

飲料中磷酸之檢驗方法修正總說明

「飲料中磷酸之檢驗方法」自九十年三月二十七日公告訂定，經歷二次修正，最近一次修正於一百一十一年二月十五日。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，經食品檢驗方法諮詢會諮詢，由中央主管機關定之」，爰修正「飲料中磷酸之檢驗方法」，本次主要係修正適用範圍、增列參考層析圖譜及增修訂部分文字。

飲料中磷酸之檢驗方法修正對照表

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(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：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，<u>加去離子水使成</u>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，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。</p> <p>2.6. 檢液之調製：</p>	<p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於<u>可樂及茶類</u>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(<u>ortho</u> 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：<u>10 mL及</u>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，<u>以去離子水定容至</u>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，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。</p>	<p>一、修正適用範圍。</p> <p>二、增列參考層析圖譜。</p> <p>三、增修訂部分文字。</p>

含二氧化碳之檢體應先去除二氣化碳。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 μ L，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(μ g/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^(註)：

檢出器：電導度檢出器。

層析管：IonPac[®] AS11-HC，9 μ m，

內徑4 mm \times 25 cm。

保護管：IonPac[®] AG11-HC，9 μ m，

內徑4 mm \times 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 μ L。

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 g/kg。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

2.6. 檢液之調製：

含二氧化碳之檢體應先去除二氣化碳。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 μ L，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(μ g/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^(註)：

檢出器：電導度檢出器。

層析管：IonPac[®] AS11-HC，9 μ m，

內徑4 mm \times 25 cm。

保護管：IonPac[®] AG11-HC，9 μ m，

內徑4 mm \times 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 μ L。

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 g/kg。

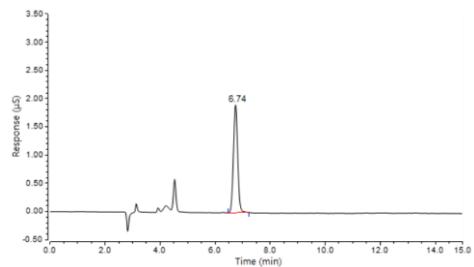
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質

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>]

參考層析圖譜



圖、磷酸標準品之 HPIC 圖譜

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>].