

## 飲料中磷酸之檢驗方法修正總說明

為加強食品添加物之管理，並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「飲料中磷酸之檢驗方法」，其修正要點如下：

- 一、「適用範圍」、「檢驗方法」、「裝置」、「試藥」、「器具及材料」、「標準溶液之調製」及「檢液之調製」，依檢驗方法格式進行文字修正。
- 二、「鑑別試驗及含量測定」，依檢驗方法格式進行文字修正，另增列磷酸含量之計算公式及高效離子層析測定條件。
- 三、將「最低檢出量」修正為「定量極限」，並修正定量極限。
- 四、增列「流洗液之調製」、「附註」及「參考文獻」。
- 五、刪除「溶析液之調製」、「再生液之調製」、「檢量線之繪製」及「定量」。
- 六、增修訂部分文字。

## 飲料中磷酸之檢驗方法修正對照表

修正名稱	現行名稱	說明
Method of Test for Phosphoric <u>Acid</u> in Beverage	Method of Test for Phosphoric <u>acid</u> in Beverage	修正英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於可樂及茶類飲料中磷酸(phosphoric acid)之檢驗。</p> <p>2. 檢驗方法：檢體經稀釋後，以高效離子層析儀(high performance ion chromatograph, HPIC)分析之方法。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 高效離子層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：電導度檢出器(conductivity detector)。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：IonPac® AS11-HC，9 μm，內徑4 mm × 25 cm，或同級品。</p> <p>2.1.1.3. 保護管：IonPac® AG11-HC，9 μm，內徑4 mm × 5 cm，或同級品。</p> <p>2.1.1.4. 陰離子自我再生抑制器：AERS 500，4 mm，或同級品。</p> <p>2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。</p> <p>2.2. 試藥：50%氫氧化鈉溶液採用離子層析級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；磷酸(ortho phosphoric acid, 85%)對照用標準品。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 容量瓶：10 mL及100 mL。</p> <p>2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。</p> <p>2.4. 流洗液之調製：</p> <p>2.4.1. 流洗液A：去離子水。</p> <p>2.4.2. 流洗液B：取50%氫氧化鈉溶液10.5 mL，以去離子水定容至2000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作流洗液B。</p> <p>2.5. 標準溶液之配製：取相當於含磷酸約0.1 g之磷酸對照用標準品，精確稱定，以去離子水定容至100 mL，作為標準原液，</p>	<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於飲料中磷酸(Phosphoric acid)之檢驗。</p> <p>2. 檢驗方法：<u>離子層析法(Ion Chromatography)</u>。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 離子層析儀：</p> <p>2.1.1.1. 檢出器：<u>導電度檢出器(Conductivity Detector)</u>。</p> <p>2.1.1.2. <u>預置管(Guard column)</u>：<u>Dionex ionpac AS4</u>。</p> <p>2.1.1.3. <u>分離管(Separator column)</u>：<u>Dionex ionpac AG4</u>。</p> <p>2.1.1.4. <u>抑制管(Suppressor column)</u>：<u>Dionex anion micro membrane suppressor</u>。</p> <p>2.2. 試藥：<u>碳酸鈉、碳酸氫鈉、硫酸均採用試藥特級。標準品：ortho phosphoric acid 85%，試藥特級。</u></p> <p>2.3. 器具及材料：濾膜：孔徑0.45 μm，polyvinylidene difluoride材質。</p> <p>2.4. 溶析液(Eluent)之調製：<u>取0.25 g碳酸氫鈉及0.933 g碳酸鈉溶於4000 mL水中，以孔徑0.45 μm之濾膜過濾，取濾液作為溶析液，其濃度分別為碳酸氫鈉<math>2.42 \times 10^{-4}</math> mol/L及碳酸鈉<math>1.81 \times 10^{-4}</math> mol/L。</u></p> <p>2.5. 再生液(Regenerant)之調製：<u>取28 mL濃硫酸溶於4000 mL水中，以孔徑0.45 μm之濾膜過濾，取濾液作為再生液溶液，其濃度為<math>5.0 \times 10^{-2}</math> mol/L。</u></p> <p>2.6. 標準溶液之調製：<u>精確稱取5 g磷酸標準品以水調製成0.1~1.0 mg/mL等一系列之標準溶液。</u></p> <p>2.7. 檢量線之繪製：<u>量取標準溶液各50 μL，依下述檢液之調製及離子層析測定條件操作，就所得波峰面積與濃度繪製檢</u></p>	<p>一、「適用範圍」、「檢驗方法」、「裝置」、「試藥」、「器具及材料」、「標準溶液之調製」及「檢液之調製」，依檢驗方法格式進行文字修正。</p> <p>二、「鑑別試驗及含量測定」，依檢驗方法格式進行文字修正，另增列磷酸含量之計算公式及高效離子層析測定條件。</p> <p>三、將「最低檢出量」修正為「定量極限」，並修正定量極限。</p> <p>四、增列「流洗液之調製」、「附註」及「參考文獻」。</p>

冷藏貯存。臨用時取適量標準原液，以去離子水稀釋至1~15 µg/mL，供作標準溶液。

#### 2.6. 檢液之調製：

含二氧化碳之檢體應先去除二氧化碳。將檢體混勻後，取約5 g，精確稱定，以去離子水定容至100 mL，經濾膜過濾，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之含量(g/kg)：

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

C：由標準曲線求得檢液中磷酸之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效離子層析測定條件<sup>(註)</sup>：

檢出器：電導度檢出器。

層析管：IonPac<sup>®</sup> AS11-HC，9 µm，內徑4 mm × 25 cm。

保護管：IonPac<sup>®</sup> AG11-HC，9 µm，內徑4 mm × 5 cm。

陰離子自我再生抑制器：AERS 500，4 mm。

層析管溫度：30°C。

注入量：25 µL。

流洗液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
0 → 13	65 → 65	35 → 35
13 → 14	65 → 20	35 → 80
14 → 19	20 → 20	80 → 80
19 → 20	20 → 65	80 → 35
20 → 25	65 → 65	35 → 35

流洗液流速：1.0 mL/min。

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。

附註：

1. 本檢驗方法之定量極限為0.02

量線。

#### 2.8. 檢液之調製：

精確量取檢體20 mL於燒杯中，以超音波振盪驅除氣泡，再用濾膜過濾後供作檢液。

#### 2.9. 定量：

##### 2.9.1. 離子層析測定條件：

溶析液流速：2.0 mL/min

再生液流速：2.0 mL/min

檢出器：導電度檢出器(0.01~1 Kµs)

2.9.2. 鑑別試驗及含量測定：檢液及標準溶液各取50 µL，分別注入離子層析儀，就檢液所得波峰之滯留時間，分別與標準溶液(如附圖)比較鑑別之，並由適量檢液所得之峰高或面積，對照檢量線，求出檢體中磷酸之含量。

註：本檢驗方法最低檢出量為0.5 ppm。

五、刪除「溶析液之調製」、「再生液之調製」、「檢量線之繪製」及「定量」。

六、增修訂部分文字。

g/kg。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

3. 部分食品天然存在磷酸，無法逕由檢驗結果判定是否符合規範，仍應配合產品原料來源、加工流程及調查結果等相關資訊綜合研判。

參考文獻

1. 林瑞著、張碧秋、周薰修。1991。飲料中磷酸檢驗方法之探討。藥物食品檢驗局調查研究年報，9: 483-490。

2. De Borba, B and Rohrer, J. 2018. Rapid determination of phosphate and citrate in carbonated soft drinks using a reagent-free ion chromatography system. Thermo Fisher Scientific Application Note 169.

[<https://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/AN-169-IC-Phosphate-Citrate-Soft-Drinks-AN71409-EN.pdf>].