

食用油脂中總極性化合物之檢驗方法

Method of Test for Total Polar Compounds in Edible Oils and Fats

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食用油脂中總極性化合物之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經矽膠管柱層析(column chromatography)後，乾燥稱重之方法。

2.1 裝置：

2.1.1 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。

2.1.2 烘箱：附有自動溫度調節，溫差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以內者。

2.1.3 紫外光燈箱。

2.2 試藥：石油醚採用層析級；正己烷、乙醚及醋酸均採用化學試藥級。

2.3 器具及材料：

2.3.1 濾紙。

2.3.2 疏水性濾紙。

2.3.3 濃縮瓶：250 mL。

2.3.4 容量瓶：50 mL。

2.3.5 乾燥器。

2.3.6 玻璃層析管：內徑 $2.1 \times 45 \text{ cm}$ ，含 150 mL 杯體及可控制流速之閥門。

2.3.7 脫脂棉花。

2.3.8 矽膠：0.063 ~ 0.2 mm。

2.3.9 海砂：經酸洗及鍛燒，試藥級。

2.3.10 薄層層析板：矽膠，厚度 0.25 mm， $20 \times 20 \text{ cm}$ 。

2.3.11 毛細管。

2.3.12 玻璃展開槽。

2.4 沖提液之配製：

石油醚：乙醚以 87:13 (v/v) 之比例混合，臨用時配製。

2.5 展開溶液之配製：

石油醚：乙醚：醋酸以 70:30:2 (v/v/v) 之比例混合，臨用時配製。

2.6 矽膠管柱之製備：

矽膠於 160°C 乾燥 4 小時，置於乾燥器冷卻後，取 95 g，加去離子水 5 g，混勻備用。使用時取矽膠 25 g，加沖提液 80 mL 混合潤濕。於玻璃層析管底部塞入脫脂棉花，加入沖提液 6 mL，以玻棒將棉花中空氣擠出。緩慢注入預經潤濕之矽膠，於矽膠上部再小心加入海砂 4 g，並避免攪動矽膠表面。打開玻璃層析管底部閥門，使沖提液流出至液面達矽膠與海砂交界處之上方 1 cm 為止。

2.7 檢液之調製：

2.7.1 液態檢體：

檢體以濾紙過濾，含水分時則以疏水性濾紙過濾，取約 2.5 g，精確稱定，以沖提液定容至 50 mL，供作檢液。

2.7.2 半液態或固態檢體：

檢體先緩慢加熱至接近熔點，並避免過度加熱，混勻，過濾，待冷卻至微溫，取約 2.5 g，精確稱定，加沖提液 20 mL，混勻，放冷後，以沖提液定容至 50 mL，供作檢液。

2.8 管柱層析：

取檢液 20 mL，緩慢注入矽膠管柱，避免攪動矽膠表面。打開底部閥門，控制流速為每分鐘 2.1 ~ 2.5 mL，棄流出液，當液面達矽膠與海砂交界處上方時，於矽膠管柱之杯體加入沖提液 150 mL，以預經 103°C 乾燥恆重之濃縮瓶(W_0 , g)收集沖提液，再以沖提液 20 mL 清洗矽膠管柱底部外緣，合併沖提液於濃縮瓶中，於 60°C 減壓濃縮後，置於 60°C 烘箱中乾燥至恆重(W_1 , g)，濃縮瓶中殘留物為非極性化合物($W_1 - W_0$, g)。為確認矽膠管柱之效能^(註)，續以乙醚 150 mL 沖提，以另一濃縮瓶收集乙醚，於 60°C 減壓濃縮後，置於 60°C 烘箱中乾燥，濃縮瓶中殘留物為極性化合物。

註：初次採用本檢驗方法或更換層析用矽膠廠牌時，為確認矽膠管柱之效能，各以正己烷 1 mL 溶解濃縮瓶中極性化合物及非極性化合物殘留物，分別點於薄層層析板上，風乾後展開，展開高度達 8 ~ 15 cm 後，取出風乾，於紫外燈 254 nm 下照射觀察。非極性化合物與極性化合物應完全區隔，其斑點分別位於薄層層析

板之遠端及近端。

2.10 含量測定：

檢液中非極性化合物經矽膠管柱分離後稱重，並以下列計算式求得檢體中總極性化合物之含量(%)：

$$\text{檢體中總極性化合物之含量(\%)} = \frac{M \times 2/5 - m}{M \times 2/5} \times 100$$

M：取樣分析檢體之重量(g)

m：檢體中非極性化合物之重量($W_1 - W_0$ ，g)

附註：檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。