

食品中 3-單氯丙二醇之檢驗方法(一)

Method of Test for 3-Monochloro-1,2-propanediol in Food (I)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於醬油中 3-單氯丙二醇(3-monochloro-1,2-propanediol)之檢驗。
2. 檢驗方法：氣相層析質譜分析法(gas chromatography/mass spectrometry, GC/MS)。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析質譜儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：質譜選擇檢出器(mass selective detector, MSD)。
 - 2.1.1.2. 層析管柱：HP-5MS，內徑 0.25 mm × 30 m，內膜厚度 0.25 μm 或同級品。
 - 2.1.2. 振盪器(Shaker)。
 - 2.1.3. 振盪水浴(Shaker bath)。
 - 2.1.4. 超音波振盪器(Ultrasonic vibrator)。
 - 2.1.5. 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。
 - 2.2. 試藥：乙酸乙酯及正己烷採用殘量分析級；無水硫酸鈉、氯化鈉及七氟丁醯基咪唑(heptafluorobutyl imidazole, HFBI)採用試藥特級，3-單氯丙二醇(3-monochloro-1,2-propanediol, 3-MCPD)及 1,4-二氯苯(p-dichlorobenzene, PDCB)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 萃取淨化管柱：Extrelut NT 20 或同級品。
 - 2.3.2. 微量反應瓶：容量 5 mL，附 Teflon 螺旋蓋。
 - 2.3.3. 氣密式注射器：100 μL。
 - 2.3.4. 濃縮瓶：500 mL。
 - 2.4. 內部標準溶液之配製：

取 PDCB 標準品約 100 mg，精確稱取，以正己烷溶解並定容至 100 mL，作為內部標準原液，使用時再以正己烷稀釋至濃度為 0.05 ppm，供作內部標準溶液。

2.5. 標準溶液之配製：

取 3-MCPD 標準品約 100 mg，精確稱定，以乙酸乙酯溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。使用時加入內部標準溶液並以正己烷稀釋成濃度為 0.025、0.05、0.1、0.2、0.5 及 1.0 ppm(含內部標準品 0.05 ppm)，供作標準溶液。

2.6. 衍生化反應：

分別取 2.5.節標準溶液 1 mL，置於微量反應瓶內，以氣密式注射針精確量取 HFBI 50 μ L 加入上述溶液中，於 70°C 水浴中振盪加熱 20 分中進行衍生化反應，冷卻至室溫後加入去離子水 2 mL，振盪 30 秒，取上層正己烷層，加無水硫酸鈉 300 mg 脫水，取上層液，供氣相層析質譜分析。

2.7. 檢液之調製：

取檢體約 5 g，精確稱定，加 5M 氯化鈉溶液 15 mL，以超音波振盪 15 分鐘，倒入萃取淨化管柱，靜置 15 分鐘，以乙酸乙酯 250 mL 分次沖提，收集沖提液，加無水硫酸鈉 30 g 脫水，靜置 15 分鐘，過濾。濾液以無水硫酸鈉 50 g 脫水，再以乙酸乙酯 50 mL 清洗無水硫酸鈉，合併濾液與洗液，收集於濃縮瓶，於 40°C 水浴中減壓濃縮至約 3 mL，以乙酸乙酯定容至 5 mL。再加無水硫酸鈉 300 mg 脫水，靜置 15 分鐘，取上層液 1 mL 於微量反應瓶內，以氮氣吹乾，再加內部標準溶液 1 mL，依 2.6.節之步驟進行衍生化反應及水洗後，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液衍生物各 1 μ L，注入氣相層析質譜儀中，參照下列條件進行氣相層析質譜分析，就檢液與標準溶液衍生物所得之波峰之滯留時間及質譜圖比較鑑別之，並依標準曲線^(註)求出檢體中 3-MCPD 之含量(ppm)。

$$\text{檢體中 3-MCPD 含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中 3-MCPD 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)

註：分別取 3-MCPD-HFBI 衍生物之 m/z 275、 m/z 277 及 m/z 453 離子波峰面積之和與 PDCB 之 m/z 146、 m/z 148 及 m/z 113 離子波峰面積之和，以其比值對 3-MCPD 之濃度 ($\mu\text{g/mL}$) 作標準曲線。

氣相層析質譜分析測定條件

層析管溫度：初溫：50°C

溫度上升速率：5°C/min

中溫：100°C

溫度上升速率 30°C/min

終溫：280°C，維持 5 min

檢出器溫度：280°C

注入器溫度：250°C

移動相氣體及流速：He, 10 psi

離子化模式：電子撞擊(Electron impact)

電子游離能：70 eV

偵測模式：Selective Ion Mass (SIM)

備註：本檢驗方法之最低檢出限量為 0.01 ppm。