

食品添加物規格檢驗方法－焦磷酸鐵修正總說明

為加強食品添加物規格檢驗之管理，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」，並配合焦磷酸鐵之規格標準，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－焦磷酸鐵」，其修正要點如下：

- 一、修正「性狀」、「鑑別」、「熾灼減重」及「含量測定」。
- 二、「砷」、「鉛」及「汞」改依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」進行分析。
- 三、增列「參考文獻」。

食品添加物規格檢驗方法－焦磷酸鐵修正對照表

修正規定	現行規定	說明
08033 焦磷酸鐵 Ferric Pyrophosphate (Iron Pyrophosphate) 分子式：$\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 分子量(無水物)：745.22 1.含量：本品所含鐵(Fe)含量應為 24.0～26.0%。 2.性狀：本品為黃褐色或黃白色之無臭粉末，不溶於水而可溶於礦酸中。 3.鑑別：取本品 500 mg，溶於稀鹽酸(1→3) 5 mL 中，並加入過量之 1 N 氫氧化鈉試液，則生成紅褐色沈澱，靜置數分鐘後，過濾，棄最初數毫升之濾液，取澄清濾液 5 mL，加入溴酚藍試液 1 滴，以 1 N 鹽酸液滴定至呈綠色，加入硫酸鋅溶液(1→8) 10 mL，並調整 pH 值至 3.8(綠色)，則生成白色沈澱。 4.砷：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，其所含砷(As)應在 3 ppm 以下。 5.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 10 ppm 以下。 6.汞：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，其所含汞(Hg)應在 3 ppm 以下。 7.熾灼減重：本品於 800℃ 熾灼 1 小時，按照熾灼減重檢查法(附錄 A-5)檢查之，其減失重量不得超過 20%。 8.含量測定：取本品約 3.5 g，精確稱定，溶於稀鹽酸(1→3) 75 mL，加熱沸騰 5 分鐘，冷卻，移入 100 mL 容量瓶，加稀鹽酸(10%)定容至 100 mL，取 25	08033 焦磷酸鐵 Ferric Pyrophosphate (Iron Pyrophosphate) 分子式：$\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 分子量(無水物)：745.22 1.含量：本品所含鐵(Fe)含量應為 24.0～26.0%。 2.性狀：本品為黃褐色～黃白色之無臭粉末，不溶於水而可溶於礦酸中。 3.鑑別：取本 500 mg，溶於稀鹽酸(1→2) 5 mL 中，並加入過量之氫氧化鈉溶液，則生成紅褐色沈澱，靜置數分鐘後，過濾，棄其最初數毫升之濾液，然後取澄清濾液 5 mL，加入溴酚藍試液 1 滴，以 1 N 鹽酸滴定至呈綠色，然後加入硫酸鋅溶液(1：8) 10 mL，並調整 pH 值至 3.8，則液呈綠色，並生成白色沈澱。 4.砷：取本品 2.0 g 置於蒸餾瓶(B)，加鹽酸 50 mL 及氯化亞銅 5 g，裝妥蒸餾裝置，從三角瓶(F)慢慢抽氣至其水溶液持續產生氣泡，加熱煮沸三角瓶(BA)之溶液，蒸餾，以三角瓶(D)收集餾液 30～35 mL，將餾液移至 50 mL 定量瓶，並加水定容至 50 mL，作為檢品溶液。另各取砷標準溶液(1 mL=1 µg As) 6 mL 及水 6 mL，按上述方法同樣操作，分別製成標準溶液及空白溶液。取檢品溶液、標準溶液及空白溶液各 25 mL 於發生瓶內，按照砷檢查第Ⅱ法(附錄 A-8，但鋅顆粒改用 Devarda's metal 檢查之，其含砷(以 As 計)應在 3 ppm 以下。 5.鉛：取本品 1.0 g，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在 10 ppm 以下。	一、修正「性狀」、「鑑別」、「熾灼減重」及「含量測定」。 二、「砷」、「鉛」及「汞」改依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」進行分析。 三、增列「參考文獻」 四、增修訂部分文字。

mL，加稀鹽酸(10%)100 mL，再加熱煮沸 5 分鐘，趁熱一面攪拌一面滴加氯化亞錫·鹽酸試液至鐵被還原，即黃色消失，再加 2 滴之氯化亞錫·鹽酸試液，加水約 50 mL，冷卻至室溫，再一面劇烈攪拌一面加入氯化汞飽和溶液 15 mL，放置 5 分鐘，加硫酸·磷酸混合液 15 mL 及二苯胺磺酸鉍試液 0.5 mL，用 0.1 N 重鉻酸鉀液滴定之，終點為紅紫色，每 mL 之 0.1 N 重鉻酸鉀液相當於 5.585 mg 之 Fe。 參考文獻： <u>United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Ferric pyrophosphate. Food Chemical Codex 9. pp. 481-483. United States Pharmacopeial Convention, Inc. Rockville, MD, USA.</u>	6.汞：取本品 5 g，置於 150 mL 燒杯，加王水(HCl:HNO₃=3:1, v/v) 25 mL，覆蓋錶玻璃，在常溫放置 5 分鐘，加熱慢慢沸騰約 5 分鐘，放冷，加水定容至 250 mL，混合均勻，取此液 50 mL，置於 150 mL 燒杯，加稀硫酸(1→5) 1 mL 及預經過濾之高錳酸鉀溶液(1→25) 1 mL，加熱慢慢沸騰約 5 分鐘，放冷，做為檢品溶液，另取汞標準溶液 1.25、2.50、5.00、7.50 及 10.0 mL(相當於 0.125、0.250、0.500、0.750 及 1.00 µg Hg)，按照檢品溶液同樣方法調製作成空白溶液及對照標準溶液。然後將檢品溶液、空白溶液及對照標準溶液各加鹽酸羥銨溶液(1→10)數滴，使氫氧化錳消後，各洗入 125 mL 氣體洗瓶內，加水稀釋成約 55 mL，各置入磁鐵攪拌，一面攪一面滴加鹽酸羥銨溶液(1→10)，使錳之顏色消失為止，各加 10%氯化亞錫溶液 15 mL，立即以原子吸光分光譜儀測定之，其所含汞不得超過 3 ppm。 7.熾灼減重：本品於 800℃熾灼 1 小時，其減失重量不得超過 20%(附錄 A-5)。 8.含量測定：取本品約 3.5 g，精確稱定，溶於稀鹽酸(1→2) 75 mL，加熱煮沸 5 分鐘，冷卻，移入 100 mL 容量瓶，加稀鹽酸定容至 100 mL，取其 25 mL，加稀鹽酸 100 mL，再加熱煮沸 5 分鐘然後一面攪拌，一面滴加氯化亞錫試液至鐵被還原，而黃色消失，再加剛好 2 滴之氯化亞錫試液，加水約 50 mL，冷卻至室溫，而激烈攪拌一面加入氯化汞飽和溶液 15 mL，然後放置 5 分鐘，加硫酸·磷酸混合液 15 mL，二苯胺磺酸鉍試液 0.5 mL，用 0.1 N 重鉻酸鉀液滴定之，終點	
--	---	--

	為紅紫色，每 mL 之 0.1 N 重鉻 酸鉀液相當於 5.585 mg 之 Fe。	
--	---	--