寵物食品中丙二醇之檢驗方法

Method of Test for Propylene Glycol in Pet Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於寵物食品中丙二醇(Propylene Glycol)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取及淨化後，以氣相層析質譜儀(GC-MS-MS) 分析之方法。

2.1. 裝置：

2.1.1. 氣相層析質譜儀：

2.1.1.1. 離子源：電子游離(electron ionization，EI)。

2.1.1.2. 層析管：DB-WAX毛細管，內膜厚度0.25 µm，內徑0.25 mm × 60 m，或同級品。

2.1.2. 超音波震盪器。

2.2. 試藥：無水乙醇及無水硫酸鈉採用試藥級；1,2-丙二醇對照用標準品。

2.3. 器具及材料：

2.3.1. 附蓋子螺旋錐形瓶：250 mL。

2.3.2. 容量瓶： 10 mL。

2.4. 標準溶液之配製：

取1,2-丙二醇對照用標準品約100 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至10 mL，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以無水乙醇稀釋至5~25 µg/mL，供作標準溶液。

2.5. 檢液之調製：

將檢體均質後，取約5 g，精確稱定，置於250 mL具塞錐形瓶中，加入50 mL無水乙醇，漩渦混勻2分鐘，震盪萃取40分鐘，靜置1小時後，通過無水硫酸鈉(約2g)過濾，所得濾液供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 µL，分別注入氣相層析質譜儀中，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型態及選擇離子偵測相對強度(註1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中丙二醇之含量(µg/mL)：

$$\text{檢體中丙二醇之含量(µg/mL)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中丙二醇之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

氣相層析質譜測定條件(註 2)：

層析管溫度：初溫：80°C，1 min；

升溫速率：20°C/min；

中溫：190°C，5 min；

升溫速率：10°C/min；

終溫：220°C，10 min。

載流氣體及流速：氦氣，1mL/min

注入器溫度(Injector temperature)：230°C。

注入模式：分流進樣，分流比3:1。

注入量：1μL。

離子化模式：電子游離(EI)，70 eV。

離子源溫度：230°C。

偵測模式：選擇離子偵測(selected ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表：

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
1,2-丙二醇	61	45，43

註：

1. 相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得(≦100%)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
＞50	± 20
＞20 ~ 50	± 25
＞10 ~ 20	± 30
≤ 10	± 50

2. 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 75 ppm。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. GB 5009.251-2016。食品中1,2-丙二醇的測定。
2. SN/T 5112-2019。進出口食用動物、飼料丙二醇含量測定氣相層析法及氣相層析質譜法。