

食品添加物規格檢驗方法—辛烯基丁二酸鋁澱粉

109年2月19日衛授食字第1091900275號公告訂定

§12042

辛烯基丁二酸鋁澱粉 Starch Aluminum Octenyl Succinate

規格檢驗方法同§12008

§12008

食用修飾澱粉

Food Starches, Modified

1. 外觀：本品通常為白色或幾近白色、無臭之粉末，呈完整之顆粒狀或數顆粒之聚集狀，但經預糊化者則呈小薄片狀、不定形粉末或粗糙粒狀。
2. 鑑別：
- (1) 溶解度：本品未經預糊化者，不溶於冷水；於熱水中可形成具黏度的膠體溶液；不溶於乙醇。
 - (2) 鏡檢測試：本品未經預糊化者維持其顆粒結構，並可由鏡檢觀察鑑定。其型態、大小及條紋均為來源植物之特性。在正交尼寇稜鏡(cross nicol prisms)所產生之偏振光下，可觀察到偏光十字。
 - (3) 碘液染色試驗：取本品約1 g，懸浮於水20 mL中，加入碘試液數滴，呈現與原澱粉(native starch)一樣之深藍色至紅色。
 - (4) 銅還原試驗：取預先以水洗之本品約2.5 g，置於燒瓶中，加3%稀鹽酸10 mL及水70 mL混合後，迴流3小時，冷卻後取此溶液0.5 mL，加入熱鹼性酒石酸銅試液5 mL中產生大量紅色沉澱。
 - (5) 差異性試驗：依下列試驗區分不同處理之澱粉
 - a. 次氯酸氧化澱粉(Hypochlorite oxidized starch [不適用於輕度氧化馬鈴薯澱粉(slightly oxidized potato starch)]：取本品50 mg，懸浮於1%亞甲藍(methylene blue)水溶液25 mL 5~10分鐘，並時時攪拌，傾倒多餘溶液後以水清洗澱粉，以顯微鏡檢查，可觀察到明顯著色，藉此與同植物來源之原澱粉及酸修飾澱粉區別。
 - b. 乙醯基特定反應(Specific reaction for acetyl groups)：取本品約10 g，懸浮於水25 mL中，加0.4 N氫氧化鈉溶液20 mL，振搖1小時後過濾，濾液置於110°C烘箱蒸乾，殘渣以水數滴復溶並移至試管中，加氫氧化鈣並加熱試管，此時乙醯化澱粉會產生丙酮蒸氣，其可使預先以鄰硝基苯甲醛試液(*o*-nitrobenzaldehyde T.S.) [鄰硝基苯甲醛(*o*-nitrobenzaldehyde, $\text{NO}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CHO}$)之2 N氫氧化鈉飽和溶液，臨用時配製]浸潤之濾紙條呈藍色，此藍色當再加入稀鹽酸(1→10) 1滴時會更加明顯。
 - c. 酯基測試(Positive test for ester groups)：本品按照紅外線吸收光譜測定法(附錄A-29)測定時，於波數 1720 cm^{-1} 附近有特定之酯基吸收帶。檢品中乙醯基、己二醯基及丁二醯基之偵測極限約為0.5%。
3. 二氧化硫：取本品100 g，精確稱量，按照二氧化硫測定法(附錄A-45)測定之，其二氧化硫含量應在50 mg/kg以下(修飾穀類澱粉)；10 mg/kg以下(其他修飾澱粉，附加規定另訂除外)。
4. 鉛：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告「重金屬檢驗方法總則」

進行分析，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。

5. 各項化學修飾：除另有規定外，檢品於120°C真空乾燥箱(100 mmHg)乾燥4
澱粉附加規格 小時後依下表規格執行檢驗。

《附加規定》

各項食用修飾澱粉附加純度規格(均以乾重計)

修飾方式	成品之規格檢驗
酸處理澱粉 Acid treated starch	pH值：依(1) pH值測定法，本品之pH值應為4.8~7.0。
糊化澱粉(鹼處理澱粉) Gelatinized starch (Alkaline treated starch)	pH值：依(1) pH值測定法，本品之pH值應為5.0~7.5。
漂白澱粉 Bleached starch	1. 二氧化硫殘留量：依二氧化硫測定法(附錄A-45)檢查之，本品之二氧化硫殘留量應在50 mg/kg以下。 2. 錳殘留量：依錳測定法(附錄A-48)檢查之，本品之錳殘留量應在50 mg/kg以下。
氧化澱粉 Oxidized starch	1. 羧基：依(2)羧基測定法，本品之羧基應在1.1%以下。 2. 二氧化硫殘留量：依二氧化硫測定法(附錄A-45)檢查之，本品之二氧化硫殘留量應在50 mg/kg以下。
磷酸澱粉 Monostarch phosphate	磷酸鹽殘留量：依(3)磷測定法，馬鈴薯、小麥澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.5%以下(以磷計)；其他澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.4%以下(以磷計)。
磷酸二澱粉 Distarch phosphate	磷酸鹽殘留量：依(3)磷測定法，馬鈴薯、小麥澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.5%以下(以磷計)；其他澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.4%以下(以磷計)。
磷酸化磷酸二澱粉 Phosphated distarch phosphate	磷酸鹽殘留量：依(3)磷測定法，馬鈴薯、小麥澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.5%以下(以磷計)；其他澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.4%以下(以磷計)。
乙醯化磷酸二澱粉 Acetylated distarch phosphate	1. 乙醯基：依(4)乙醯基測定法，本品之乙醯基應在2.5%以下。 2. 磷酸鹽殘留量：依(3)磷測定法，馬鈴薯、小麥澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.14%以下(以磷計)；其他澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.04%以下(以磷計)。 3. 醋酸乙烯酯：依(5)醋酸乙烯酯測定法，本品之醋酸乙烯酯應在0.1

	mg/kg以下。
醋酸澱粉 Starch acetate	乙醯基：依(4)乙醯基測定法，本品之乙醯基應在2.5%以下。
乙醯化己二酸二澱粉 Acetylated distarch adipate	1. 乙醯基：依(4)乙醯基測定法，本品之乙醯基應在2.5%以下。 2. 己二酸基：依(6)己二酸基測定法，本品之己二酸基應在0.135%以下。
羥丙基澱粉 Hydroxypropyl starch	1. 羥丙基：依(7)羥丙基測定法，本品之羥丙基應在7.0%以下。 2. 丙氯仲醇殘留量：依(8)丙氯仲醇測定法，本品之丙氯仲醇殘留量應在1 mg/kg以下。
羥丙基磷酸二澱粉 Hydroxypropyl distarch phosphate	1. 羥丙基：依(7)羥丙基測定法，本品之羥丙基應在7.0%以下。 2. 丙氯仲醇殘留量：依(8)丙氯仲醇測定法，本品之丙氯仲醇殘留量應在1 mg/kg以下。 3. 磷酸鹽殘留量：依(3)磷測定法，馬鈴薯、小麥澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.14%以下(以磷計)；其他澱粉之磷酸鹽殘留量應在0.04%以下(以磷計)。
辛烯基丁二酸鈉澱粉 Starch sodium octenylsuccinate	辛烯基丁二酸基及辛烯基丁二酸殘留量：依(9)辛烯基丁二酸基及殘留辛烯基丁二酸測定法，本品之辛烯基丁二酸基應在3%以下，辛烯基丁二酸殘留量應在0.3%以下。
氧化羥丙基澱粉 Oxidized hydroxypropyl starch	丙氯仲醇殘留量：依(8)丙氯仲醇測定法，本品之丙氯仲醇殘留量應在5 mg/kg以下。
辛烯基丁二酸鋁澱粉 Starch aluminum octenyl succinate	—
丁二酸鈉澱粉 Starch sodium succinate	—
丙醇氧二澱粉 Distarchoxy propanol	—

(1) pH值測定法：

取檢品20 g，懸浮於水80 mL中(若為預糊化澱粉則取檢品3 g，懸浮於水97 mL中)，持續攪拌5分鐘，測定懸浮液之pH值。

(2) 羧基(Carboxyl groups)測定法：

取適量檢品(必要時研磨並過20 mesh或更細之篩網後混勻，過程中應避免吸濕)^(註1)，精確稱定，置於燒杯中，加稀鹽酸(1→120) 25 mL，偶爾攪拌30分鐘，

抽氣過濾，以水將燒杯內殘留物洗至濾器中，濾紙上之殘渣用水清洗至濾液不再呈氯化物反應^(註2)。殘渣再以水300 mL洗入另一燒杯中，於沸水浴^(註3)中持續攪拌加熱至澱粉糊化，再加熱15分鐘，以確認完全糊化^(註4)。以酚酞試液3滴為指示劑(或以電位法測至pH 8.3)，趁熱用0.1 N氫氧化鈉液滴定之。另做一空白試驗^(註5)，取等量之檢品，置於燒杯中，加水10 mL使成懸浮液，偶爾攪拌30分鐘，抽氣過濾，以水將燒杯內殘留物洗至濾器中，濾紙上之殘渣用水200 mL移入另一燒杯中，以下同上述步驟操作，並依下列計算式求出檢品中羧基含量：

$$\text{檢品中羧基含量(\%)} = \frac{(S - B) \times 0.45}{W}$$

S：檢品試驗之0.1 N氫氧化鈉液消耗量(mL)

B：空白溶液之0.1 N氫氧化鈉液消耗量(mL)

W：檢品取樣乾重(g)

- 註：1. 檢品之取樣量依氧化程度，中度氧化者不超過5.0 g，高度氧化者不低於0.15 g。
2. 取濾液5 mL，加入1%硝酸銀溶液1 mL，於1分鐘內產生混濁，即表示殘存氯化物。
3. 不建議使用加熱板，過度加熱將造成檢品分解及明顯高羧基含量。
4. 藉由糊化以加速滴定及正確之終點檢測。
5. 空白試驗係以校正檢品中酸性成分，如游離脂肪酸。
6. 如為馬鈴薯澱粉，應先依(3)磷測定法測定檢品之磷含量(%），並依下列計算式求出磷酸根之羧基貢獻量並扣除以校正之。

$$\text{磷酸根之羧基貢獻量(\%)} = \frac{2 \times 45.02 \times P}{30.97} = 2.907 \times P$$

P：馬鈴薯澱粉之磷含量(%)

(3) 磷(Phosphorus)測定法

(A) 試劑之調製：

(a) 5% 鉬酸鉍溶液：取鉬酸鉍 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 50 g，溶於溫水900 mL中，冷卻至室溫，加水使成1000 mL。

(b) 0.25% 釩酸鉍溶液：取釩酸鉍 (NH_4VO_3) 2.5 g，溶於沸水600 mL中，冷卻至60~70°C，加硝酸20 mL，冷卻至室溫，加水使成1000 mL。

(c) 10% 醋酸鋅溶液：取醋酸鋅 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 120 g，溶於水880 mL中，臨用前經濾紙過濾。

(B) 標準溶液之配製：取磷酸二氫鉀 (KH_2PO_4) 439.4 mg，精確稱定，溶於水並定容至1000 mL，本液1 mL相當於100 µg之磷(P)。

(C) 標準曲線之製作：

分別量取標準溶液0、5.0、10.0及15.0 mL，各依序加硝酸溶液(1→3)、0.25%

釩酸鉍溶液及5%鉬酸鉍溶液各10 mL，每加1種溶液即混合均勻，再加水定容至100 mL，靜置10分鐘，以空白溶液歸零，於波長460 nm測其吸光值。以吸光值與對應之磷濃度(mg/100 mL)製作標準曲線。

(D) 檢品之預處理：

- (a) 冷水不可溶性澱粉：取檢品20~25 g，置於250 mL燒杯中，加甲醇：水(7:3, v/v)溶液200 mL，分散檢品，激烈攪拌15分鐘，抽氣過濾，殘渣以甲醇：水(7:3, v/v)溶液200 mL清洗，再將殘渣以甲醇：水(7:3, v/v)溶液200 mL懸浮，重複上述過濾及清洗步驟1次。將殘渣於50°C乾燥後，研磨成可通過20 mesh或更細篩網之粉末。取此粉末5 g，於120°C真空(≤ 100 mmHg)烘箱中乾燥5小時，測其乾物重。
- (b) 預糊化澱粉及其他水可溶性澱粉：取檢品加水調製成1~2%之澱粉糊，置於玻璃紙透析膜(cellophane tube)中，以流水透析30~40小時，將透析過之溶液一邊攪拌一邊加入至相當於4倍澱粉糊體積之丙酮，以沉澱澱粉，抽氣過濾，殘渣以絕對乙醇200 mL清洗，再將殘渣以絕對乙醇200 mL懸浮，重複上述過濾及清洗步驟1次。將殘渣於50°C乾燥後，研磨成可通過20 mesh或更細篩網之粉末。取此粉末5 g，於120°C真空(≤ 100 mmHg)烘箱中乾燥5小時，測其乾物重。

(E) 檢品溶液之調製：

取上述經預處理之檢品粉末約10 g，精確稱定，置於蒸發皿(Vycor dish)中，緩緩加入10%醋酸鋅溶液10 mL，使均勻分布於檢品粉末中，於加熱板上加熱至乾，再繼續升溫碳化後，於550°C灰化1~2小時，冷卻，加水15 mL濕潤，再沿皿壁徐徐加硝酸溶液(1→3) 5 mL，加熱至沸騰，放冷，移入200 mL容量瓶中，以水20 mL清洗皿壁3次，洗液併入容量瓶中，以水定容。精確量取此溶液V mL(含磷量不超過1.5 mg)於100 mL容量瓶，依(C)標準曲線之製作步驟調製檢品溶液。

(F) 測定：

取檢品溶液與標準溶液，於波長460 nm測其吸光值，並依下列計算式求出檢品中磷含量：

$$\text{檢品中磷含量(\%)} = \frac{C \times 100 \times 200}{V \times W \times 10}$$

C：由標準曲線所求得檢品溶液中磷濃度(mg/100 mL)

W：檢品取樣乾重(g)

(4) 乙酰基(Acetyl groups)測定法：

取檢品約5 g，精確稱定，置於250 mL共栓錐形瓶中，加水50 mL使之懸浮，再加數滴酚酞試液，用0.1 N氫氧化鈉液滴定至呈持久粉紅色。加0.45 N氫氧化鈉溶液25 mL，塞住瓶口，以振盪器激烈振盪30分鐘後(溫度不應超過30°C，避免某些澱粉可能會糊化)，打開瓶塞，以少量水清洗瓶塞及瓶壁，用

0.2 N鹽酸液滴定多餘鹼液至粉紅色消失。另以0.45 N氫氧化鈉溶液25 mL作空白試驗，並依下列計算式求出檢品中乙醯基含量：

$$\text{檢品中乙醯基含量(\%)} = \frac{(B - S) \times N \times 0.043 \times 100}{W}$$

B：空白試驗之0.2 N鹽酸液消耗量(mL)

S：檢品溶液之0.2 N鹽酸液消耗量(mL)

N：鹽酸液之當量濃度(normality)

W：檢品取樣乾重(g)

(5) 醋酸乙烯酯(Vinyl acetate)測定法：

(A) 標準溶液之配製：

取醋酸乙烯酯標準品約100 mg，精確稱定，置於100 mL容量瓶中，以水溶解並定容，作為標準原液。臨用時取適當標準原液，以水稀釋至0.1 µg/mL，供作標準溶液。

(B) 檢品及對照溶液之調製：

取相當於乾重5 g之檢品，精確稱定，置於20 mL頂空分析瓶，加入攪拌子，加水5 mL，以瓶蓋緊密封瓶，攪拌20分鐘，供作檢品溶液。另取相當於乾重5 g之同植物來源之未修飾澱粉(unmodified starch)，精確稱定，置於20 mL頂空分析瓶，加入攪拌子及標準溶液5 mL，以瓶蓋緊密封瓶，攪拌20分鐘，供作對照溶液(含醋酸乙烯酯0.1 mg/kg)。

(C) 測定：

將檢品溶液及對照溶液之頂空分析瓶，分別以配置頂空進樣器之氣相層析儀，依下列條件進行分析。就檢品溶液與對照溶液之滯留時間比較鑑別之，且檢品溶液之波峰面積不得超過對照溶液之波峰面積。

頂空進樣測定條件：

樣品加熱溫度：70°C。

樣品加熱時間：30 min。

氣相層析測定條件：

檢出器：火焰離子化檢出器(flame ionization detector, FID)。

層析管：熔融石英毛細管柱，填充有苯乙烯-二乙烯苯共聚物(styrene-divinylbenzene polymer)，膜厚3 µm，內徑0.25 mm × 10 m，或同級品。

層析管溫度：恆溫約90~110°C。

注入器溫度：200°C。

檢出器溫度：250°C。

移動相氣體及流速：氮氣或氬氣，調整流速使醋酸乙烯酯之滯留時間約為9~11分鐘。

注入模式：分流(split)，1：10。

(6) 己二酸基(Adipate groups)測定法：

(A) 內部標準溶液之配製：

取戊二酸(glutaric acid)內部標準品約0.1 g，精確稱定，以水溶解並定容至100 mL，供作內部標準溶液(1 mg/mL)。

(B) 標準溶液之配製：

取己二酸(adipic acid)標準品約0.1 g，精確稱定，以溫水90 mL溶解，冷卻至室溫，以水定容至100 mL，作為標準原液。臨用時分別量取1、5、10及20 mL，加水定容至50 mL，供作標準溶液(0.02、0.1、0.2及0.4 mg/mL)。

(C) 檢量線之製作：

稱取同植物來源之未修飾澱粉各1.0 g，分別置於4個共栓錐形瓶中，各加入水50 mL、內部標準溶液1 mL及標準溶液5 mL，加蓋，充分振搖以分散澱粉，加4 N氫氧化鈉溶液50 mL，振搖5分鐘，將錐形瓶置於室溫之水浴槽中，小心加入鹽酸20 mL，冷卻後，將內容物移至分液漏斗中，以少量水淋洗錐形瓶，洗液併入分液漏斗中，以乙酸乙酯每次100 mL萃取3次，合併乙酸乙酯層，加無水硫酸鈉20 g，靜置10分鐘，偶爾振搖，經濾紙(Whatman No. 1)或同級品過濾，以少量乙酸乙酯清洗濾紙上殘渣及瓶壁2次，洗液併入濾液中，儘速於40°C以下減壓濃縮(6.7 kPa)使乙酸乙酯蒸發，並以氮氣將殘留之乙酸乙酯完全去除，殘留物加入吡啶(pyridine) 2 mL及*N,O*-雙三甲基矽烷基三氟乙醯胺[*N,O*-bis(trimethylsilyl)trifluoroacetamide, BSTFA] 1 mL，迅速加蓋，旋渦混合以溶解殘留物，靜置1小時，取2 mL置於樣品瓶中，迅速加蓋，供作檢量線溶液，依下列條件進行分析。就己二酸與內部標準品之波峰面積比，與對應之己二酸含量，製作檢量線。

氣相層析測定條件：

檢出器：火燄離子化檢出器(flame ionization detector, FID)。

層析管：熔融石英毛細管柱，填充有50%二苯基及50%二甲基聚矽氧烷之混合物(mixture of 50% diphenyl and 50% dimethylpolysiloxane)，膜厚0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 15 m，或同級品。

層析管溫度：初溫：120°C，5 min；

溫度上升速率：5°C/min；

終溫：150°C。

注入器溫度：250°C。

檢出器溫度：250°C。

移動相氣體及流速：氮氣，1.0 mL/min。

注入量：1 μL 。

注入模式：分流(split)，1：30。

(D) 檢品溶液之調製：

(a) 游離己二酸：

取檢品5 g，精確稱定，置於共栓錐形瓶中，加水100 mL及內部標準溶

液1 mL，振搖1小時，以0.45 μm濾膜過濾(如為預糊化澱粉或水可溶性澱粉，則毋需經濾膜過濾)，濾液或懸浮液加鹽酸1 mL，將內容物移至分液漏斗中，以下同(C)檢量線之製作，供作檢品溶液A。

(b) 總己二酸：

取檢品1 g，精確稱定，置於共栓錐形瓶中，加水50 mL及內部標準溶液1 mL，充份振搖以分散澱粉，加4 N氫氧化鈉溶液50 mL，振搖5分鐘，將錐形瓶置於室溫之水浴槽中，小心加入鹽酸20 mL，冷卻後，將內容物移至分液漏斗中，以下同(C)檢量線之製作，供作檢品溶液B。

(E) 測定：

精確量取檢品溶液及檢量線溶液各1 μL，分別注入氣相層析儀中，依(C)測定條件進行分析。就檢品溶液與檢量線溶液之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢品中己二酸基含量：

$$\text{檢品中己二酸基含量(\%)} = \left(\frac{C_T}{W_T} - \frac{C_F}{W_F} \right) \times 100$$

C_T ：由檢量線求得檢品溶液B中己二酸含量(g)

C_F ：由檢量線求得檢品溶液A中己二酸含量(g)

W_T ：總己二酸測定之檢品取樣乾重(g)

W_F ：游離己二酸測定之檢品取樣乾重(g)

(7) 羥丙基(Hydroxypropyl groups)測定法：

(A) 寧海都靈溶液之調製：

取寧海都靈(ninhydrin, $C_9H_6O_4$) 3.0 g，以5%亞硫酸氫鈉溶液溶解使成100 mL。

(B) 標準溶液之配製：

取丙二醇(propylene glycol)標準品約25 mg，精確稱定，以水定容至100 mL，作為標準原液。分別量取標準原液2、4、6、8及10 mL，加水定容至50 mL，供作標準溶液(10、20、30、40及50 μg/mL)。

(C) 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各1 mL，分別置於具玻璃塞之25 mL刻度試管內，將試管浸於冷水中，逐滴加入硫酸8 mL，混勻，將試管置於沸水浴中加熱3分鐘，立即將試管移入冰水浴中降溫。沿試管壁小心加入寧海都靈溶液0.6 mL，立即搖勻，置於25°C水浴中100分鐘，加硫酸調整溶液體積至25 mL，倒轉試管數次以混勻(不得振搖)，立即將溶液移入1 cm貯液管，靜置5分鐘，於波長590 nm測定其吸光值。就丙二醇之吸光值與對應之丙二醇濃度，製作標準曲線。

(D) 檢品溶液之調製：

取檢品50~100 mg，精確稱定，加1 N硫酸溶液25 mL，置於沸水浴中加熱溶解，冷卻，以水定容至100 mL，供作檢品溶液，必要時可稀釋以確保每

100 mL中所含羥丙基不超過4 mg。另取同植物來源之未修飾澱粉，按檢品溶液同樣操作，供作空白檢液。

(E) 測定：

取檢品溶液1 mL，置於具玻璃塞之25 mL刻度試管內，以下同(C)標準曲線之製作，測定其吸光值，並依下列計算式求出檢品中羥丙基含量，另以空白檢液依相同操作進行空白試驗校正之。

$$\text{檢品中羥丙基含量(\%)} = \frac{C \times 0.7763 \times 10 \times F}{W}$$

C：由標準曲線求得檢品溶液中丙二醇濃度($\mu\text{g/mL}$)

F：稀釋倍率

W：檢品取樣乾重(mg)

(8) 丙氯仲醇(Propylene chlorohydrin)測定法：

(A) 標準溶液之配製：

取丙氯仲醇(propylene chlorohydrin)標準品(1-氯-2-丙醇及2-氯-1-丙醇)約50 mg，精確稱定，以水定容至100 mL，作為標準原液。臨用時量取標準原液10 mL，加水定容至100 mL，供作標準溶液(50 $\mu\text{g/mL}$)。

(B) 標準品添加溶液之調製：

精確稱取檢品各50.0 g，分別置於5個共栓錐形瓶中，加1 M硫酸溶液125 mL及標準溶液0、0.5、1、2及5 mL，旋渦混合以分散檢品，蓋上栓蓋(勿拴緊)，置於沸水浴中加熱10分鐘，混勻，再加熱30分鐘，若為較難水解之澱粉(如小麥澱粉)，得延長加熱時間(90分鐘)。冷卻至室溫，以25%氫氧化鈉溶液調整pH值至7，以玻璃纖維濾紙進行抽氣過濾，以水25 mL清洗濾紙上殘渣及瓶壁，洗液併入濾液中，加無水硫酸鈉30 g，攪拌5~10分鐘使溶解，移入分液漏斗中，以水25 mL清洗瓶壁，洗液併入分液漏斗中，若仍有沉澱物，則再以少量水充分攪拌使完全溶解，併入分液漏斗中，以乙醚每次50 mL萃取5次，合併乙醚層，加無水硫酸鈉3 g，靜置數分鐘後以濾紙過濾，以乙醚25 mL清洗濾紙及瓶壁，洗液併入濾液中，於40°C水浴濃縮至4 mL，冷卻，移入5 mL容量瓶，以乙醚定容，供作標準品添加溶液(添加濃度為0、5、10、20及50 $\mu\text{g/mL}$)。

(C) 測定：

精確量取標準品添加溶液各1 μL ，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行分析。就丙氯仲醇之兩主要波峰(1-氯-2-丙醇及2-氯-1-丙醇)之波峰面積和(y軸)，與對應之丙氯仲醇添加濃度(x軸)，製作線性回歸曲線($y=mx+n$)，並依下列計算式求出檢品中丙氯仲醇殘留量。

$$\text{檢品中丙氯仲醇殘留量(mg/kg)} = \frac{C \times 5}{W}$$

C：由n/m求得檢品溶液中丙氯仲醇之濃度($\mu\text{g/mL}$)

W：檢品取樣乾重(g)

氣相層析測定條件：

檢出器：火燄離子化檢出器(flame ionization detector, FID)。

層析管：熔融石英毛細管柱，填充有聚乙二醇(polyethylene glycol)，膜厚
0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 30 m，或同級品。

層析管溫度：初溫：40°C，2 min；

溫度上升速率：5°C/min；

中溫：80°C，8 min；

溫度上升速率：25°C/min；

終溫：230°C，5 min。

注入器溫度：150°C。

檢出器溫度：230°C。

移動相氣體及流速：氮氣或氦氣，調整流速使1-氯-2-丙醇之滯留時間約為
15分鐘。

注入量：1 μL 。

注入模式：不分流(splitless)。

(9) 辛烯基丁二酸基(Octenylsuccinyl groups)及殘留辛烯基丁二酸(residual octenylsuccinic acid)測定法：

(A) 移動相溶液之調製：

取0.1%磷酸溶液與乙腈以1：1 (v/v)之比例混勻後，經0.45 μm 濾膜過濾，取
濾液供作移動相溶液。

(B) 標準溶液之配製：

取辛烯基丁二酸酐(octenylsuccinic anhydride)標準品約20 mg，精確稱定，加
0.1 N氫氧化鉀溶液10 mL，加蓋，於80°C加熱3小時，冷卻，加磷酸溶液(1
→200) 8 mL，以去離子水定容至20 mL，取此溶液2 mL，以去離子水定容至
20 mL，作為標準原液。臨用時取標準原液1、2、5及10 mL，加去離子水定
容至20 mL，供作標準溶液(5、10、25及50 $\mu\text{g/mL}$)。

(C) 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各20 μL ，分別注入液相層析儀中，依下列條件進行分析。
就辛烯基丁二酸酐之兩主要波峰(*cis*-2-octenylsuccinic acid及
trans-2-octenylsuccinic acid)之波峰面積和，與對應之辛烯基丁二酸酐濃度，
製作標準曲線。

液相層析測定條件：

紫外光檢出器：定量波長205 nm。

層析管：L-Column ODS-V，5 μm ，內徑4.6 mm \times 25 cm，或同級品。

層析管溫度：40°C。

注入量：20 μL 。

移動相溶液：依(A)所配製之溶液。

移動相流速：調整流速使主要波峰之滯留時間約為9分鐘。

(D) 檢品溶液之調製：

(a) 游離辛烯基丁二酸：

取檢品0.1 g，精確稱定，加甲醇20 mL，振搖至少18小時，以3000 rpm 離心5分鐘，取上清液10 mL，於40°C下減壓濃縮至乾，殘留物以去離子水溶解並定容至5 mL，供作檢品溶液A。

(b) 總辛烯基丁二酸：

取檢品20 mg，精確稱定，加0.1 N氫氧化鉀溶液10 mL溶解，加蓋，於80°C加熱3小時，冷卻，加磷酸溶液(1→200) 8 mL，以去離子水定容至20 mL，供作檢品溶液B。

(E) 測定：

精確量取檢品溶液及標準溶液各20 μL，注入液相層析儀中，依(C)條件進行分析。就檢品溶液與標準溶液之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢品中辛烯基丁二酸基含量及辛烯基丁二酸殘留量：

$$\text{檢品中辛烯基丁二酸殘留量(\%)} = \frac{C_A \times 1.086}{W_A \times 1000}$$

$$\text{檢品中辛烯基丁二酸基含量(\%)} = \frac{C_B \times 1.086}{W_B \times 500} - \frac{C_A \times 1.086}{W_A \times 1000}$$

C_A ：由標準曲線求得檢品溶液A中辛烯基丁二酸酐之濃度(μg/mL)

C_B ：由標準曲線求得檢品溶液B中辛烯基丁二酸酐之濃度(μg/mL)

W_A ：游離辛烯基丁二酸測定之檢品取樣乾重(g)

W_B ：總辛烯基丁二酸測定之檢品取樣乾重(g)

參考文獻：

1. FAO. 2014. Modified starches monograph 16. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.
[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph16/additive-287-m16.pdf]
2. FAO. 2018. Modified starches monograph 22. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.
[<http://www.fao.org/3/ca3740en/ca3740en.pdf>]
3. United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Food starch, modified. Food Chemical Codex 9. pp. 496-499. United States Pharmacopeial Convention, Inc. Rockville, MD, USA.
4. 厚生労働省。2018。アセチル化酸化デンプン。第9版食品添加物公定書。

382-383頁。東京。

5. 厚生労働省。2018。ヒドロキシプロピル化リン酸架橋デンプン。第9版食品添加物公定書。843-845頁。東京。
6. 厚生労働省。2018。アセチル化リン酸架橋デンプン。第9版食品添加物公定書。383-384頁。東京。