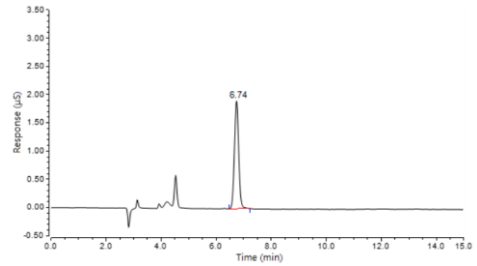
飲料中磷酸之檢驗方法修正草案總說明

「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，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰擬具「飲料中磷酸之檢驗方法」修正草案，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草案對照表

修正規定	現行規定	說明
1. 適用範圍：本檢驗方法適用於飲料中磷酸(phosphoric acid)之檢驗。 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。 2.1. 裝置： 2.1.1. 高效離子層析儀： 2.1.1.1. 檢出器：電導度檢出器(conductivity detector)。 2.1.1.2. 層析管：IonPac® AS11-HC，9 μm，內徑4 mm × 25 cm，或同級品。 2.1.1.3. 保護管：IonPac® AG11-HC，9 μm，內徑4 mm × 5 cm，或同級品。 2.1.1.4. 陰離子自我再生抑制器：AERS 500，4 mm，或同級品。 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。 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℃可達18 MΩ·cm以上)；磷酸(phosphoric acid, 85%)對照用標準品。 2.3. 器具及材料： 2.3.1. 容量瓶：100 mL。 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。 2.4. 流洗液之調製： 2.4.1. 流洗液A：去離子水。 2.4.2. 流洗液B： 取50%氫氧化鈉溶液10.5 mL，加去離子水使成2000 mL，以濾膜過濾，取濾液供作流洗液B。 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。 2.6. 檢液之調製：	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。 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。 2.1. 裝置： 2.1.1. 高效離子層析儀： 2.1.1.1. 檢出器：電導度檢出器(conductivity detector)。 2.1.1.2. 層析管：IonPac® AS11-HC，9 μm，內徑4 mm × 25 cm，或同級品。 2.1.1.3. 保護管：IonPac® AG11-HC，9 μm，內徑4 mm × 5 cm，或同級品。 2.1.1.4. 陰離子自我再生抑制器：AERS 500，4 mm，或同級品。 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。 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℃可達18 MΩ·cm以上)；磷酸(ortho phosphoric acid, 85%)對照用標準品。 2.3. 器具及材料： 2.3.1. 容量瓶：10 mL及100 mL。 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm，Nylon材質。 2.4. 流洗液之調製： 2.4.1. 流洗液A：去離子水。 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。 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。	一、修正適用範圍。 二、增列參考層析圖譜。 三、增修訂部分文字。

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)： 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(註)： 檢出器：電導度檢出器。 層析管：IonPac® AS11-HC，9 μm，內徑4 mm × 25 cm。 保護管：IonPac® 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℃。 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 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)： 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(註)： 檢出器：電導度檢出器。 層析管：IonPac® AS11-HC，9 μm，內徑4 mm × 25 cm。 保護管：IonPac® 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℃。 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 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].	