾，供作檢液。
註：本法適用於脂肪含量較高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 μL，分別注入高效液相層析儀中，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

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0.25~5.0 mL，加入1 M磷酸溶液0.2 mL，以去離子水定容至10 mL，使其濃度為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1 M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1 M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1 M磷酸溶液20 mL，冷卻管末端須浸入已盛有去離子水10 mL之500 mL容量瓶中，進行水蒸氣蒸餾，收集餾出液約480 mL時，停止蒸餾，以1 M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 μL，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)

<p>濃度(mg/mL)</p> <p>V：檢體最後定容之體積(mL)</p> <p>M：取樣分析檢體之重量(g)</p> <p>高效液相層析測定條件^(註)：</p> <p>光二極體陣列檢出器：<u>定量</u>波長214 nm。</p> <p>層析管：<u>ZORBAX SB-Aq</u>，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。</p> <p>移動相溶液：依2.5節所調製之溶液。</p> <p>移動相流速：1.2 mL/min。</p> <p><u>註：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。</u></p> <p>附註：1. 本檢驗方法之<u>定量極限</u>為0.5 g/kg。</p> <p>2. <u>檢體</u>中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p> <p><u>參考文獻：</u></p> <p><u>日本藥學會。2015。衛生試驗法·註解。336-337頁。金原出版株式會社。東京，日本。</u></p>	<p>M：取樣分析檢體之重量(g)</p> <p>高效液相層析測定條件：</p> <p>光二極體陣列檢出器：波長214 nm。</p> <p>層析管：<u>Agilent C18</u>，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。</p> <p>移動相溶液：依2.5節所調製之溶液。</p> <p>移動相流速：1.2 mL/min。</p> <p>附註：1. 本檢驗方法之<u>檢出限量</u>為0.5 g/kg。</p> <p>2. <u>食品</u>中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。</p>	
---	---	--