

# 110 年度食品中食品添加物檢驗方法推廣訓練班

一、目的：本訓練班將針對食藥署公開之「食品中溴酸鹽之檢驗方法」，進行詳細說明，另外針對「食品中甜味劑及著色劑之檢驗方法」進行複習來加深學員印象，最後再進行綜合討論解答細節問題。期許透過本次活動能將最新的檢驗方法推廣給各縣市政府衛生局實驗室及民間實驗室，進而提升全國食品檢驗技術及效率。

二、時間：110 年 10 月 7 日(四) 13:30 至 17:30

三、辦理方式：線上視訊

四、主辦單位：衛生福利部食品藥物管理署

五、承辦單位：台灣優良食品發展協會

六、訓練對象：衛生福利部認證實驗室、地方政府衛生局實驗室、食品藥物管理署各區管中心及品質監督管理組

七、人數：60 人(名額有限，請儘速報名)

八、報名方式：一律採線上報名，報名截止日為 **110 年 10 月 1 日** 或 **額滿** 為止，

報名網址 <https://reurl.cc/kLNM0G>



九、議程：

課程時間	課程題目	講師/主持
13:30~14:00	報到	台灣優良食品發展協會
14:00~14:10	主席致詞	食品藥物管理署
14:10~15:00	食品中溴酸鹽之檢驗方法	食品藥物管理署 方俊仁 技士
	食品中甜味劑檢驗方法	食品藥物管理署 林巧欣 技士
15:00~15:20	休息時間	台灣優良食品發展協會
15:20~16:10	食品中著色劑多重檢驗方法	食品藥物管理署 曾惠君 技士
	食品添加物檢驗常見 Q&A	食品藥物管理署 許哲綸 技正
16:10~16:50	實作觀摩	食品藥物管理署
16:50~17:30	綜合討論	食品藥物管理署
17:30~	賦歸	

# 110年度食品中食品添加物檢驗方法 推廣訓練班

食品中溴酸鹽之檢驗方法  
(液相層析串聯質譜法)

研檢組 摻偽及不法藥物科



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 食品中溴酸鹽(bromate)之檢驗

分析步驟	舊方法 <sup>1</sup>	新方法 <sup>2</sup>
基質	麵粉、麵包、餅乾	麵粉、洋芋片
萃取	去離子水，超音波萃取	70% ACN，超音波萃取
淨化	串聯 <b>2組離子層析管柱</b> 進行線上淨化	以 <b>固相萃取匣</b> 淨化
分析	高效離子層析儀-電導度 <b>(HPIC-CD)</b>	液相層析串聯質譜儀 <b>(LC-MS/MS)</b>
定量極限	0.1 mg/kg <sup>3</sup>	0.05 mg/kg

<sup>1</sup>食品藥物研究年報, 2010,1, 1 「以線上淨化高效離子層析法分析食品中溴酸鹽」

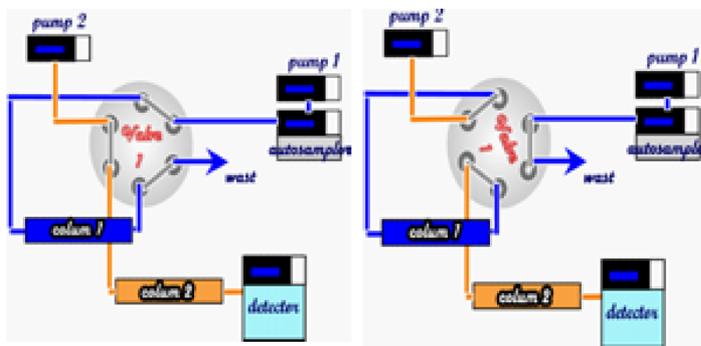
<sup>2</sup>於109年11月6日公開之建議檢驗方法「食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)」

<sup>3</sup>年報中未載明定量極限，以標準曲線最低點計算而得

# 食品中溴酸鹽(bromate)之檢驗

## 舊方法缺點

- 需**特殊儀器**配置
  - 使用**2組**離子層析管柱線上淨化
  - 需要**2組**幫浦
  - 需優化分向閥之切換時間
  - 管柱壓力較高，管柱壽命易減損



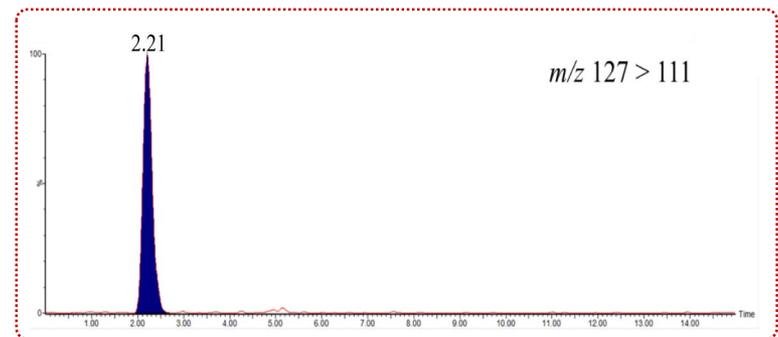
1-5 分鐘與 6 分鐘後之管路模式

5-6 分鐘時之管路模式

圖一、線上淨化雙管柱離子層析分向閥及流向示意圖

## 新方法優化

- 使用一般實驗室常見之儀器配置
- 搭配質譜儀分析，可較有效排除基質中干擾物之影響



世界衛生組織於1986年公布溴酸鉀有致癌的潛在危害。

各國法規：

我國：曾為我國准用於麵粉之食品添加物，可作為麵粉改良劑，於1994年公告禁用

美國：准用於麵粉(50 mg/kg)<sup>1</sup>及全麥麵粉(75 mg/kg)<sup>2</sup>中

日本：准用於麵包使用之麵粉原料中(30 mg/kg)，最終食品中必需去除該添加物<sup>3</sup>

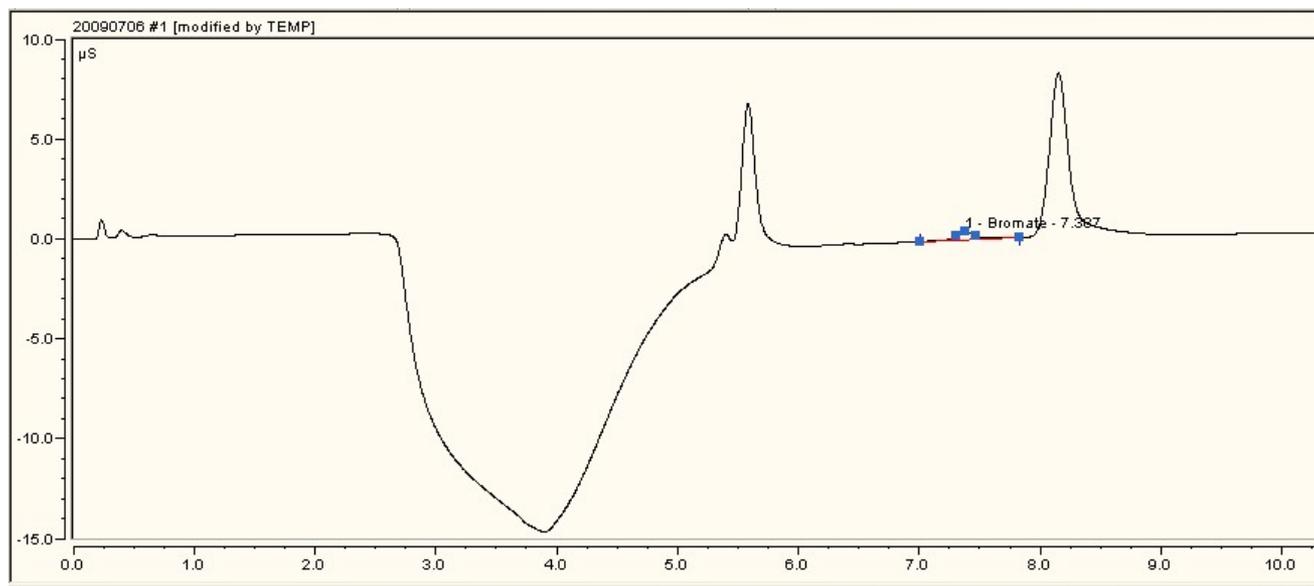
**2007年中國大陸於洋芋片中檢出含溴酸鉀**



<sup>1</sup>U.S. Food and Drug Administration. 2020. Sec. 137.155. Code of Federal Regulations Title 21.

<sup>2</sup>U.S. Food and Drug Administration. 2020. Sec. 136.110. Code of Federal Regulations Title 21.

<sup>3</sup>厚生労働省。2021。臭素酸カリウム。食品添加物使用基準。



## IC使用之限制

- 感度不佳
- 定性鑑別能力較差(僅能依靠滯留時間區分)
- 食品基質中基質干擾嚴重
- 儀器裝置組裝困難(雙管柱系統，淨化管柱-分析管柱)

# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(1/8)

- 適用範圍：本檢驗方法適用於麵粉及洋芋片中溴酸鹽(bromate)之檢驗
- 檢驗方法：檢體經萃取及淨化後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)分析之方法



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(2/8)

## 裝置器具

液相層析串聯質譜儀：

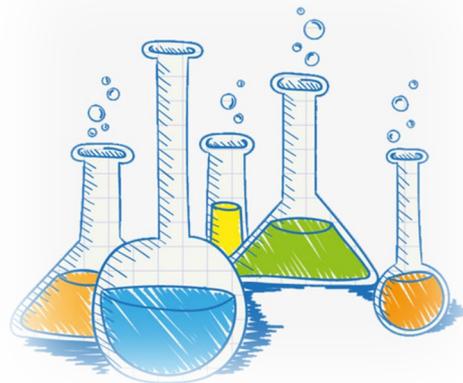
離子源：電灑離子化 (electrospray ionization, ESI)

層析管：ACQUITY UPLC BEH Amide Column或同級品

離心機(可達 5000  $\times g$  以上，且溫度控制可達 5°C以下者)

超音波振盪器

固相真空萃取裝置 (固相萃取匣：C18)



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(3/8)

## 試藥

乙腈(Acetonitrile)

去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm 以上)

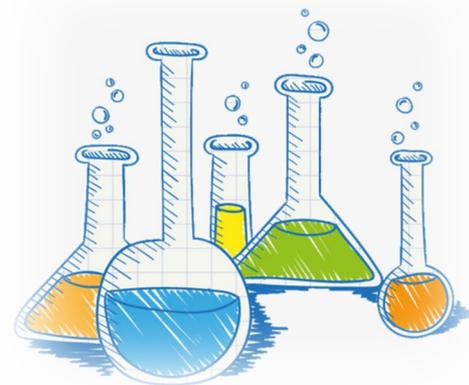
甲酸銨(Ammonium formate)

溴酸鉀(Potassium bromate)對照用標準品

## 溶液配製及調製

70%乙腈溶液之調製：

取乙腈700 mL，加去離子水使成1000 mL



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(4/8)

## 標準溶液配製

- ✓ 取相當於含溴酸鹽約10 mg之對照用標準品
- ✓ 精確稱定
- ✓ 以70%乙腈溶液溶解並定容至10 mL
- ✓ 作為標準原液冷藏貯存
- ✓ 臨用時取適量標準原液
- ✓ 以70%乙腈溶液稀釋至5~100 ng/mL，供作標準溶液

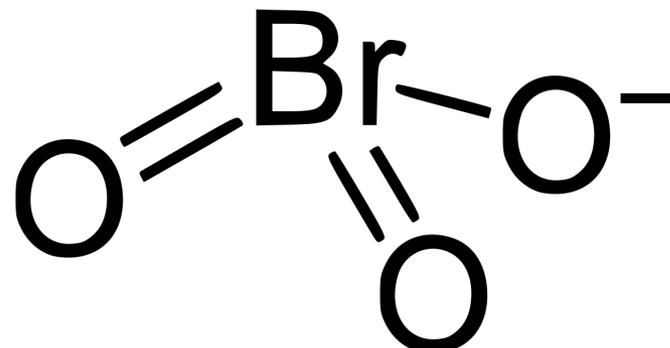
1000 mg/L  
bromate in water

(市售品)

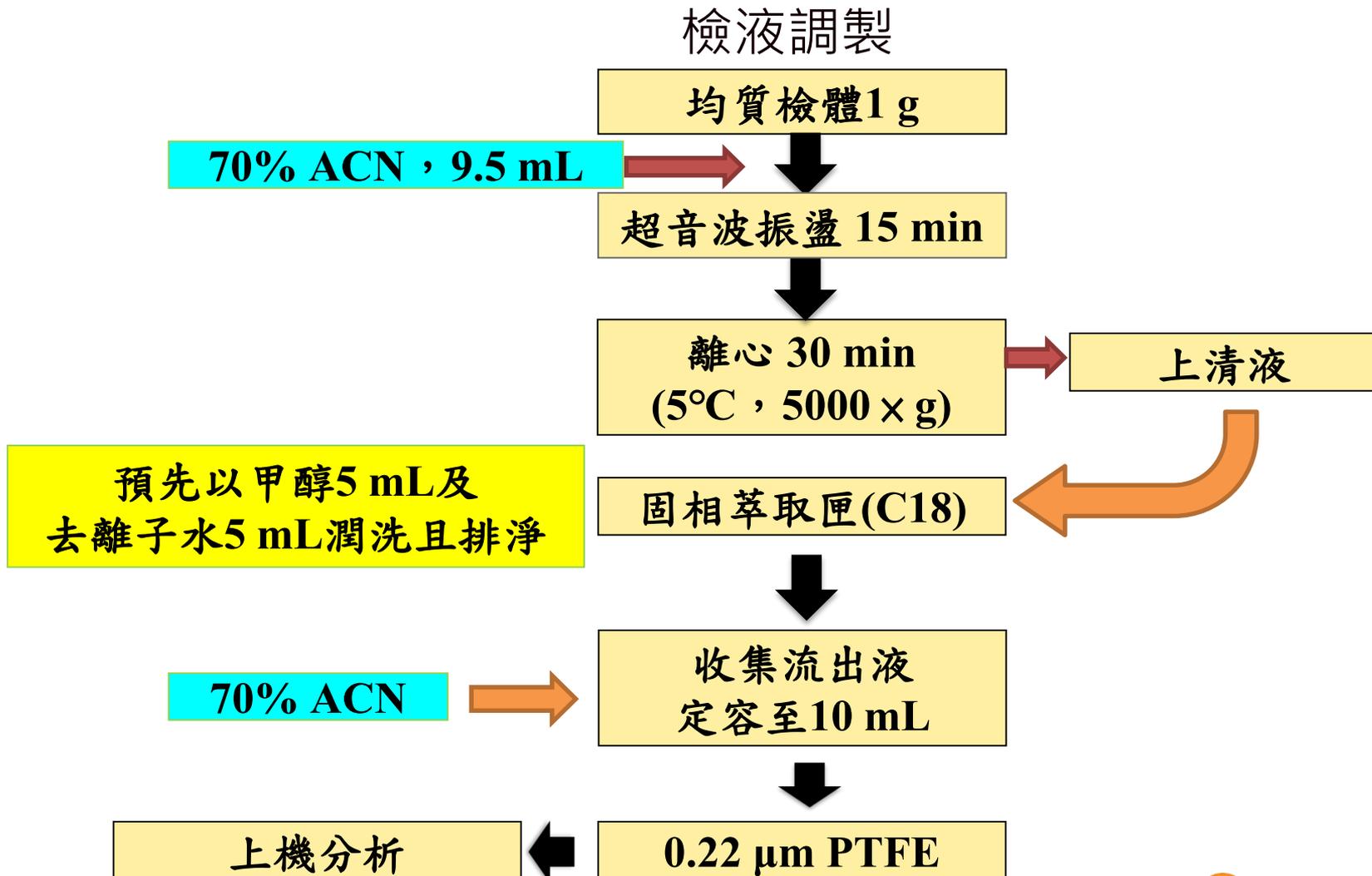
$$13.04(\text{mg}) \times \frac{127.9}{167.0} \cong 10(\text{mg})$$

溴酸鉀分子量( $\text{KBrO}_3$ ) : 167.0

溴酸鹽分子量( $\text{BrO}_3^-$ ) : 127.9



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(5/8)



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(6/8)

## 液相層析串聯質譜測定條件

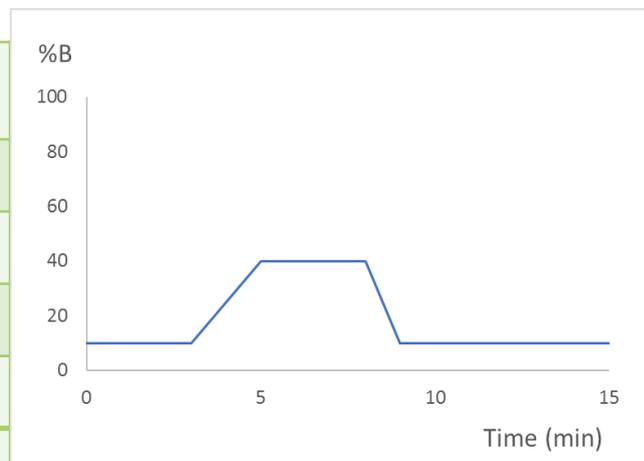
層析管：ACQUITY UPLC BEH Amide Column，1.7  $\mu\text{m}$ ，內徑2.1 mm  $\times$  10 cm

層析管溫度：40°C

移動相流速：0.3 mL/min

注入體積：2  $\mu\text{L}$

Time (min)	A (%) H <sub>2</sub> O (含50mM 甲酸胺)	B (%) ACN
0.0 $\rightarrow$ 3.0	10 $\rightarrow$ 10	90 $\rightarrow$ 90
3.0 $\rightarrow$ 5.0	10 $\rightarrow$ 40	90 $\rightarrow$ 60
5.0 $\rightarrow$ 8.0	40 $\rightarrow$ 40	60 $\rightarrow$ 60
8.0 $\rightarrow$ 9.0	40 $\rightarrow$ 10	60 $\rightarrow$ 90
9.0 $\rightarrow$ 15.0	10 $\rightarrow$ 10	90 $\rightarrow$ 90



# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(7/8)

## 液相層析串聯質譜測定條件

電灑離子化負離子(ESI<sup>-</sup>)：

- ✓ 毛細管電壓(Capillary voltage)：1.5 kV
- ✓ 離子源溫度(Ion source temperature)：150°C
- ✓ 溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：450°C
- ✓ 進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：150 L/hr
- ✓ 溶媒揮散流速(Desolvation flow)：950 L/hr

多重反應偵測 (Multiple Reaction Monitoring, MRM)：

偵測離子對	Cone/Collision Energy (V)
127 > 111 (定量)	40 / 20
129 > 113 (定性)	40 / 20

# 食品中溴酸鹽之檢驗方法(TFDAA0084.00)(8/8)

## 鑑別試驗及含量測定

$$\text{檢體中溴酸鹽之含量(mg/kg)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢體中溴酸鹽之含量(ng/mL)

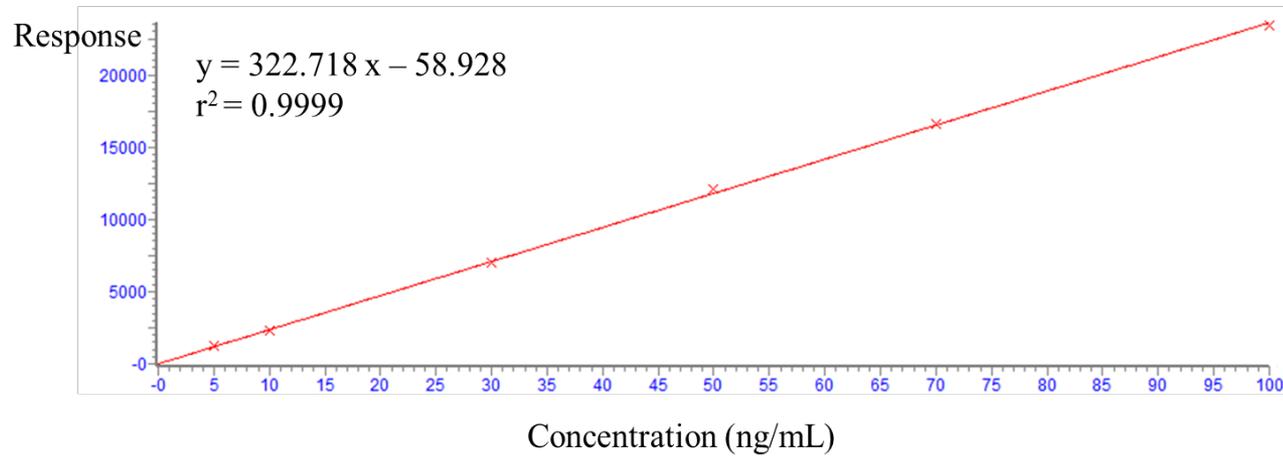
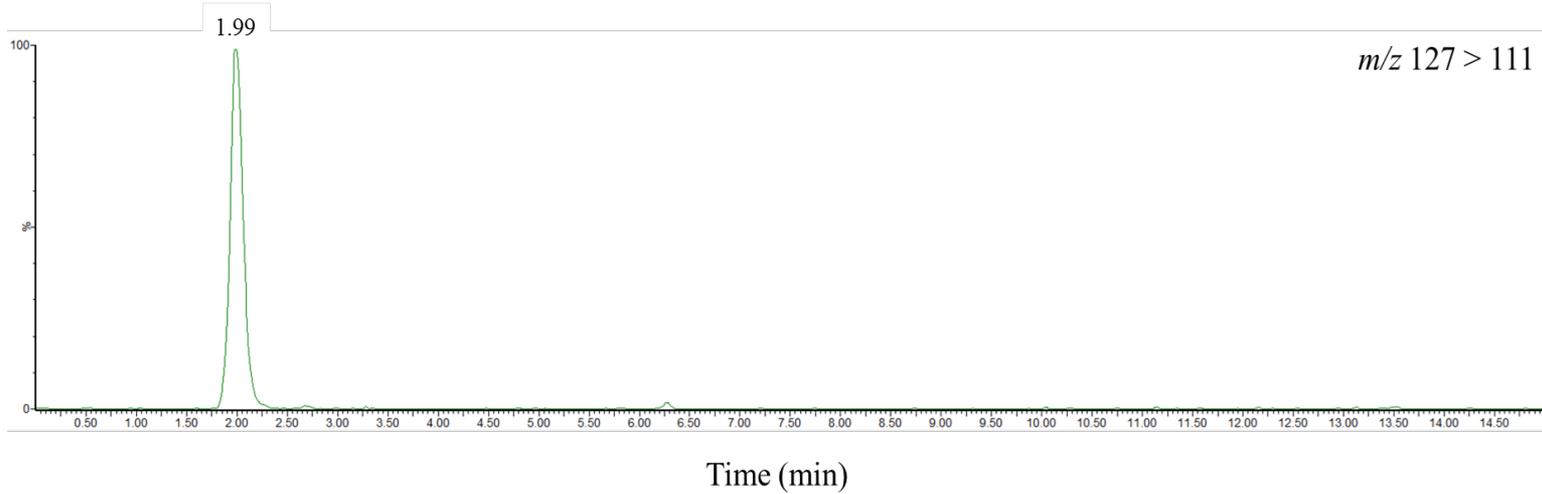
V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

### 附註

1. 本檢驗方法之定量極限為**0.05 mg/kg**
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討

# 實驗結果



# 實驗結果

## 確效數據

### 麵粉

添加濃度 (mg/kg)	同日 (n=5)		異日 (n=10)	
	回收率 (%)	重複性 (%)	回收率 (%)	中間精密度 (%)
0.05	105.3	10.3	109.3	8.8
0.5	108.3	6.9	105.2	9.8

### 洋芋片

添加濃度 (mg/kg)	同日 (n=5)		異日 (n=10)	
	回收率 (%)	重複性 (%)	回收率 (%)	中間精密度 (%)
0.05	114.7	8.7	111.1	7.3
0.5	114.6	5.7	112.3	4.7

# 謝謝指教

.....



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

110年度食品中食品添加物檢驗方法  
推廣訓練班  
.....  
食品中甜味劑之檢驗方法 - 多重分析方法

研檢組 摻偽及不法藥物科



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

# 法規相關規定



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 訂有限量標準之甜味劑品項

中文品名	英文品名	使用食品範圍及限量
糖精	Saccharin	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 本品可使用於瓜子、蜜餞及梅粉；用量以Saccharin計為2.0 g/kg以下。</li> <li>2. 本品可使用於碳酸飲料；用量以Saccharin計為0.2 g/kg以下。</li> <li>3. 本品可使用於代糖錠劑及粉末。</li> <li>4. 本品可使用於特殊營養食品。</li> <li>5. 本品可使用於膠囊狀、錠狀食品；用量以Saccharin計為1.2 g/kg以下。</li> <li>6. 本品可使用於液態膳食補充品，用量以Saccharin計為0.08 g/L以下。</li> </ol>
糖精鈉鹽	Sodium Saccharin	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 本品可使用於瓜子、蜜餞及梅粉；用量以Saccharin計為2.0 g/kg以下。</li> <li>2. 本品可使用於碳酸飲料；用量以Saccharin計為0.2 g/kg以下。</li> <li>3. 本品可使用於代糖錠劑及粉末。</li> <li>4. 本品可使用於特殊營養食品。</li> <li>5. 本品可使用於膠囊狀、錠狀食品；用量以Saccharin計為1.2 g/kg以下。</li> <li>6. 本品可使用於液態膳食補充品，用量以Saccharin計為0.08 g/L以下。</li> </ol>
甜菊糖苷	Steviol Glycoside	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 本品可使用於瓜子、蜜餞及梅粉中視實際需要適量使用</li> <li>2. 本品可使用於代糖錠劑及其粉末。</li> <li>3. 本品可使用於特殊營養食品。</li> <li>4. 本品可使用於豆品及乳品飲料、發酵乳及其製品、冰淇淋、糕餅、口香糖、糖果、點心零食及穀類早餐，用量為0.05%以下。</li> <li>5. 本品可使用於飲料、醬油、調味醬及醃製蔬菜，用量為0.1%以下。</li> </ol>

# 訂有限量標準之甜味劑品項

中文品名	英文品名	使用食品範圍及限量
環己基(代) 磺醯胺酸鈉	Sodium Cyclamate	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 本品可使用於瓜子、蜜餞及梅粉；用量以Cyclamate計為1.0 g/kg以下。</li> <li>2. 本品可使用於碳酸飲料；用量以Cyclamate計為0.2 g/kg以下。</li> <li>3. 本品可使用於代糖錠劑及粉末。</li> <li>4. 本品可使用於特殊營養食品。</li> <li>5. 本品可使用於膠囊狀、錠狀食品；用量以Cyclamate計為1.25 g/kg以下。</li> <li>6. 本品可使用於液態膳食補充品，用量以Cyclamate計為0.4 g/L以下。</li> </ol>
環己基(代) 磺醯胺酸鈣	Calcium Cyclamate	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. 本品可使用於瓜子、蜜餞及梅粉；用量以Cyclamate計為1.0 g/kg以下。</li> <li>2. 本品可使用於碳酸飲料；用量以Cyclamate計為0.2 g/kg以下。</li> <li>3. 本品可使用於代糖錠劑及粉末。</li> <li>4. 本品可使用於特殊營養食品。</li> <li>5. 本品可使用於膠囊狀、錠狀食品；用量以Cyclamate計為1.25 g/kg以下。</li> <li>6. 本品可使用於液態膳食補充品，用量以Cyclamate計為0.4 g/L以下。</li> </ol>

# 可於各類食品中視實際需要適量使用之甜味劑

項次	中文品名	英文品名	使用限制
1	D-山梨醇	D-Sorbitol	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
2	D-山梨醇液70%	D-Sorbitol Solution 70%	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
3	D-木糖醇	D-Xylitol	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
4	甘草素	Glycyrrhizin	不得使用於代糖錠劑及粉末。
5	甘草酸鈉	Trisodium Glycyrrhizinate	不得使用於代糖錠劑及粉末。
6	D-甘露醇	D-Mannitol	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
11	阿斯巴甜	Aspartame	限於食品製造或加工必須時使用。
13	甘草萃	Licorice Extracts	不得使用於代糖錠劑及粉末。
14	醋磺內酯鉀	Acesulfame Potassium	1. 使用於特殊營養食品時，必須事先獲得中央主管機關之核准。 2. 生鮮禽畜肉類不得使用。
15	甘草酸銨	Ammoniated Glycyrrhizin	不得使用於代糖錠劑及粉末。
16	甘草酸一銨	Monoammonium Glycyrrhizinate	不得使用於代糖錠劑及粉末。

# 可於各類食品中視實際需要適量使用之甜味劑(續)

項次	中文品名	英文品名	使用限制
17	麥芽糖醇	Maltitol	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
18	麥芽糖醇糖漿 (氫化葡萄糖漿)	Maltitol Syrup (Hydrogenated Glucose Syrup)	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
19	異麥芽酮糖醇 (巴糖醇)	Isomalt (Hydrogenated Palatinose)	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
20	乳糖醇	Lactitol	1. 限於食品製造或加工必須時使用。 2. 嬰兒食品不得使用。
21	單尿甘酸甘草酸	Monoglucuronyl Glycyrrhetic Acid	不得使用於代糖錠劑及粉末。
22	索馬甜	Thaumatococin	限於食品製造或加工必須時使用。
23	赤藻糖醇	Erythritol	
24	蔗糖素	Sucralose	使用於特殊營養食品時，必須事先獲得中央主管機關之核准。
25	紐甜	Neotame	使用於特殊營養食品時，必須事先獲得中央主管機關之核准。
26	羅漢果糖苷萃取出物	Mogrosin Extract	限於食品製造或加工必須時使用。

# 甜味劑檢驗方法



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 現行食品中甜味劑之公告檢驗方法

檢驗方法	食品中甜味劑之檢驗方法－醋磺內酯鉀、糖精、甘精及環己基(代)磺醯胺酸之檢驗(MOHWA0019.04)	食品中甜味劑之檢驗方法-多重分析(MOHWA0030.00)
樣品前處理	1.去離子水萃取 2.衍生化【環己基(代)磺醯胺酸】	1. 50%甲醇萃取
分析儀器	HPLC/PDA	LC/MS/MS
分析品項		
糖精	●	●
阿斯巴甜	○	●
阿力甜	○	●
甘草素	○	●
醋磺內酯鉀	●	●
環己基(代)磺醯胺酸	●	●
紐甜	○	●
新橙皮苷二氫查爾酮	○	●
甜菊糖	○	●
Rebaudioside A	○	●
Rebaudioside B	○	●
甘精	●	●
蔗糖素	○	●
合計	4	13

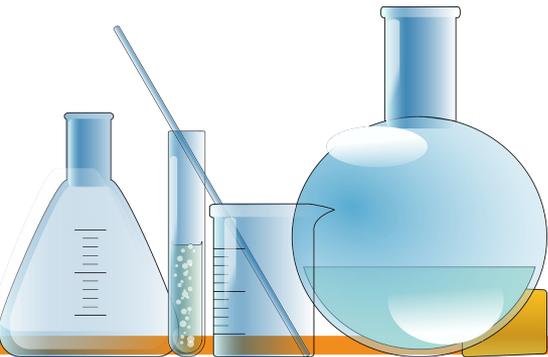
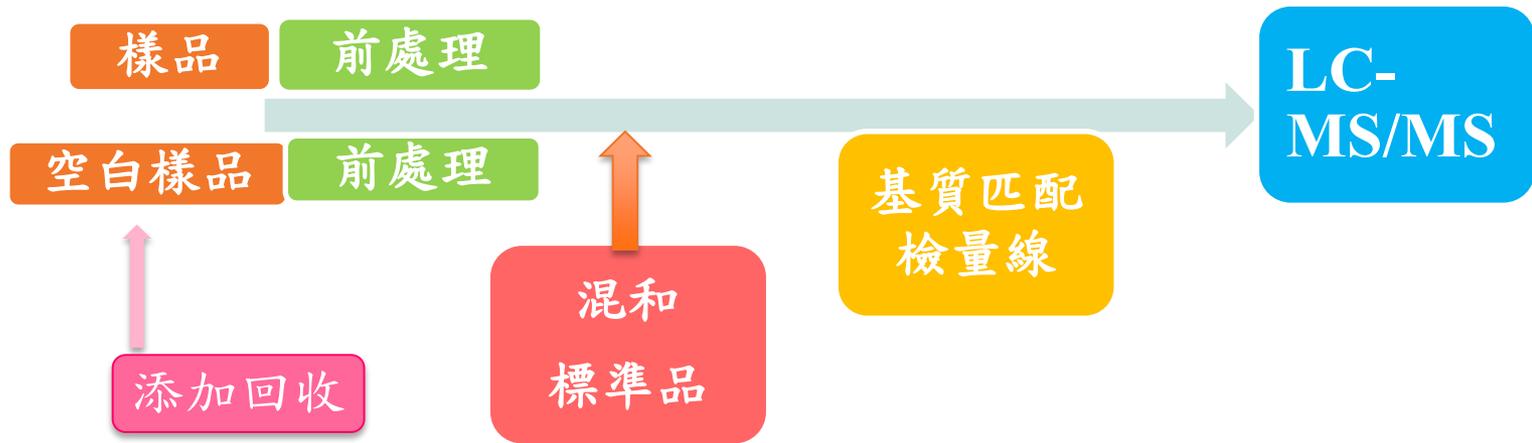
# 食品中甜味劑之檢驗方法 (MOHWA0030.00)



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 實驗步驟



# 標準品配製

- 標準品原液：**取相當於含環己基(代)磺醯胺酸鹽及糖精各約10 mg之環己基(代)磺醯胺酸鈉及糖精鈉對照用標準品，及其他甜味劑對照用標準品各約10 mg，分別以50%甲醇溶液定容至10 mL
- 標準品溶液：**取13項甜味劑標準品原液混合，以10%甲醇溶液稀釋至1000 ng/mL

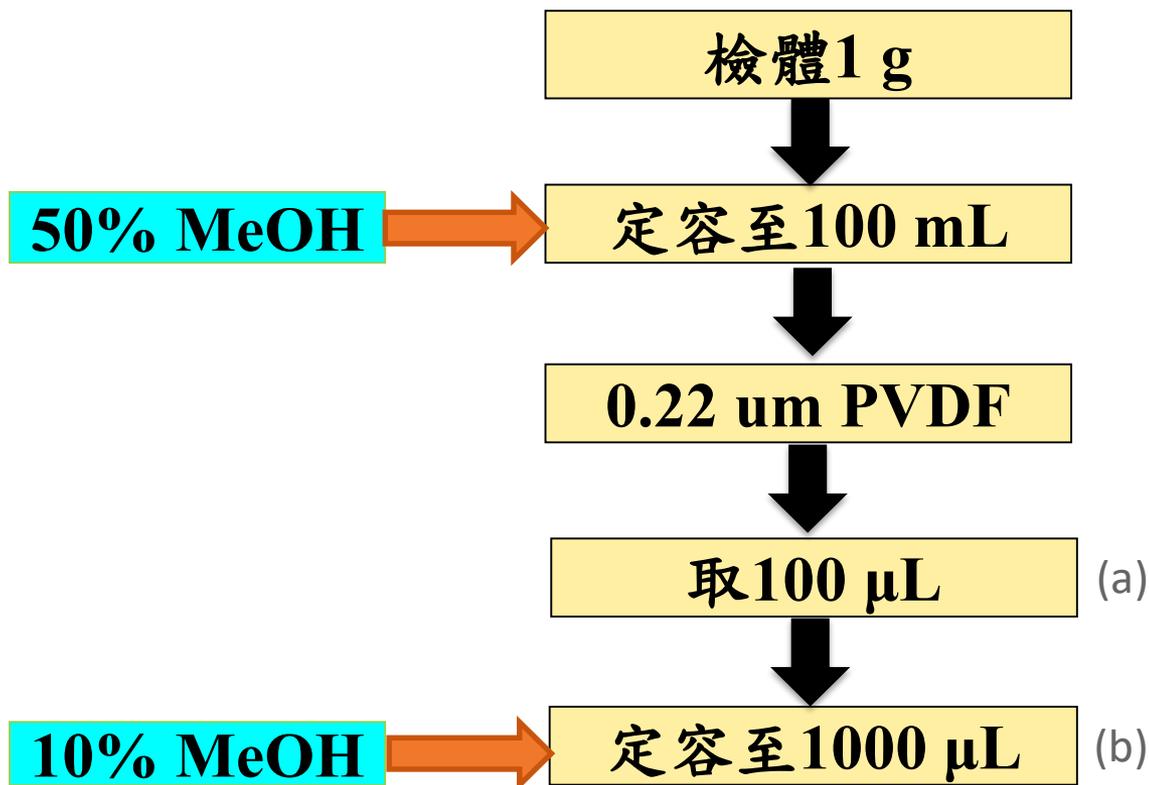
分析物 <sup>Ⓟ</sup>		CAS # <sup>Ⓟ</sup>
英文名 <sup>Ⓟ</sup>	中文名 <sup>Ⓟ</sup>	
<u>Acesulfame potassium</u> <sup>Ⓟ</sup>	醋磺內酯鉀 <sup>Ⓟ</sup>	55589-62-3 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Alitame</u> <sup>Ⓟ</sup>	— <sup>Ⓟ</sup>	80863-62-3 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Aspartame</u> <sup>Ⓟ</sup>	阿斯巴甜 <sup>Ⓟ</sup>	22839-47-0 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Dulcin</u> <sup>Ⓟ</sup>	對位乙氧苯脲 (甘精) <sup>Ⓟ</sup>	150-69-6 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Glycyrrhizin</u> <sup>Ⓟ</sup>	甘草素 <sup>Ⓟ</sup>	1405-86-3 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Neohesperidin dihydrochalcone (NHDC)</u> <sup>Ⓟ</sup>	新橘皮苷 二氫查爾酮 <sup>Ⓟ</sup>	20702-77-6 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Neotame</u> <sup>Ⓟ</sup>	紐甜 <sup>Ⓟ</sup>	165450-17-9 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Rebaudioside A</u> <sup>Ⓟ</sup>	— <sup>Ⓟ</sup>	58543-16-1 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Rebaudioside B</u> <sup>Ⓟ</sup>	— <sup>Ⓟ</sup>	58543-17-2 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Sodium cyclamate</u> <sup>Ⓟ</sup>	環己基(代)磺醯胺酸鈉 <sup>Ⓟ</sup>	139-05-9 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Sodium saccharin</u> <sup>Ⓟ</sup>	糖精鈉 <sup>Ⓟ</sup>	128-44-9 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Stevioside</u> <sup>Ⓟ</sup>	甜菊糖 <sup>Ⓟ</sup>	51817-89-7 <sup>Ⓟ</sup>
<u>Sucralose</u> <sup>Ⓟ</sup>	蔗糖素 <sup>Ⓟ</sup>	56038-13-2 <sup>Ⓟ</sup>

# 樣品前處理

- 液體檢體：飲料、醬油...
- 固體檢體：果乾、糖果...
- 高油脂液體檢體：醬料、橄欖油...
- 高油脂固體檢體：肉乾、肉鬆...

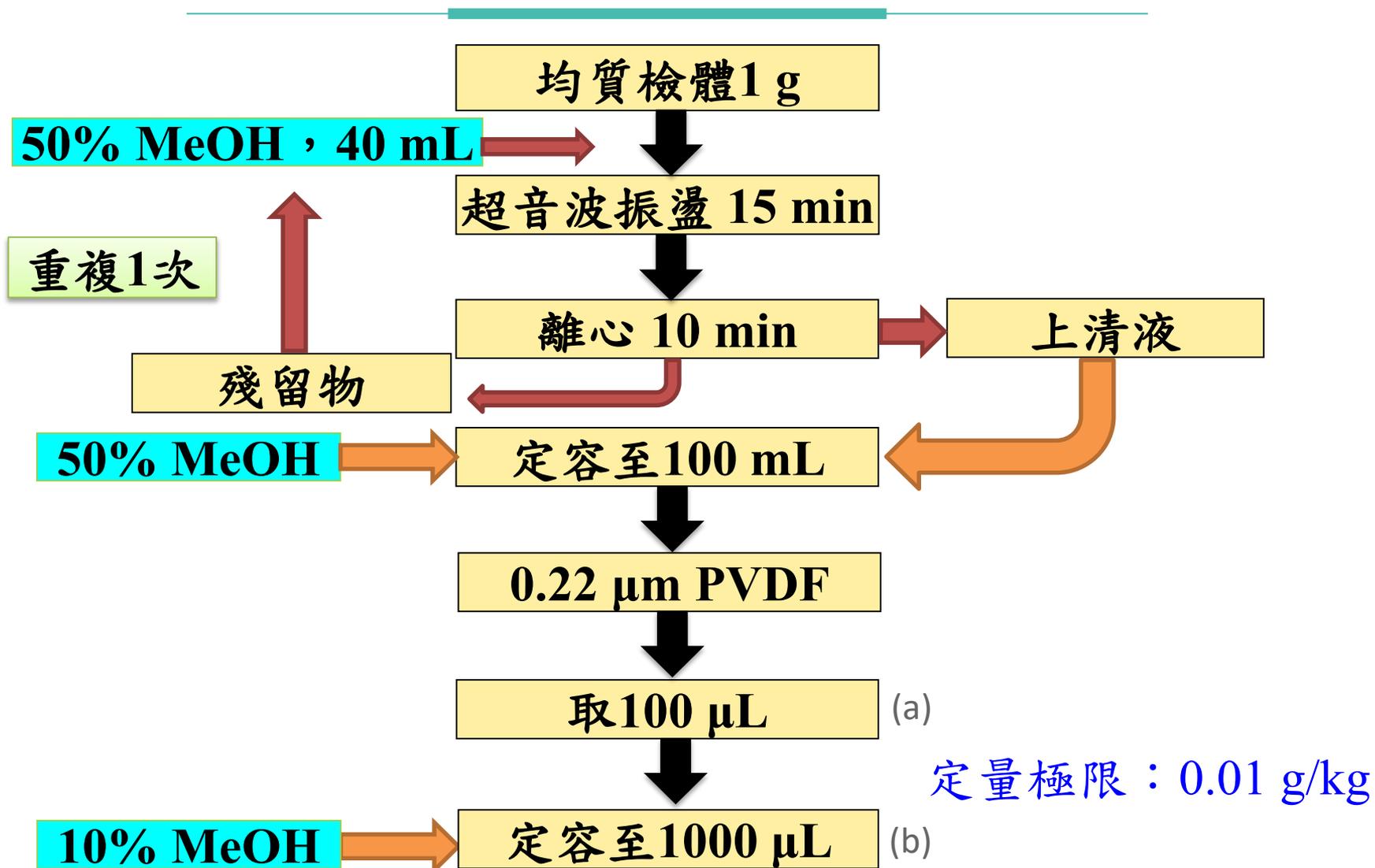


# 樣品前處理\_液體檢體

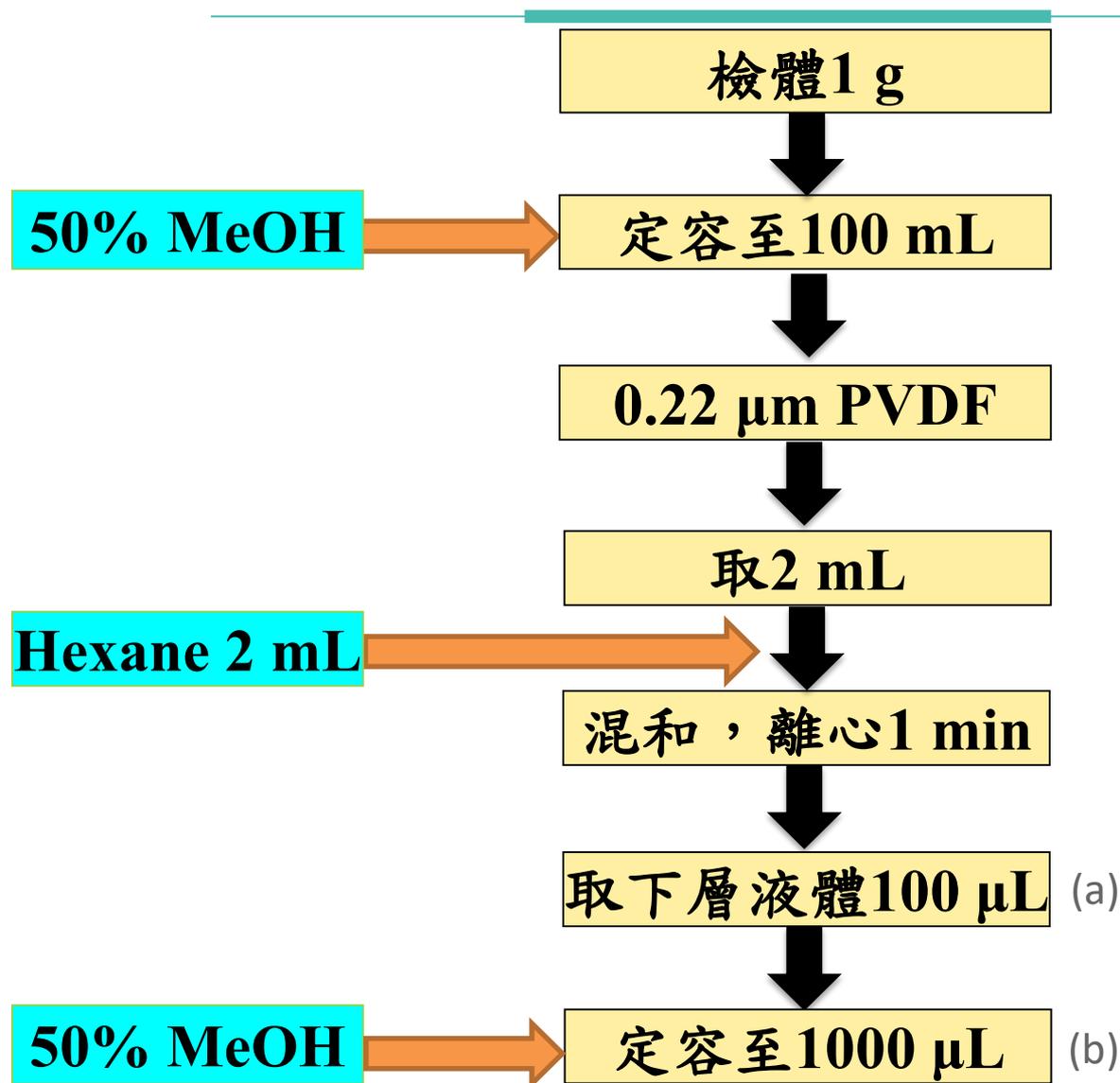


定量極限：0.01 g/kg

# 樣品前處理\_固體檢體

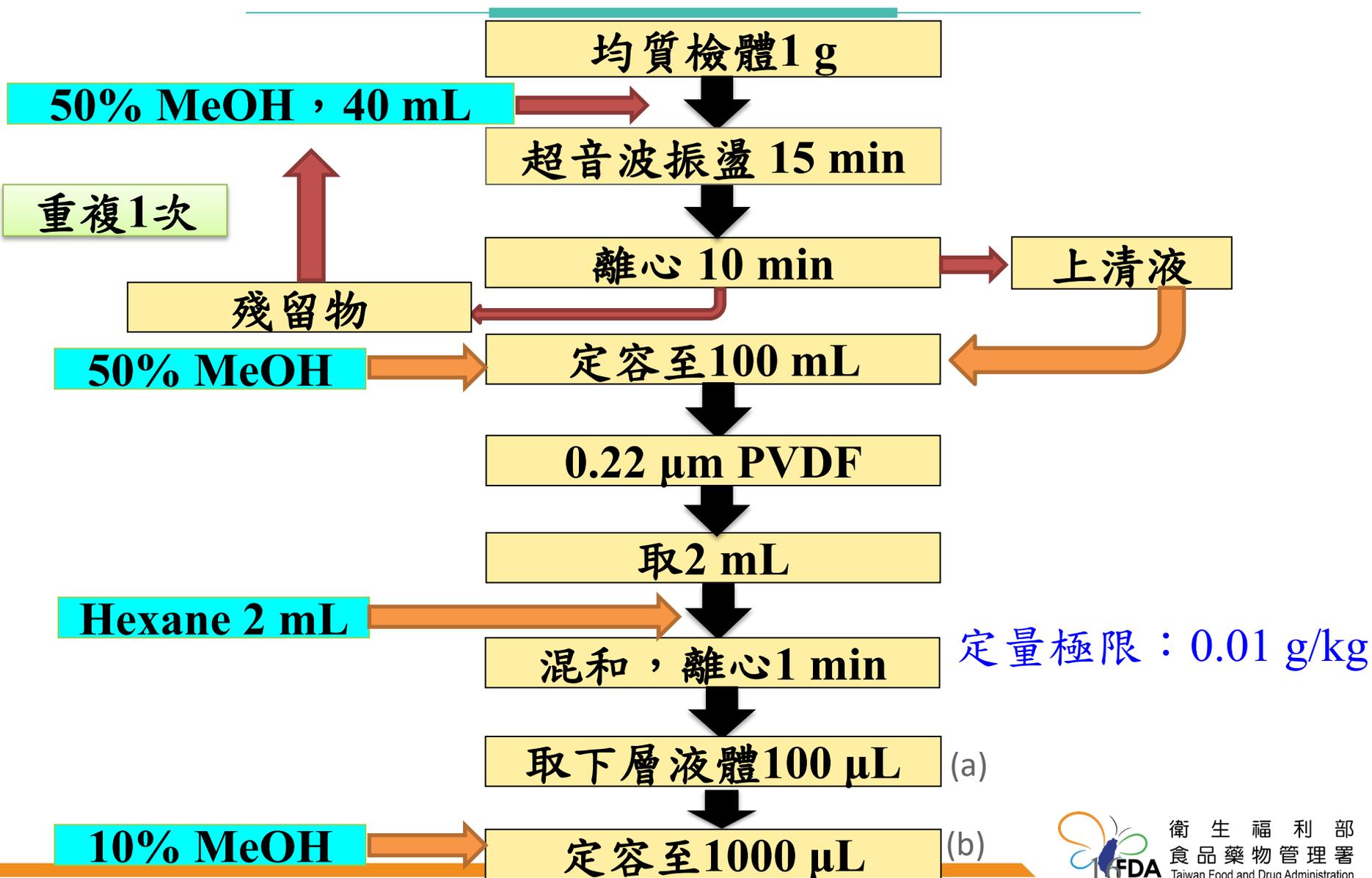


# 樣品前處理\_高油脂液體檢體

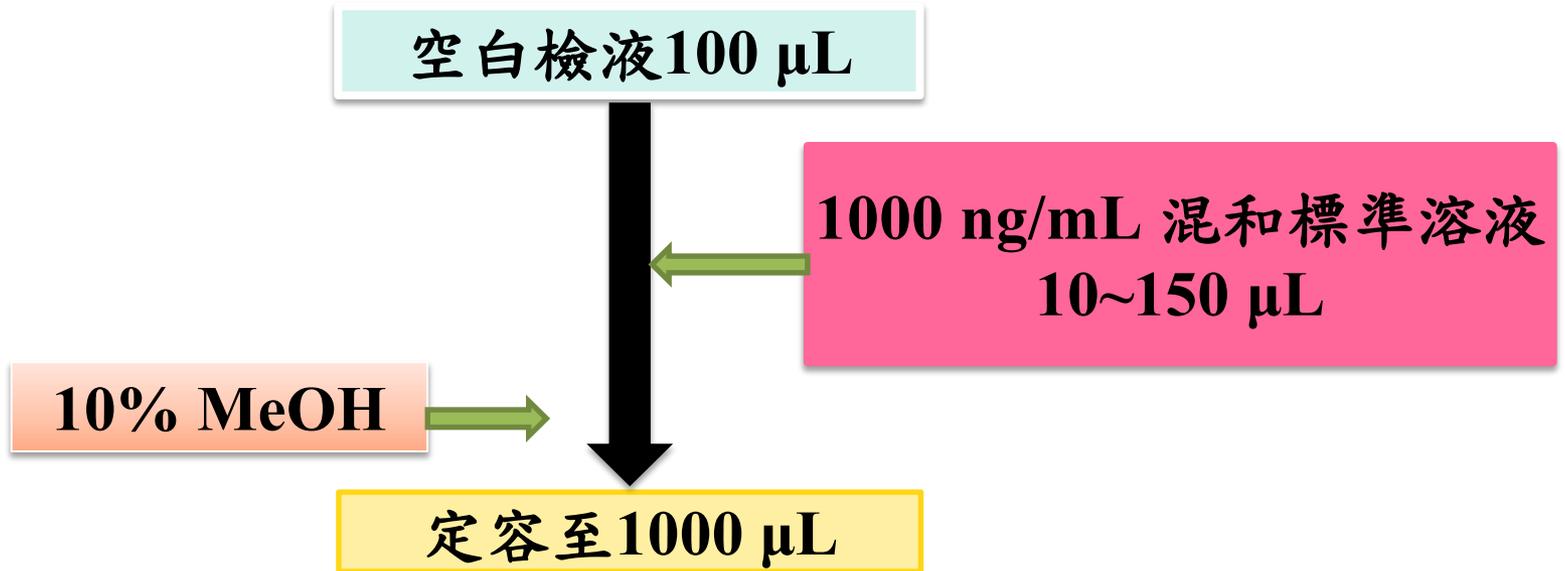


定量極限：0.01 g/kg

# 樣品前處理\_高油脂固體檢體



# 基質匹配檢量線之調製



製作成10 ~ 150 ng/mL之基質匹配檢量線

# 層析條件

## HPLC-分析條件

- 移動相：
  - A：取0.01 M甲酸銨溶液與甲醇以9：1 (v/v)
  - B：取0.01 M甲酸銨溶液與甲醇以1：9 (v/v)
- 層析管：Eclipse Plus Phenyl-Hexyl，3.5  $\mu\text{m}$ ，內徑2.1 mm  $\times$  15 cm
- 移動相流速：0.35 mL/min
- 注入體積：5  $\mu\text{L}$
- 層析管溫度：30°C

# 層析條件

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 0.5	90 → 90	10 → 10
0.5 → 4.5	90 → 80	10 → 20
4.5 → 5.0	80 → 60	20 → 40
5.0 → 10.0	60 → 54	40 → 46
10.0 → 11.0	54 → 41	46 → 59
11.0 → 17.0	41 → 32	59 → 68
17.0 → 18.0	32 → 0	68 → 100
18.0 → 18.9	0 → 0	100 → 100
18.9 → 19.0	0 → 90	100 → 10
19.0 → 22.0	90 → 90	10 → 10

A：取0.01 M甲酸銨溶液與甲醇以9：1 (v/v)比例混勻

B：取0.01 M甲酸銨溶液與甲醇以1：9 (v/v)比例混勻

# 質譜條件

分析物		CAS #	離子化 模式	定量離子對			定性離子對		
英文名	中文名			前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)	碎裂 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)	碎裂 電壓 (V)	碰撞 能量 (eV)
<a href="#">Acesulfame potassium</a>	醋磺內酯鉀	55589-62-3	ESI <sup>-</sup>	162 > 82	-102	-9	162 > 78	-102	-37
<a href="#">Alitame</a>	—	80863-62-3	ESI <sup>+</sup>	332 > 129	105	16	332 > 159	105	20
<a href="#">Aspartame</a>	阿斯巴甜	22839-47-0	ESI <sup>+</sup>	295 > 120	102	25	295 > 180	102	9
<a href="#">Dulcin</a>	對位乙氧苯脲 (甘精)	150-69-6	ESI <sup>+</sup>	181 > 108	102	25	181 > 136	102	13
<a href="#">Glycyrrhizin</a>	甘草素	1405-86-3	ESI <sup>-</sup>	821.4 > 351	-240	-48	821.4 > 113	-240	-60
<a href="#">Neohesperidin dihydrochalcone (NHDC)</a>	新橘皮苷 二氫查爾酮	20702-77-6	ESI <sup>-</sup>	611 > 303	-226	-33	611 > 125	-226	-49
<a href="#">Neotame</a>	紐甜	165450-17-9	ESI <sup>+</sup>	379 > 172	102	21	379 > 319	102	13
<a href="#">Rebaudioside A</a>	—	58543-16-1	ESI <sup>-</sup>	965.4 > 803.5	-190	-28	965.4 > 641.4	-190	-72
<a href="#">Rebaudioside B</a>	—	58543-17-2	ESI <sup>-</sup>	803.4 > 641.4	-270	-56	803.4 > 317	-270	-68
<a href="#">Sodium cyclamate</a>	環己基(代)磺醯胺 酸鈉	139-05-9	ESI <sup>-</sup>	178 > 80	-135	-28	178 > 95	-135	-36
<a href="#">Sodium saccharin</a>	糖精鈉	128-44-9	ESI <sup>-</sup>	182 > 42	-160	-28	182 > 106	-160	-17
<a href="#">Stevioside</a>	甜菊糖	51817-89-7	ESI <sup>-</sup>	641 > 479	-300	-45	641 > 317	-300	-49
<a href="#">Sucralose</a>	蔗糖素	56038-13-2	ESI <sup>+</sup>	414 > 199	102	9	414 > 216	102	5

# 鑑別試驗及含量測定

精確量取檢液及基質匹配檢量線溶液各5  $\mu\text{L}$ ，分別注入液相層析串聯質譜儀進行分析，就檢液與基質匹配檢量線溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度(註)鑑別之，並依下列計算式求得檢體中各甜味劑之含量(g/kg)：

$$\text{檢體中各甜味劑之含量(g/kg)} = \frac{C \times V \times F}{M} \times 10^{-6}$$

C：由基質匹配檢量線求得各甜味劑之濃度(ng/mL)

V：檢體定容之體積(100 mL)

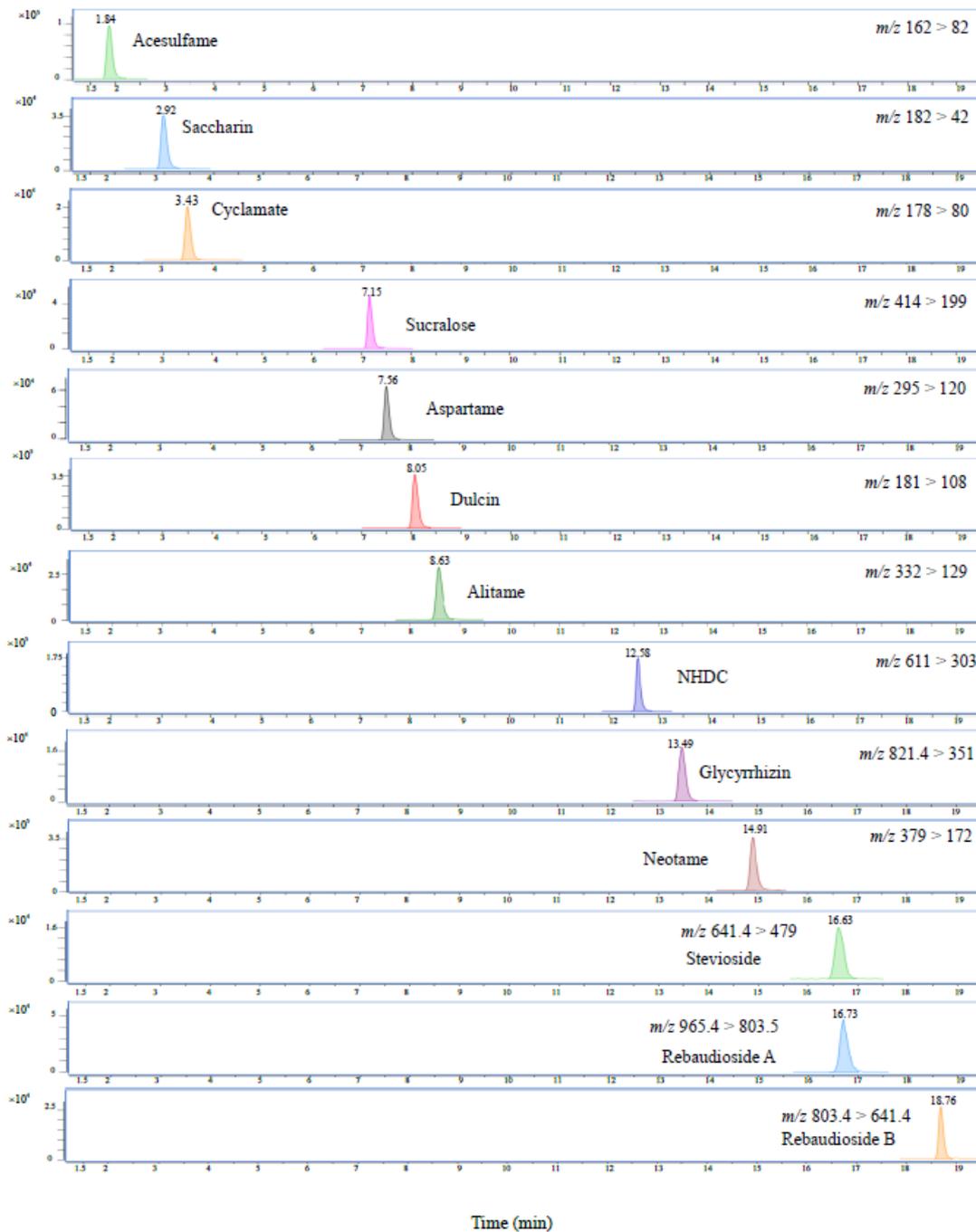
M：取樣分析檢體之重量(g)

F：稀釋倍數，由b/a求得

註：相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	$\pm 20$
> 20~50	$\pm 25$
> 10~20	$\pm 30$
$\leq 10$	$\pm 50$

# 參考層析圖譜



# 諮詢信箱問題



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# Q1

## 食品中甜味劑檢驗方法之選用順序

- 二者視需求而定，若儀器設備完備，建議以109年9月9日衛授食字第1091901745號公告訂定「**食品中甜味劑之檢驗方法多重分析**(MOHWA0030.00)」為**優先**選擇，未來擬將「食品中甜味劑之檢驗方法 - 醋磺內酯鉀、糖精、甘精及環己基(代)磺醯胺酸之檢驗(MOHWA0019.04)」公告廢止，並列為建議檢驗方法



# 食品中甜味劑之檢驗方法 - 多重分析(MOHWA0030.00)

Q2

檢驗方法  
基質之選擇

為延長層析管柱壽命，請依基質選擇適當實驗流程

- 一般檢體：不含油脂或油脂含量低之檢體
- 高油脂檢體：油醋醬、沙拉醬及咖哩塊等
- 無法辨別時請以高油脂檢體方式處理

Q3

檢出濃度超過檢  
量線線性範圍時

- 以標準品添加法進行定量
- 重新調製基質匹配檢量線

# 食品中甜味劑之檢驗方法 - 多重分析(MOHWA0030.00)

Q4

標準品之選擇

- 也可以選用非鈉鹽之標準品配製標準品溶液
- 報告呈現還是以非鈉鹽表示

Q5

定性離子對  
感度差

- 定性離子對 $m/z$  178>95強度與定量離子碎片強度相差約100倍，但確效試驗結果符合相對離子強度之容許規範



# 110年度食品中食品添加物檢驗方法 推廣訓練班

## 食品中著色劑之檢驗方法-多重分析法(二)

研檢組 摻偽及不法藥物科



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 著色劑檢驗方法

公告檢驗方法	發佈日期
食品中著色劑之檢驗方法(MOHWA0016.01)	2013/09/06
建議檢驗方法	發佈日期
食品中著色劑之檢驗方法 - 多重分析方法 (二) (TFDAA0070.01)	2019/05/22
食品中蘇丹色素之檢驗方法 (TFDAA0062.02)	2019/05/22
食品中蘇丹色素之檢驗方法 (二) (TFDAA0074.00)	2019/05/22
食品中著色劑之檢驗方法 (二) (TFDAA0057.02)	2020/03/05
食品中著色劑之檢驗方法 - 多重分析方法(TFDAA0065.01)	2018/06/27
米製品中玫瑰紅B、酸性玫瑰紅B、夾竹桃紅及偶氮玉紅著色劑之鑑別方法(TFDAA0059.01)	2018/06/27
食品中二甲基黃及二乙基黃之鑑別方法(TFDAA0028.00)	2014/12/24
食用油中Cu-pyropheophytin A之檢驗方法(TFDAA0018.00)	2014/01/23
食用油中銅葉綠素之鑑別方法(TFDAA0016.01)	2013/12/25
食品中銅葉綠素鈉之鑑別方法(TFDAA0017.01)	2013/12/25
辣椒粉中鹼性橙及羅丹明B檢驗方法(TFDAA0007.00)	2012/10/30
食品中規定外煤焦色素之檢驗方法(TFDAA0006.00)	2012/08/23

# 建議檢驗方法

## 食品中著色劑之檢驗方法 - 多重分析方法 (二)

(TFDAA0070.01)

- ✓ 以液相層析串聯質譜儀 ( liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS ) 分析飲料及糖果中，食用紅色四十號 ( Allura red AC ) 等50項著色劑之鑑別方法

# 裝置

液相層析串聯質譜儀：

- ✓ 離子源：電灑離子化(Electrospray ionization, ESI)
- ✓ 層析管：HSS T3， $1.8\ \mu\text{m}$ ，內徑 $2.1\ \text{mm} \times 10\ \text{cm}$

或同級品



# 裝置

離心機 (Centrifuge)  
可達15000 × g以上



超音波振盪器  
(Ultrasonicator)  
溫控可達38°C以上



旋渦混合器  
(Vortex mixer)



減壓濃縮裝置  
(Rotary evaporator)

# 試藥

---

- ✓ 甲醇、乙腈及乙酸乙酯均採用液相層析級
- ✓ 甲酸銨採用試藥特級
- ✓ 去離子水 ( 比電阻於25°C可達18 MΩ · cm以上 )
- ✓ 食用紅色四十號 ( Allura red AC ) 等50項對照用標準品

# 標準溶液之配製

- ✓ 取著色劑對照用標準品各約5 mg，精確稱定，分別以適當溶劑（如附表）溶解並定容至50 mL，作為標準原液，冷藏避光貯存
- ✓ 臨用時取適量各標準原液混合，參考附表之偵測極限，以50%  
甲醇溶液稀釋至對應之濃度，供作標準溶液

# 檢液之調製

## 飲料類檢體：

1. 含二氧化碳之檢體應先以超音波振盪去除二氧化碳
2. 取混勻後檢體約5 g，精確稱定，以50%甲醇溶液定容至25 mL
3. 取1 mL移至微量離心管中，於 $15000 \times g$ 離心5分鐘，取上清液，供作檢液



# 檢液之調製

## 糖果類檢體：

1. 將檢體均質後，取約1 g，精確稱定，置於15 mL離心中管中
2. 加入50%甲醇溶液2 mL(註)，旋渦混合30秒，於38 °C水浴中超音波振盪15分鐘
3. 經5000 × g離心5分鐘，收集上清液至減壓濃縮瓶中
4. 殘渣再加入乙腈2 mL，旋渦混合30秒，於38 °C水浴中超音波振盪15分鐘
5. 經5000 × g離心5分鐘，收集上清液至減壓濃縮瓶中
6. 合併上清液，於55 °C減壓濃縮至剛乾後，加入50%甲醇溶液5 mL，旋渦混合30秒，於15000 × g離心5分鐘，取上清液，供作檢液

註：檢體無法完全浸泡於溶劑時，可增加溶劑添加量。



# LC條件

---

1. 層析管：HSS T3， $1.8\ \mu\text{m}$ ，內徑 $2.1\ \text{mm} \times 10\ \text{cm}$
2. 層析管溫度： $35^\circ\text{C}$
3. 移動相流速： $0.3\ \text{mL}/\text{min}$
4. 注入量： $2\ \mu\text{L}$
5. 移動相：

A：5 mM 甲酸銨溶液

(稱取甲酸銨 $0.315\ \text{g}$ ，以去離子水溶解使成 $1000\ \text{mL}$ )

B：乙腈

# 移動相梯度

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 2.0	95 → 95	5 → 5
2.0 → 5.0	95 → 40	5 → 60
5.0 → 8.0	40 → 20	60 → 80
8.0 → 10.5	20 → 5	80 → 95
10.5 → 14.0	5 → 5	95 → 95
14.0 → 14.1	5 → 0	95 → 100
14.1 → 18.0	0 → 0	100 → 100
18.0 → 18.5	0 → 95	100 → 5
18.5 → 25.0	95 → 95	5 → 5

# 質譜條件

- 毛細管電壓 (Capillary voltage) :
  - 電灑離子化正離子 (ESI<sup>+</sup>)採用2.5 kV ,
  - 電灑離子化負離子 (ESI<sup>-</sup>)採用1.6 kV 。
- 離子源溫度 (Ion source temperature) : 150°C 。
- 溶媒揮散溫度 (Desolvation temperature) : 450°C 。
- 進樣錐氣體流速 (Cone gas flow) : 150 L/hr 。
- 溶媒揮散流速 (Desolvation flow) : 950 L/hr 。
- 偵測模式 : 多重反應偵測 (multiple reaction monitoring, MRM) 。

# 鑑別試驗

- ✓ 精確量取檢液及標準溶液各2  $\mu\text{L}$ ，分別注入液相層析串聯質譜儀中。
- ✓ 依液相層析串聯質譜儀條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度鑑別之。



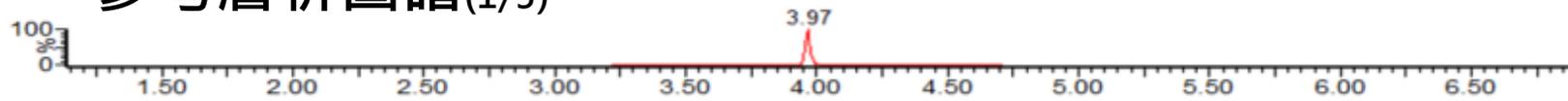
# 鑑別試驗

- ✓ 註1：相對離子強度由2對離子對之波峰面積比而得 ( $\leq 100\%$ )，容許範圍如下：

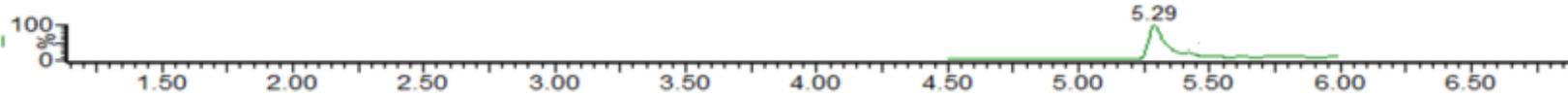
相對離子強度(%)	容許範圍(%)
$> 50$	$\pm 20$
$> 20 \sim 50$	$\pm 25$
$> 10 \sim 20$	$\pm 30$
$\leq 10$	$\pm 50$

- ✓ 註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。

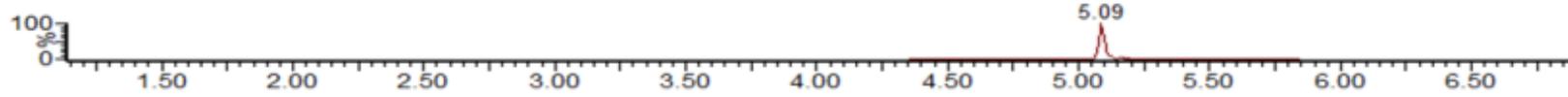
# 參考層析圖譜(1/5)



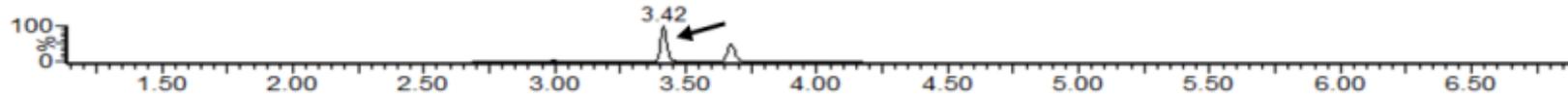
Allura red AC  
 $m/z$ : 225 > 214



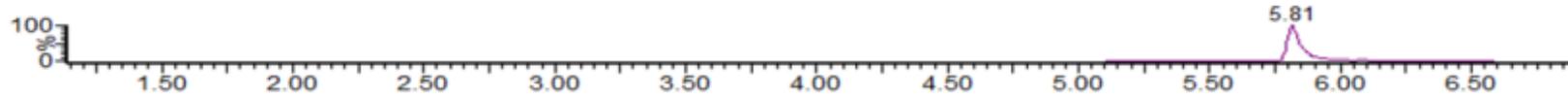
Alizarin  
 $m/z$ : 239 > 167



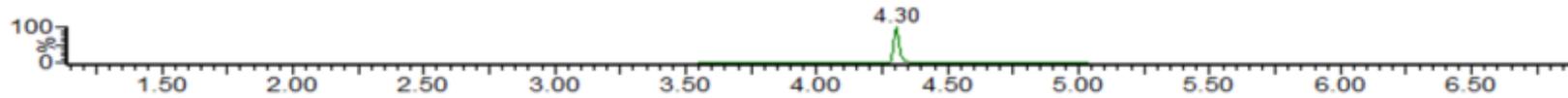
Alizarin green  
 $m/z$ : 703 > 517



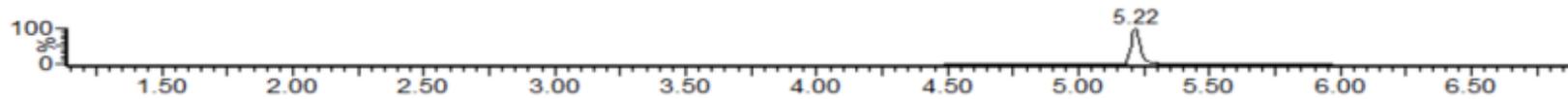
Amaranth  
 $m/z$ : 268 > 228



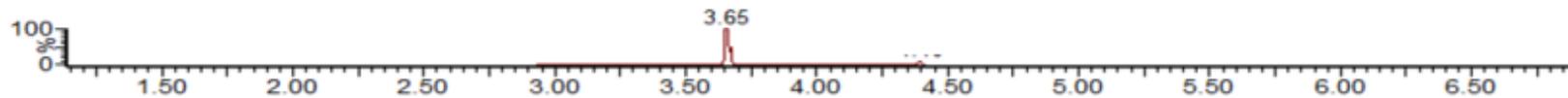
Auramine O  
 $m/z$ : 268 > 147



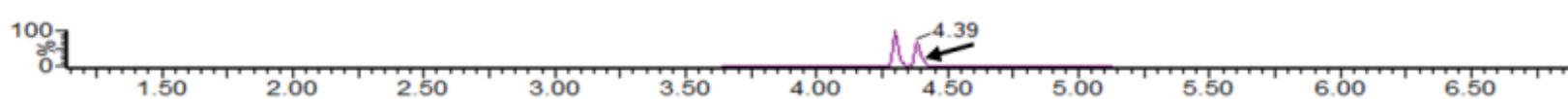
Azorubine  
 $m/z$ : 228 > 221



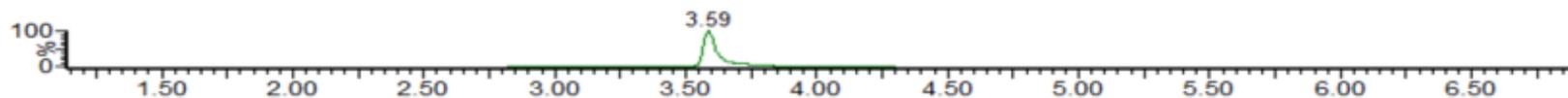
Benzyl violet 4B  
 $m/z$ : 710 > 630



Brilliant Black BN  
 $m/z$ : 778 > 291

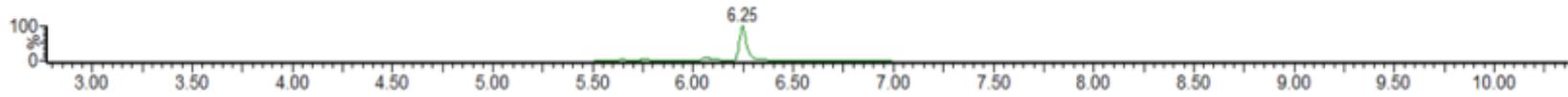


Brilliant blue FCF  
 $m/z$ : 747 > 170

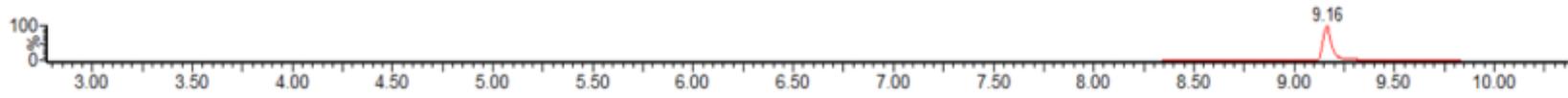


Carminic acid  
 $m/z$ : 491 > 447

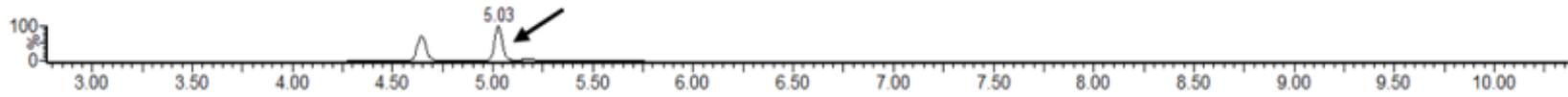
# 參考層析圖譜(2/5)



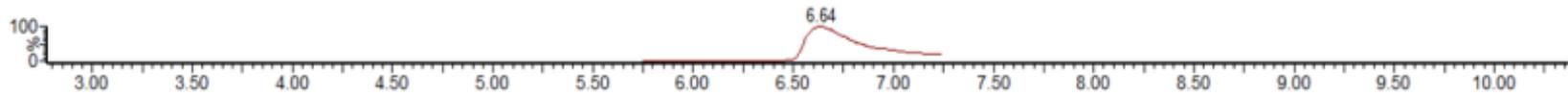
**Chrysoidine G**  
*m/z* : 213 > 121



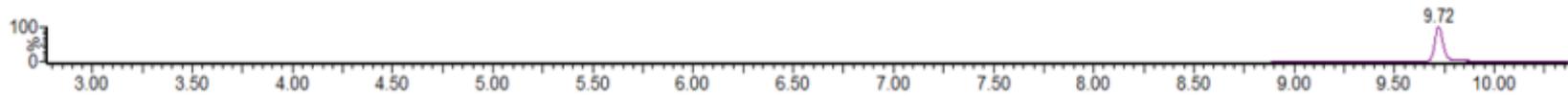
**Citrus Red 2**  
*m/z* : 309 > 153



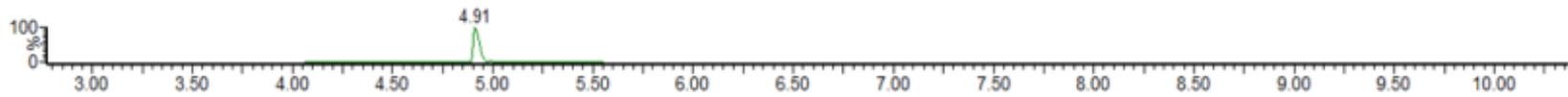
**Crocein orange G**  
*m/z* : 327 > 207



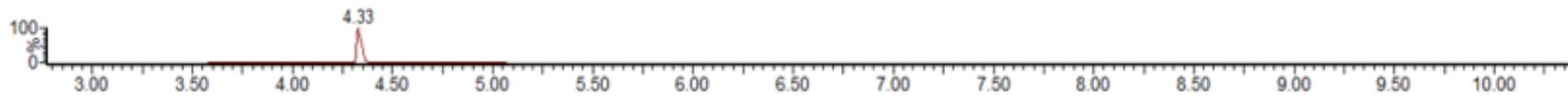
**Curcumin**  
*m/z* : 367 > 217



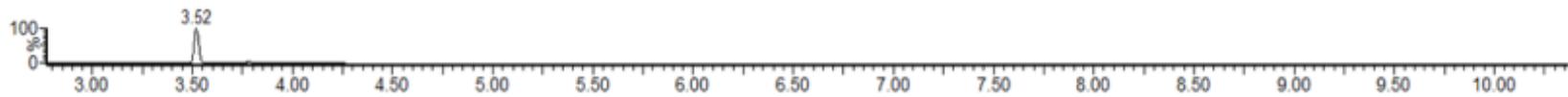
**Diethyl yellow**  
*m/z* : 254 > 134



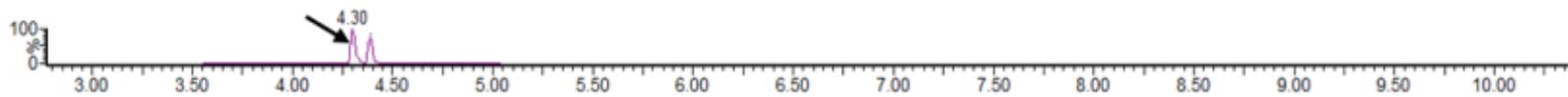
**Erythrosine**  
*m/z* : 836.6 > 582.6



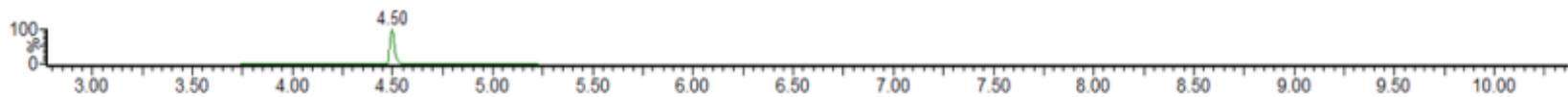
**Fast green FCF**  
*m/z* : 763 > 683



**Indigo Carmine**  
*m/z* : 210 > 80

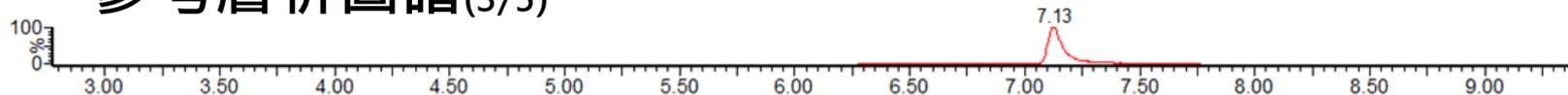


**Light green SF yellowish**  
*m/z* : 747 > 683

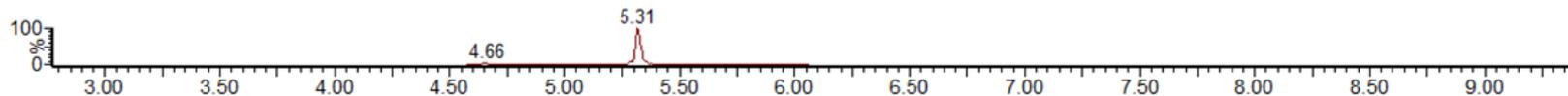


**Lissamine green B**  
*m/z* : 555 > 392

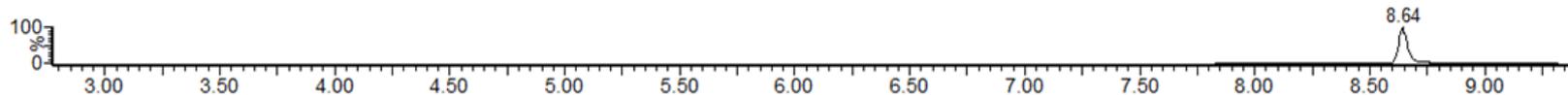
# 參考層析圖譜(3/5)



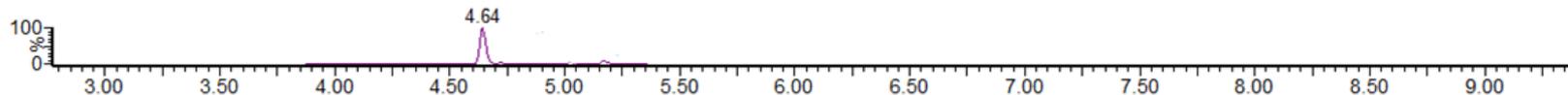
Malachite green  
 $m/z$  : 329 > 313



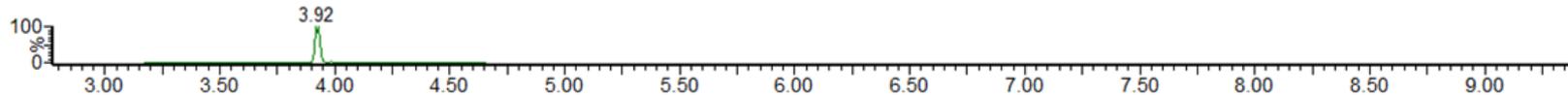
Metanil yellow  
 $m/z$  : 352 > 156



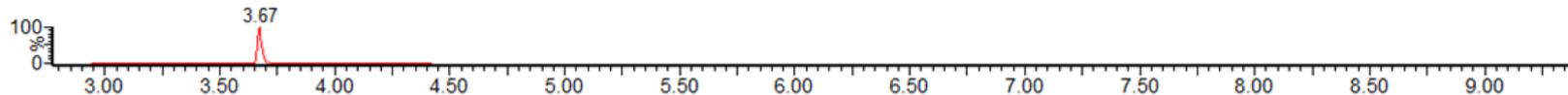
Methyl yellow  
 $m/z$  : 226 > 120



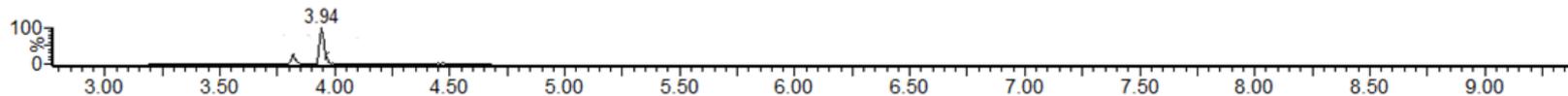
$\alpha$ -Naphthol orange  
 $m/z$  : 327 > 171



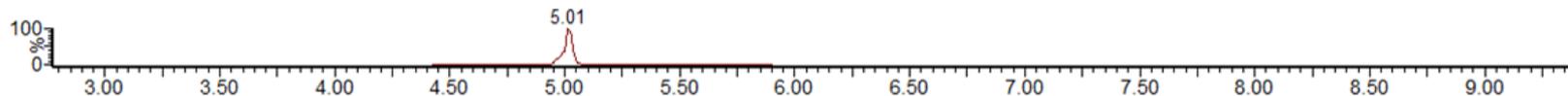
Naphthol Yellow S  
 $m/z$  : 313 > 233



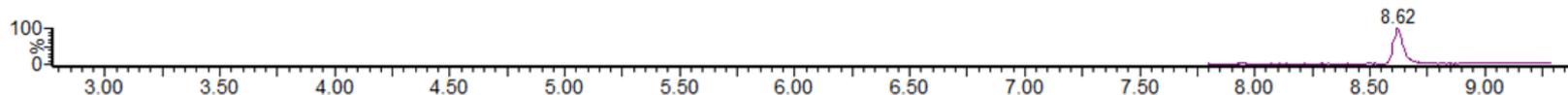
New coccin  
 $m/z$  : 268 > 206



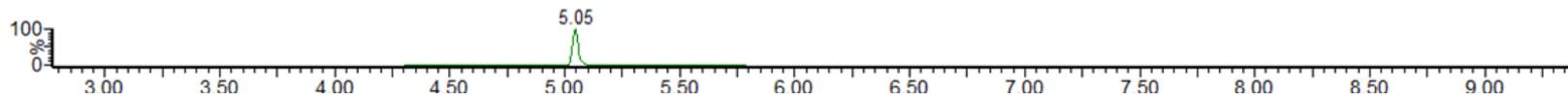
Orange G  
 $m/z$  : 407 > 158



Orange II  
 $m/z$  : 327 > 171



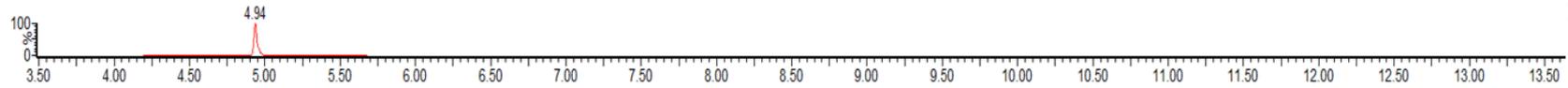
Para Red  
 $m/z$  : 294 > 128



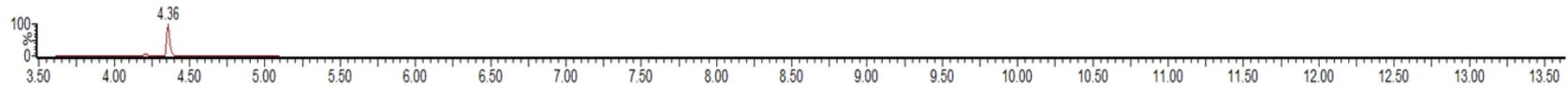
Patent blue V  
 $m/z$  : 561 > 479



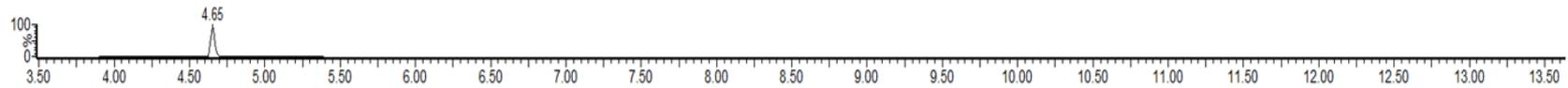
# 參考層析圖譜(4/5)



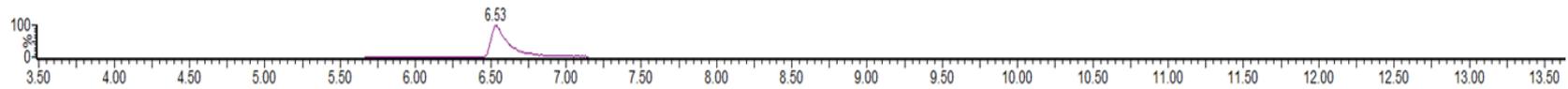
**Phloxine**  
 $m/z : 784.5 > 658.6$



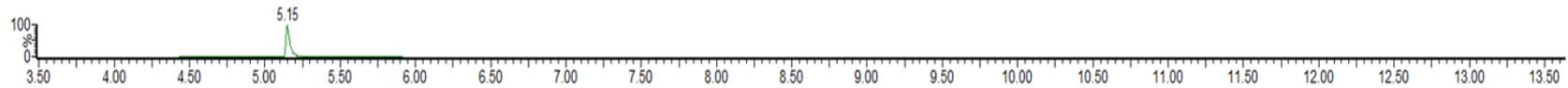
**Ponceau SX**  
 $m/z : 435 > 355$



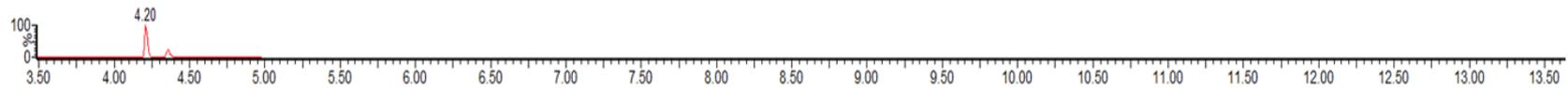
**Quinoline yellow W**  
 $m/z : 352 > 288$



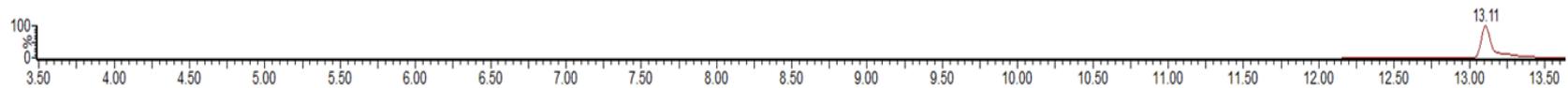
**Rhodamine B**  
 $m/z : 443 > 355$



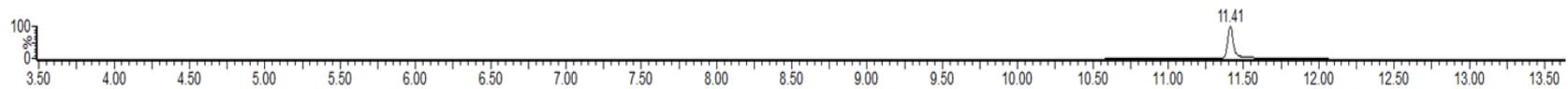
**Rose Bengal**  
 $m/z : 970.5 > 672.6$



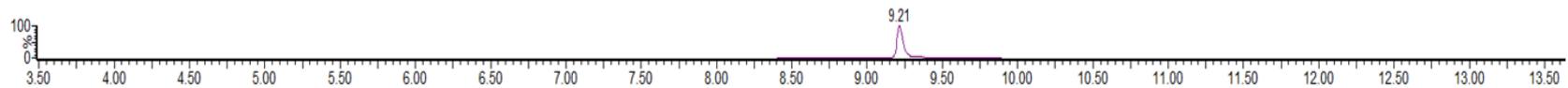
**Scarlet GN**  
 $m/z : 437 > 201$



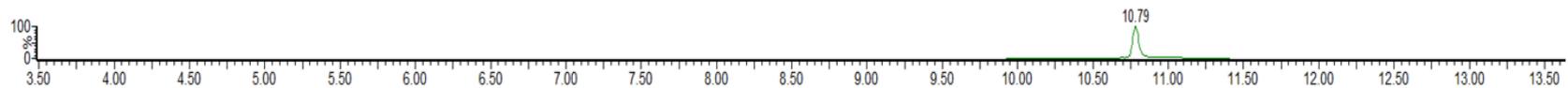
**Solvent green 3**  
 $m/z : 419 > 327$



**Sudan black B**  
 $m/z : 457 > 194$

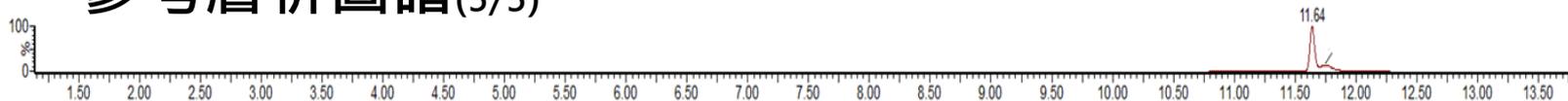


**Sudan I**  
 $m/z : 249 > 156$

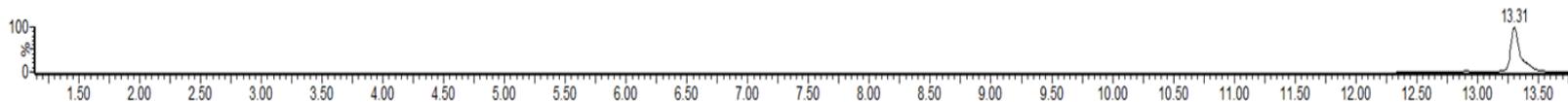


**Sudan II**  
 $m/z : 277 > 121$

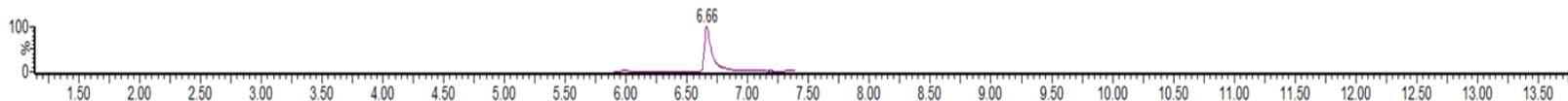
# 參考層析圖譜(5/5)



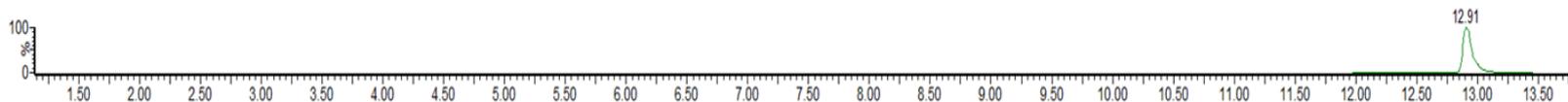
Sudan III  
 $m/z$  : 353 > 197



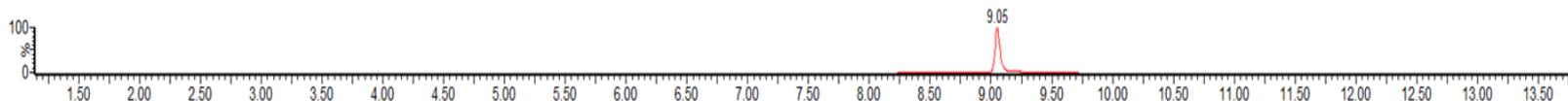
Sudan IV  
 $m/z$  : 381 > 91



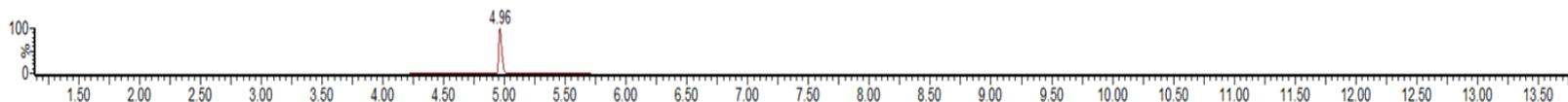
Sudan orange G  
 $m/z$  : 215 > 93



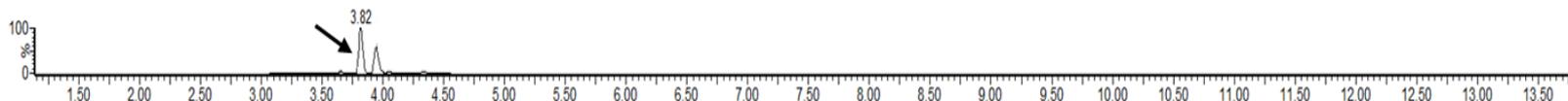
Sudan red 7B  
 $m/z$  : 380 > 183



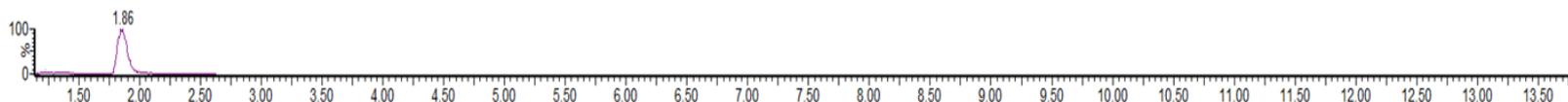
Sudan red G  
 $m/z$  : 279 > 123



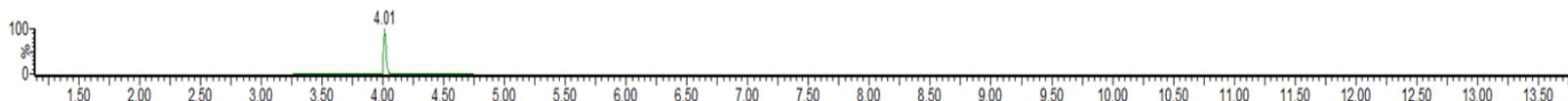
Sulforhodamine B  
 $m/z$  : 559 > 471



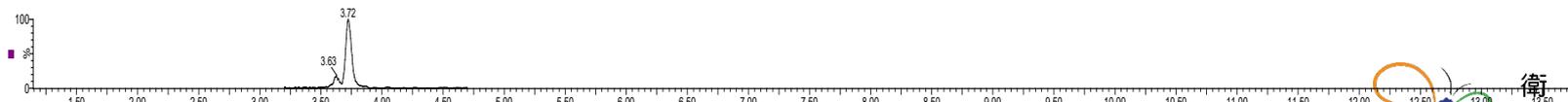
Sunset yellow FCF  
 $m/z$  : 407 > 207



Tartrazine  
 $m/z$  : 233 > 211



Xylene fast yellow 2G  
 $m/z$  : 252 > 171



4-Amino carminic acid  
 $m/z$  : 490 > 472

# 方法之偵測極限 (LOD)

分析物	LOD (ppm)
Alizarin、Brilliant black BN	10
Auramine O、Chrysoidine G、Diethyl yellow、Malachite green、Methyl yellow、Rhodamine B	0.1
其餘42項著色劑	1

項次	分析物		CAS #	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對	進樣錐電 壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	偵測 極限 (ppm)
	英文名	中文名				前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)			
1	Allura red AC	食用紅色四十號	25956-17-6	50%甲醇溶液	ESI-	225 > 200	-45	-15	1
						225 > 214			
2	Alizarin	茜素	72-48-0	甲醇	ESI-	239 > 211	-15	-25	10
						239 > 195			
3	Alizarin green	茜素綠	4857-81-2	50%甲醇溶液	ESI+	703 > 517	5	51	1
						703 > 533			
4	Amaranth	苋菜紅	915-67-3	50%甲醇溶液	ESI-	268 > 228	-15	-22	1
						268 > 206			
5	Auramine O	金胺O	2465-27-2	50%甲醇溶液	ESI+	268 > 147	-25	-27	0.1
						268 > 131			
6	Azorubine	偶氮玉紅	3567-69-9	50%甲醇溶液	ESI-	228 > 221	-15	-12	1
						228 > 170			
7	Benzyl violet 4B	紫色1號	1694-09-3	50%甲醇溶液	ESI-	710 > 630	-36	-34	1
						710 > 540			
8	Brilliant black BN	黑色素	2519-30-4	50%甲醇溶液	ESI-	778 > 291	-10	-45	10
						778 > 732			
9	Brilliant blue FCF	食用藍色一號	3844-45-9	50%甲醇溶液	ESI-	747 > 170	-55	-56	1
						747 > 260			
10	Carminic acid	胭脂蟲酸	1260-17-9	50%甲醇溶液	ESI-	491 > 447	-10	-18	1
						491 > 357			

項次	分析物		CAS #	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對		進樣錐電 壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	偵測 極限 (ppm)
	英文名	中文名				前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)				
11	Chrysoidine G	鹼性橙	532-82-1	50%甲醇溶液	ESI+	213 > 121	30	20	0.1	
						213 > 94	30	23		
12	Citrus red 2	柑橘紅2號	6358-53-8	乙腈	ESI+	309 > 153	24	20	1	
						309 > 278	24	18		
13	Crocein orange G	藏花橙G	1934-20-9	50%甲醇溶液	ESI-	327 > 207	-30	-30	1	
						327 > 142	-30	-30		
14	Curcumin	薑黃素	458-37-7	50%甲醇溶液	ESI-	367 > 217	-17	-10	1	
						367 > 149	-17	-20		
15	Diethyl yellow	二乙基黃	2481-94-9	乙腈	ESI+	254 > 134	18	25	0.1	
						254 > 147	18	25		
16	Erythrosine	食用紅色七號	16423-68-0	50%甲醇溶液	ESI+	836.6 > 582.6	15	50	1	
						836.6 > 709.6	15	40		
17	Fast green FCF	食用綠色三號	2353-45-9	50%甲醇溶液	ESI-	763 > 683	-52	-36	1	
						763 > 497	-52	-52		
18	Indigo carmine	食用藍色二號	860-22-0	50%甲醇溶液	ESI-	210 > 80	-45	-20	1	
						210 > 156	-45	-20		
19	Light green SF yellowish	亮綠SF淡黃	5141-20-8	50%甲醇溶液	ESI-	747 > 683	-55	-36	1	
						747 > 170	-55	-56		
20	Lissamine green B	-	3087-16-9	50%甲醇溶液	ESI+	555 > 392	40	35	1	
						555 > 473	40	25		

項次	分析物		CAS #	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對	進樣錐電 壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	偵測 極限 (ppm)
	英文名	中文名				前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)			
21	Malachite green	孔雀綠	2437-29-8	50%甲醇溶液	ESI+	329 > 313	30	36	0.1
						329 > 208	30	37	
22	Metanil yellow	皂黃	587-98-4	50%甲醇溶液	ESI-	352 > 156	-27	-30	1
						352 > 80	-27	-45	
23	Methyl yellow	甲基黃	60-11-7	乙腈	ESI+	226 > 120	18	30	0.1
						226 > 77	18	20	
24	α-Naphthol orange	α-萘酚橙	523-44-4	50%甲醇溶液	ESI-	327 > 171	-30	-20	1
						327 > 247	-30	-20	
25	Naphthol yellow S	萘酚黃S	846-70-8	50%甲醇溶液	ESI-	313 > 233	-25	-22	1
						313 > 296	-25	-22	
26	New coccin	食用紅色六號	2611-82-7	50%甲醇溶液	ESI-	268 > 206	-15	-11	1
						268 > 302	-15	-11	
27	Orange G	橙黃G	1936-15-8	50%甲醇溶液	ESI-	407 > 158	-35	-30	1
						407 > 327	-35	-20	
28	Orange II	-	633-96-5	50%甲醇溶液	ESI-	327 > 171	-30	-20	1
						327 > 156	-30	-35	
29	Para red	對位紅	6410-10-2	乙腈	ESI+	294 > 128	28	24	1
						294 > 156	28	19	
30	Patent blue V	-	20262-76-4	50%甲醇溶液	ESI+	561 > 479	20	35	1
						561 > 435	20	50	

項次	分析物		CAS #	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對	進樣錐電 壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	偵測 極限 (ppm)
	英文名	中文名				前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)			
31	Phloxine	夾竹桃紅	18472-87-2	乙腈	ESI-	784.5 > 658.6	-50	-30	1
						784.5 > 704.6	-50	-26	
32	Ponceau SX	麗春紅SX	4548-53-2	50%甲醇溶液	ESI-	435 > 355	-50	-22	1
						435 > 199	-50	-36	
33	Quinoline yellow WS	喹啉黃	8004-92-0	50%甲醇溶液	ESI-	352 > 288	-55	-30	1
						352 > 272	-55	-35	
34	Rhodamine B	玫瑰紅B	81-88-9	50%甲醇溶液	ESI+	443 > 355	50	56	0.1
						443 > 399	50	51	
35	Rose bengal	孟加拉玫瑰紅	632-69-9	50%甲醇溶液	ESI-	970.5 > 672.6	-55	-32	1
						970.5 > 890.5	-55	-26	
36	Scarlet GN	-	3257-28-1	50%甲醇溶液	ESI+	437 > 201	15	25	1
						437 > 118	15	40	
37	Solvent green 3	-	128-80-3	乙酸乙酯	ESI+	419 > 327	10	25	1
						419 > 401	10	25	
38	Sudan black B	蘇丹墨B	4197-25-5	乙酸乙酯	ESI+	457 > 194	4	38	1
						457 > 211	4	26	
39	Sudan I	蘇丹一號	842-07-9	乙腈	ESI+	249 > 156	30	14	1
						249 > 128	30	28	
40	Sudan II	蘇丹二號	3118-97-6	乙腈	ESI+	277 > 121	30	24	1
						277 > 260	30	11	

項次	分析物		CAS #	標準原液 配製溶劑	離子化 模式	離子對	進樣錐電 壓 (V)	碰撞 能量 (eV)	偵測 極限 (ppm)
	英文名	中文名				前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)			
41	Sudan III	蘇丹三號	85-86-9	乙腈	ESI+	353 > 197	50	25	1
						353 > 156	50	19	
42	Sudan IV	蘇丹四號	85-83-6	乙腈	ESI+	381 > 91	50	22	1
						381 > 224	50	20	
43	Sudan orange G	蘇丹橙G	2051-85-6	乙腈	ESI+	215 > 93	24	18	1
						215 > 122	24	14	
44	Sudan red 7B	蘇丹紅7B	6368-72-5	乙腈	ESI+	380 > 183	25	13	1
						380 > 169	25	25	
45	Sudan red G	蘇丹紅G	1229-55-6	乙腈	ESI+	279 > 123	20	18	1
						279 > 108	20	34	
46	Sulforhodamine B	酸性玫瑰紅B	3520-42-1	50%甲醇溶液	ESI+	559 > 471	22	62	1
						559 > 514	22	50	
47	Sunsent yellow FCF	食用黃色五號	2783-94-0	50%甲醇溶液	ESI-	407 > 207	-35	-30	1
						407 > 171	-35	-35	
48	Tartrazine	食用黃色四號	1934-21-0	50%甲醇溶液	ESI-	233 > 211	-30	-30	1
						233 > 198	-30	-10	
49	Xylene fast yellow 2G	-	6359-98-4	50%甲醇溶液	ESI-	252 > 171	-45	-22	1
						252 > 107	-45	-16	
50	4-Amino carminic acid	4-胺基-胭脂紅酸	-	50%甲醇溶液	ESI-	490 > 472	-11	-31	1
						490 > 356	-11	-27	

# 結論

- 建立以液相層析串聯質譜儀 ( liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS ) 分析飲料及糖果中，食用紅色四十號 ( Allura red AC ) 等50項著色劑。
- 以簡單快速之萃取流程搭配液相層析串聯質譜儀，有效提高檢驗效率。
- 供國內外各界參考及實驗室依循，實驗室可視檢驗需求進行方法修正，並經查證(verification)或確效(validation)後使用。



檢驗方法諮詢信箱：

<http://analmal.fda.gov.tw/>

檢驗方法執行注意事項：

.....  
<http://www.fda.gov.tw/TC/siteList.aspx?sid=11011>

教育訓練專區：

<http://www.fda.gov.tw/TC/site.aspx?sid=3052&r=602844502>



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 110年度食品中食品添加物檢驗方法 推廣訓練班

## 食品添加物檢驗問題分享

研檢組 摻偽及不法藥物科

時間: 110年10月7日



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Taiwan Food and Drug Administration

<http://www.fda.gov.tw/>

# 大綱



食品添加物檢驗方法與稽查



食添品加物Q&A

# 加工助劑使用規定

丙二醇  
甘油  
三乙酸甘油酯

可於各類食品中  
視實際需要適量使用

己烷

油脂萃取：殘留量0.1 ppm以下  
其他食品：殘留量20 ppm以下

異丙醇

香辛料精油樹脂：殘留量50 ppm以下  
檸檬油：殘留量6 ppm以下  
啤酒花抽出物：殘留量2.0%以下(以重量計)

丙酮

香辛料經由萃取、精油樹脂：殘留量30 ppm以下  
其他食品：殘留量0.1 ppm以下

乙酸乙酯

可於各類食品中：殘留量10 ppm以下

**未表列之溶劑品項**  
業者應備齊該溶劑使用  
方式、規格與國際組織  
及先進國家准用法規等  
評估資料，向衛生福利  
部提出申請

# 食品中殘留溶劑之檢驗方法(TFDAO0033.01)

- 以HS-GC-MS(頂空氣相層析質譜)之SIM模式同時檢測膠囊錠狀食品中丙酮、異丙醇、二氯甲烷、正己烷及乙酸乙酯等溶劑

秤樣



頂空分析



計算結果

## 檢體之調製

空白檢體 2 g  
+  
DMI  
(1,3-二甲基-  
2-咪唑啉酮)



## 檢量線之製作

- 標準溶液 200  $\mu\text{L}$
- 溶劑添加量  
丙酮：0.1 ~ 4  $\mu\text{g}$   
二氯甲烷：0.4 ~ 4  $\mu\text{g}$   
異丙醇、正己烷及乙酸乙酯：1 ~ 10  $\mu\text{g}$

層析管：DB-624毛細管  
離子化：EI  
偵測模式：離子偵測(SIM)

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
丙酮	43	58、42
異丙醇	45	43、59
二氯甲烷	49	84、86
正己烷	86	41、57
乙酸乙酯	61	45、43

溶劑	法規限量	定量極限
丙酮	0.1 ppm	0.05 ppm
異丙醇	不得使用	0.5 ppm
二氯甲烷	不得使用	0.2 ppm
正己烷	20 ppm	0.5 ppm
乙酸乙酯	10 ppm	0.5 ppm

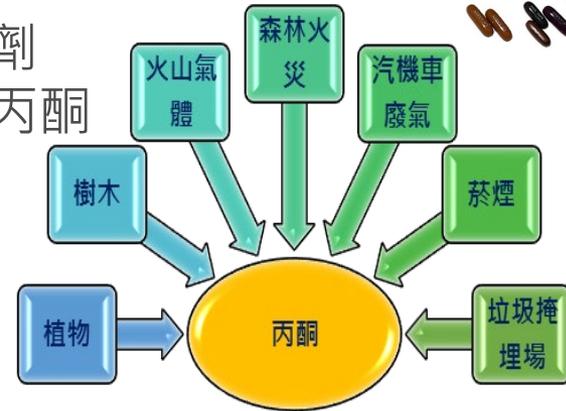


# 加工助劑檢出案例



## ◆ 衛生局稽查產品製造商

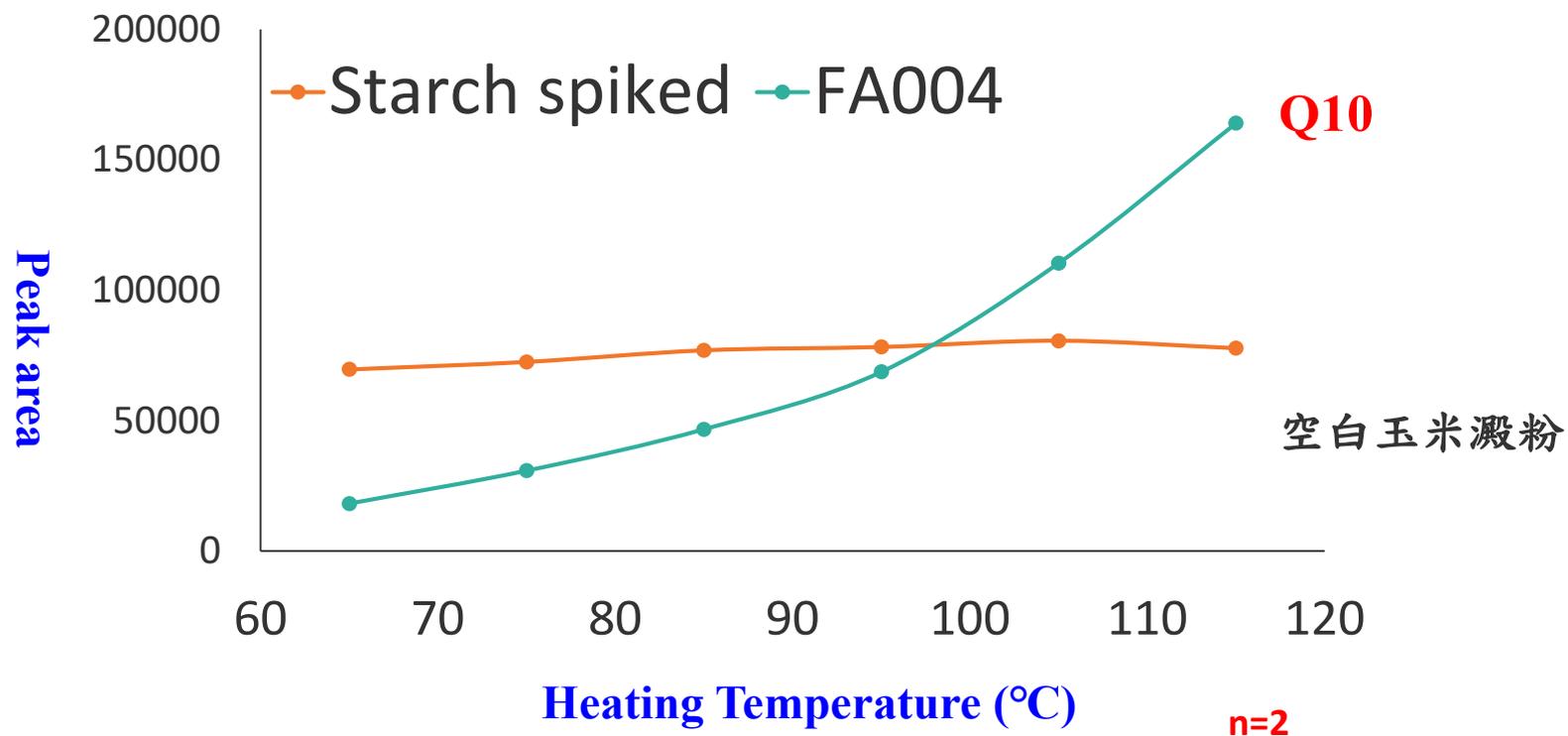
- 產品製程、原料組成及使用加工助劑
- 作業場所並無使用丙酮，亦無存放丙酮
- 業者自主檢驗(丙酮殘留量)：
  - 13項原料：0.06-2.37 ppm
  - 1項：脂肪酸甘油酯未檢出



## ◆ 綜整結果：

- ✓ 若製程未使用加工助劑時，須搭產品配方及稽查，綜合研判其合理性。
- ✓ 迷迭香萃取物(丙酮：2.37 ppm)製程中使用加工助劑-丙酮(符合法規限量)
- ✓ 加工製程未使用丙酮，卻檢出微量丙酮，可能為自然帶入之內源性丙酮。

## 不同加熱溫度對檢體之影響



### 評估結果

- 加熱溫度升高丙酮含量成倍數增加
- 添加丙酮之空白玉米澱粉無差異
- 確定Q10檢體於高溫加熱下導致丙酮之生成

# 食品中殘留溶劑之檢驗方法(TFDAO0033.01)

附註：

1. 本檢驗方法之定量極限，丙酮為0.05 ppm，二氯甲烷為0.2 ppm，異丙醇、正己烷及乙酸乙酯均為0.5 ppm。
2. 倘檢體檢出丙酮時，應將頂空進樣之樣品加熱溫度調降至65°C進行分析，並以此條件之檢驗結果為準。
3. 倘檢體檢出「加工助劑衛生標準」所列溶劑品項，應視檢體之製程、組成及其所含原料之製程是否使用加工助劑、是否添加香料等食品添加劑、原料天然背景值文獻等相關資料，必要時，輔以現場稽查，據以綜合研判。
4. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

# 食品檢出微量規定外色素

- 有鑑於食品中持續檢出**微量規定外色素**之情形，應探究其來源，釐清是否來自於食用著色劑原有之其他色素。
- 食品添加物規格標準-各項「著色劑」中，其他色素項均各有其規格標準(例：食用紅色六號之「其他色素」項，規格為3%以下，食用藍色一號為5%以下)。
- 當檢驗結果有檢出微量規定外色素時，應就其可能釐清是否為合法食用著色劑帶入，綜整產品**原料**、**食品添加物(著色劑)**、**加工流程**及**稽查結果**等相關資料，於可行時併同著色劑規格標準測項檢驗後，研判是否有不法情事。

例



# 食品檢出微量規定外色素案例



- ◆ **案由**：衛生局執行本署「109年節慶時令食品稽查抽驗專案-冬季時令食品」抽驗**紅湯圓**檢出規定外色素**偶氮玉紅**
- ◆ **辦理情形**：
  - ✓ **稽查**：本署通報三部會署、食安辦及所轄衛生局，由衛生局會同該縣環保局前往製造廠稽查
  - ✓ **查獲**：食用紅色6號色素1盒及分裝瓶1瓶，攜回檢驗，
  - ✓ **檢驗**：分別檢出**氮紅(偶氮玉紅)**檢測值**0.5%及0.2%**
  - ✓ **後續**：移**食用紅色6號色素製造商**所轄衛生局調查釐清



檢驗名稱	檢驗項目	檢驗結果
1 紅湯圓	玫瑰紅B	未檢出
	酸性玫瑰紅B	未檢出
	<b>偶氮玉紅</b>	<b>檢出</b>
	夾竹桃紅	未檢出



# 綜整結果

✓ 本署函復說明：經衛生局函詢本署，查現行食用紅色六號之規格標準中，規範其他色素之含量為3%以下，另查氮紅及食用紅色六號為合成之偶氮色素，其結構及製程類似

✓ 實地調查結果：經該食用紅色六號製造業者提具案內食用紅色六號之進口報單、輸入許可、食品添加物許可證(輸入及改裝)、製程等資料說明

✓ 綜整結果：本案配合產品原料、加工流程及稽查結果等相關資料，研判查無不法情事

§ 09001

食用紅色六號

New Coccin (Food Red No.6)

分子式： $C_{20}H_{11}O_{10}N_2S_3Na_3$

分子量：604.54

常用名稱：Cochineal Red A；New Coccin

化學名稱：Trisodium salt of 1-(4'-sulfo-1'-naphthylazo)-2-naphthol-6,8-disulfonic acid

1. 含量：82 % 以上。
2. 外觀：紅~暗紅色粉末或粒，無臭。
3. 溶狀：本品 0.1 g 溶於水 100 mL，其溶液應「澄明」。
4. 水不溶物：0.3 % 以下。
5. 氯化物及硫酸鹽：總量在 8 % 以下（以 Cl，SO<sub>4</sub> 計）。
6. 砷：2 ppm 以下（以 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 計）。
7. 重金屬：鐵 500 ppm 以下。  
鉻 25 ppm 以下。  
鋅 200 ppm 以下。  
其他 20 ppm 以下（以 Pb 計）。
8. 其他色素：3 % 以下。
9. 乾燥減重：10 % 以下（135 °C，6 小時）。
10. 分類：食品添加物第（九）類。
11. 用途：著色劑。



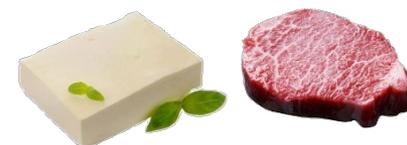
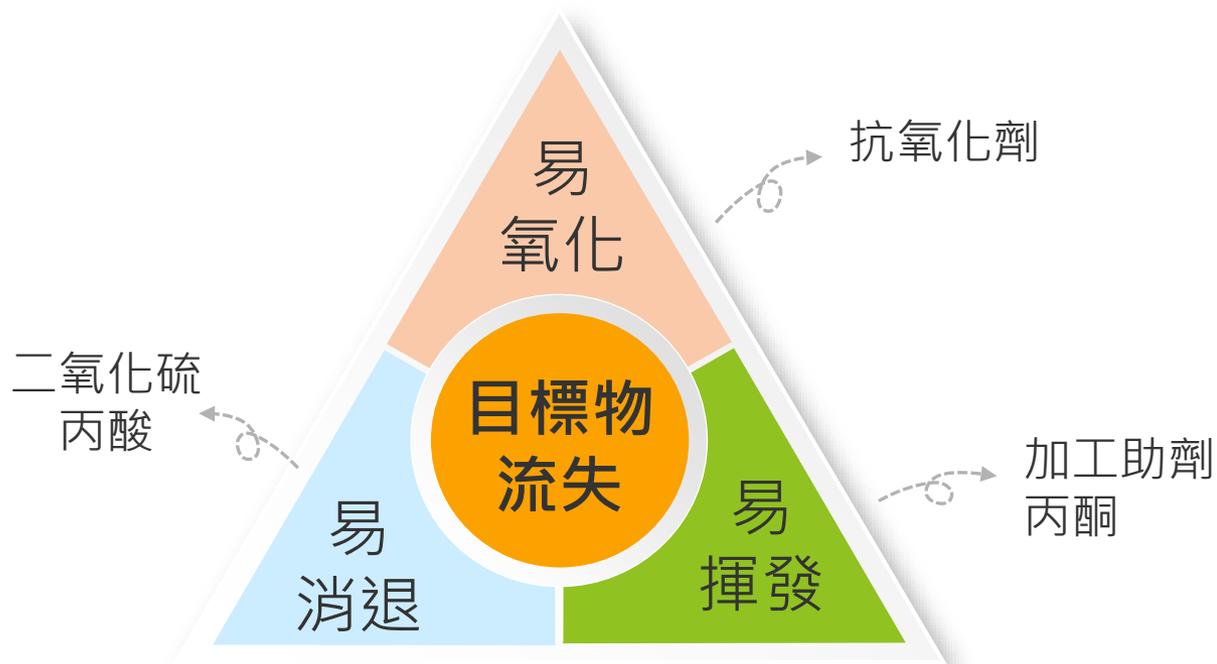
# 食品檢驗技術及常見問答



# Q1

## 當送驗者要求檢體**複驗**時該如何處理？

- 依據食品安全衛生管理法第39條，如檢體無適當方法可資保存者，得不受理複驗。如執行微生物檢驗時，較難有適當方法可資保存檢體原貌，故原則上，微生物無法複驗
- 建議執行複驗之餘存樣品，應以樣品原樣為宜



豆腐及肉品



# 食品中防腐劑之檢驗方法(MOHWA0020.03)

Q2

為何含二氧化碳之檢體應先去除二氧化碳

實驗過程中為防止氣泡進入層析管柱，除了移動相需脫氣外，檢體中若含有二氧化碳亦需要執行脫氣步驟

Q3

防腐劑標準溶液配製方式

有關防腐劑標準溶液苯甲酸、己二烯酸、去水醋酸、對羥苯甲酸及水楊酸對照用標準品之配製方式，請依公告檢驗方法2.6：以0.1N氫氧化鈉溶液5 mL溶解後，加去離子水定容，若未先以鹼液溶解，將導致標準品不易溶解於50%甲醇溶液中

Q4

食用油中銅葉綠素之鑑別方法TFDAA0016.01

## Cu-pyropheophytin a找不到第二來源

- 依據「檢驗機構化學領域檢驗結果之品質管制」之3.2.1.6「檢量線確認」：於檢量線製作完成後，應立即以不同於檢量線製作來源之標準品來確認其適用性
- 若無法取得第二來源之標準品，可使用同一來源但不同批號標準品

# Q5

## 食品中二氧化硫之檢驗方法(MOHWA0013.02)

### 有效位數

1. 當為判定檢驗數據與標準是否符合時，需依中華民國國家標準CNS2925「規定極限值之有效位數指示法」中「修整法」處理原則修整至與標準最近之單位
2. 蒟蒻製品及其他加工食品的法規為：用量以SO<sub>2</sub>殘留量計為0.030 g/kg以下，檢出結果如為0.032 g/kg，依前述原則出具報告，即為0.032 g/kg，未涉檢驗方法定量極限位數
3. 檢驗方法：本檢驗方法之定量極限為 0.01 g/kg

# Q6

## 食品添加物規格檢驗方法

### 總重金屬(以鉛計)是否可以使用「重金屬檢驗方法總則」

1. 有關食品添加物規格檢驗方法「附錄A 一般試驗法」中「7.重金屬檢查法」，係依食品添加物規格之法規標準訂定，檢品溶液為無色物質時，請使用第I法；檢品溶液為有色物質及生成重金屬硫化物反應時易受干擾之物質，則使用第II法
2. 除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中之鉛、汞、鈹、砷、銻、錫、鎳、銀、銅及鉬含量，以其總量與規格比較之

Q7

砷含量是否可以使用「重金屬檢驗方法總則」，若為「以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 計」該如何執行檢驗？

1. 有關食品添加物規格檢驗方法「附錄A 一般試驗法」中「8.砷檢查法」，係依食品添加物規格之法規標準訂定，法規標準「以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 計」，請使用第I法；法規標準以「砷」計，則使用第II法
2. 除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中砷含量。惟，法規限量若為「以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 砷計」，檢驗結果需換算為三氧化二砷含量

Q8

食品添加物規格檢驗方法- #12008 「食用修飾澱粉」

規格檢驗：「鑑別」中「差異性試驗」  
羥丙基磷酸二澱粉及乙醯化己酸二澱粉是否要  
執行「乙醯基特定反應」及「酯基測試」？

1. 有關食用修飾澱粉之規格標準，應依本署公布之「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」為依據
2. 聯合國糧農組織及世界衛生組織共同之食品添加物專家委員會(JECFA)食用修飾澱粉之規定：
  - 1) 乙醯化己二酸二澱粉須進行差異性試驗中乙醯基特定反應及酯基測試
  - 2) 羥丙基磷酸二澱粉則不須進行酯基測試

Q9

食品中著色劑之檢驗方法-多重分析方法(二) (TFDAA0070.01)

## 著色劑多重分析方法中茜素綠無法購得有純度標示之標準品

1. 食品中著色劑之檢驗方法-多重分析方法(二) (TFDAA0070.01)」為定性檢驗方法，無標準品純度相關規格要求，其中茜素綠品項，經查目前尚無商品化標示純度之標準品
2. 實驗室購買此類標準品，除參考廠商提供之COA資訊，亦可就質譜碎片離子及對照公告方法之參考層析圖等，查核其適用性

# 檢驗方法只是輔佐工具

## 天然與添加無法區分

**甲醛、過氧化反應**：自然存在

**硼砂**：部分食品富含硼，如海藻類，目前方法偵測極限 (LOD) 設為 300 ppm，略可區隔添加與否

**磷酸鹽**：食品普遍含有磷酸鹽類，檢驗結果不等於使用量，勿逕與法規使用限量來比較

**蜂蜜摻偽**：無法以 IRMS 區分 C4 糖來源；檢驗結果落於判定邊界時，應謹慎；稽查較能獲得完整資訊

**食品中螢光增白劑**：自然界存在會產生螢光之物質，檢驗發現局部或微弱螢光時，須進一步釐清其螢光物質之來源

研究與開發猶如極光般的千變萬化  
期待完成工作後的美艷與燦爛

*Thanks!*

© coolbiere photograph / Moment / Getty Images