

食品用正丁烷之檢驗方法

分子式：C₄H₁₀

分子量：58.12

1. 含量：本品所含 C₄H₁₀ 應在 96% (v/v) 以上。
2. 外觀及性狀：本品為無色、天然氣味道，具易燃性之氣體，沸點約 -0.5°C。
3. 鑑別：本品之紅外線吸收光譜，約於光譜上 3.4 μm (很強吸收)、6.8 μm (強吸收)、7.2 μm (中度吸收) 及 10.4 μm (中度吸收) 之區域呈現吸收反應。
4. 溶解度：本品 0.15 體積可溶於 1 體積水中；18 體積可溶於 1 體積乙醇中；25 體積可溶於 1 體積乙醚中。(皆為 17°C, 770 mmHg)。
5. 水分含量：(1) 費氏試劑之製備：

取配製費氏試劑用之無水甲醇 670 mL、吡啶 170 mL，混合後加碘 125 g，閉封口並放冷。另取吡啶 100 mL，置 250 mL 刻度量筒中，於冰浴內冷卻，通入乾燥之二氧化硫，直至容量達 200 mL 為止。將此溶液徐徐加入已冷卻之碘混合液中，邊加邊搖，俟碘溶解後，移置費氏試液貯瓶中，放置過夜，新鮮配製之試劑每 mL 約相當 5 mg 之水，以無水甲醇稀釋至試劑每 mL 約相當 0.2~1.0 mg 之水，稀釋後試劑需放置至少 16 小時後進行力價測定。

力價測定：取費氏試劑用甲醇 30~40 mL 置滴定瓶中，先滴入足量之費氏試劑至呈終點顏色，或微安培表呈現 100 ± 50 微安培之直流電為止。迅即以精稱定之蒸餾水 25 mg，再滴定至終點，由下式求得試劑每 mL 之水分相當量。

$$F = \frac{W}{V}$$

F：試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

W：蒸餾水之 mg 數

V：滴定蒸餾水所消耗試劑之 mL 數

(2) 測定法：

取費氏試劑用之甲醇約 35~40 mL，置乾燥滴定瓶中，用費氏試劑滴定至終點，其所消耗之 mL 數無需記錄，然後取本品約 100 g (以已知重量之樣品筒採樣)，精確稱定，測定時使用密閉式滴定瓶，滴定瓶之開口接一粗多孔性之曝氣管，曝氣管另一端則接上樣品筒，檢品經由曝氣管進入滴定瓶之速度控制在每分鐘 100 mL，必要時溫和地加熱樣品筒以維持此流速。檢品於滴定瓶中，以費氏試劑滴定之，並以下列計算式求出檢品中水分含量，其量應在 0.005% 以下。

$$\text{檢品中水分含量 (\%)} = \frac{S \times F}{M \times 1000} \times 100$$

S：滴定檢品時所消耗費氏試劑之 mL 數

F：費氏試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

M：檢品之重量 (g)

6. 揮發殘渣 (High-boiling residue)：製備銅冷卻管 (約外徑 6 mm × 6.1 m)，置入一真空套瓶，並使銅冷卻管浸於真空套瓶內預先放置之乾冰與丙酮混合物。銅冷卻管一端連接至內含檢品之樣品鋼瓶，小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使檢品通入已冷卻之銅冷卻管，液化之檢品 50 mL 流出，棄之，再繼續通入檢品，收集流出之液化檢品於預經冷卻之圓錐沉澱管，收集液化檢品至圓錐沉澱管 1000 mL 之刻度 (約含檢品 600 g)。置於 40°C 水浴，蒸乾液體後，以每次戊烷 50 mL 潤洗圓錐沉澱管 2 次，合併洗液於已知重量之 150 mL 蒸發皿，取另一已知重量之 150 mL 蒸發皿，加入戊烷 100 mL，將二個蒸發皿置於水浴上，蒸發至乾後，於 100°C 烘箱加熱 60 分鐘，乾燥器中冷卻後稱重，重複加熱 15 分鐘及稱重之步驟，直到連續之稱重差異在 0.1 mg 以內。二個蒸發皿之稱重量差為殘渣量，殘渣量以檢品 600 g 重量計算，應在 5 mg/kg 以下。
7. 揮發殘渣之酸度：取揮發殘渣試驗所得殘渣，置於一試管，加入水 10 mL，旋轉搖晃混合 30 秒後，加甲基橙 (methyl orange) 試液 (甲基橙 0.1 g，溶於水使成 100 mL，必要時過濾) 2 滴，塞住試管口，震盪混合，水層不應呈粉紅色或紅色。
8. 含硫成分：小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使適量檢品氣體釋出，勿直接噴向臉部，偏斜部分氣體以鼻嗅聞，不應有硫磺成分之特異性氣味。
9. 含量測定：將樣品鋼瓶經由進樣閥及流速控制閥連接至氣相層析儀。檢品注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析，並以下列計算式求出檢品中正丁烷之含量，其量應在 96% (v/v) 以上。

$$\text{檢品中正丁烷之含量 (\%)} = 100S/\Sigma s$$

S：正丁烷之波峰面積

Σs：層析圖譜中所有波峰之面積總和

氣相層析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器 (thermal conductivity detector, TCD)

層析管：10%四乙二醇二甲醚 (tetraethylene glycol dimethyl ether) 覆於 Gas Chrom R (煅燒或與粘土膠結物於 900°C 以上燃燒並經矽烷處理)，內徑 3 mm × 6 m，鋁管柱，或同級品。

層析管溫度：33°C

移動相氣體氮氣流速：50 mL/min

注入量：2 μL