

魚肝油(原油)檢驗法

總號 1 2 2 3

類號 K 6 1 1 4

Method of Test for Crude Liver Oil

1. 適用範圍：本標準規定每公克含維生素 A 800 國際單位以上之魚肝油原油之檢驗方法。

2. 維生素 A：依下列方法測定之。

2.1 試藥：所有之試藥不得含有過氧化物。

2.1.1 酒精：以試藥用酒精還元再蒸餾(加氫氧化鉀及鋅末)，除去初餾及後餾份各 10%。

2.1.2 異丙醇：純度 99%，以再蒸餾水為對照用 10 mm 矽製液槽測定其吸光度，其吸光度應予在 350 至 320 m μ 之間 0.01 以下，在 300 m μ 0.05 以下。

2.1.3 無水硫酸鈉：化學試藥級。

2.1.4 乙醚：以試藥級乙醚再蒸餾後除去前後餾份 10%，不得含有過氧化物，用 10 mm 矽製液槽測定其吸光度以再餾水為對照，在 300 至 350 m μ 不得有吸收。

2.1.5 50% (W/V) 氫氧化鉀溶液。

2.2 試驗方法

2.2.1 皂化：稱取魚肝油適當量(以其維生素 A 之含量而定)加 30 ml 酒精及 3 ml 之氫氧化鉀溶液用褐色皂化瓶(不可用橡皮或木塞)在水浴上還餾煮沸 30 分鐘。

2.2.2 抽出：冷卻後加水 30 ml 移至褐色分液漏斗(Sguibb 式較為適當)用乙醚一次 40 ml 反覆抽出四次，將乙醚集中在另一個分液漏斗用水每次 50 ml 洗之乙醚抽水液，起初靜靜地搖，第三次後用力搖動洗至洗液加酚酞不現色為止，然後將乙醚移到水浴上蒸發約 50 ml 加入 5 至 10 公克之無水硫酸鈉放置數分鐘後過濾至 100 ml 之定量瓶，無水硫酸鈉用乙醚洗後，加三氯化銻(SbCl₃)不得呈青色。2.2.3 測定：將乙醚抽出液取出適當量，不加熱在真空中或吹入 N₂ 或 CO₂ 氣體蒸發乙醚，殘渣溶解於適當量之異丙醇，(使其在 325 m μ 之吸光度為 0.4 至 0.8 之範圍，或 1 ml 中含有 8 至 15 國際單位之維生素之濃度)，將此異丙醇溶液用分光光度計測定其 310, 325, 334 m μ 之吸光度。

2.2.4 計算：從上面求得之吸光度用新改訂之 Morton-Stubbs-Oser 之補正公式求出補正率 f

$$f = 6.815 \cdot E_{325} - 2.555 \cdot E_{310} - 4.25 \cdot E_{334}$$

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ 325 m}\mu \text{ 乘以 } f, \text{ 再乘以換算係數 } 1830 \text{ 就得維生素 A 值}$$

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ 325 m}\mu \times f \times 1830 = \text{I. U./g}$$

註：E₃₂₅, E₃₁₀, E₃₃₄, 係表示各波長之吸光度。
$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} \text{ 325 m}\mu \text{ 係表示 } 1\% \text{ 溶液用 } 10 \text{ mm 液槽, } 325 \text{ m}\mu \text{ 之吸光度依下式計算維生素 A 含量}$$

$$\text{維生素 A (mg)} = 0.549 [A_{325}] / L \cdot C$$

式內：A₃₂₅ 為 325 m μ 之吸光度測定值

L 為吸收槽之長度 (cm)

C 為樣品重量 (g)

上式內常數 0.549 改為 1830 即得維生素 A 之 USP 單位。

3. 游離脂肪酸：取魚肝油樣品 5 至 10 g 精確稱定，移置 300 ml 之三角燒瓶中，加中性酒精乙醚溶液 150 ml 使充分混和後，滴入酚酞試液數滴作為指示劑以 N/10 氫氧化鉀液滴定至呈淡紅色為止，並依下式計算游離脂肪酸之百分數。

$$\text{游離脂肪酸 (以油酸計算), \%} = \frac{\text{N/10 氫氧化鉀液使用量 (ml)} \times 5.61 \times 0.5}{\text{試料 (g)}}$$

註：1. 酒精乙醚溶液之配法：係酒精對乙醚之容積比率 (1:1) 配合之。

2. 如樣品中游離脂肪酸含量甚多時，取樣量宜減至 5 g 以下較佳。

3. 樣品之顏色濃厚時宜使用適當之指示劑。

4. 以氫氧化鉀液滴定時因由於酚酞所呈淡紅色之終點，隨時間過逝，顏色會消失故不得再繼續施行滴定。

4. 水分：預先稱取海砂或輕石末約 20 g 置於白金皿(或用鎳，及鋁製蒸發皿)並另附一小玻璃棒一併乾燥稱量後，再取樣品約 1 至 2 g，加入皿內，精確稱定，用玻璃棒攪拌均勻，在水浴上時加攪拌，使其蒸發乾涸後，移入乾燥器內在 100 至 105°C 乾燥至恒量，然後稱量計算水分。

5. 雜質：稱準樣品約 50 g 於燒杯中投入乙醚約 250 ml 使溶解後以重量已知之濾紙施行過濾，燒杯及附着於濾紙上之油污分，繼續以乙醚洗淨，完全除去油分後，經乾燥稱量求其增加量，則得雜質重量並依下式計算雜質之百分數。

$$\text{雜質, \%} = \frac{\text{濾紙增重 (g)}}{\text{試料 (g)}} \times 100$$

公布日期
49 年 4 月 23 日

經濟部標準檢驗局印行

修訂日期
52 年 7 月 4 日