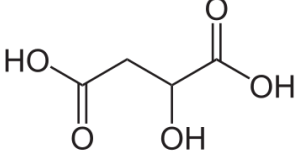
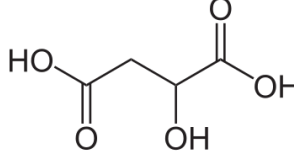


食品添加物規格檢驗方法－DL-蘋果酸(羥基丁二酸)修正草案總說明

為加強食品添加物規格之管理，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 DL-蘋果酸之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－DL-蘋果酸(羥基丁二酸)」修正草案，名稱並修正為「食品添加物規格檢驗方法－DL-蘋果酸」，其修正要點如下：

- 一、修正中英文名稱。
- 二、修正「分子量」、「外觀」、「鑑別」、「反式丁烯二酸及順式丁烯二酸」、「鉛」及「含量測定」。
- 三、刪除「性狀」、「水不溶物」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。
- 四、增列「參考文獻」。
- 五、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—DL-蘋果酸(羥基丁二酸)修正草案對照表

修正名稱	現行名稱	說明
DL-蘋果酸 DL-Malic Acid	DL-蘋果酸(羥基丁二酸) DL-Malic Acid (Hydroxysuccinic Acid)	修正中英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
§11022  分子式：$C_4H_6O_5$ 分子量：分子量：<u>134.1</u> 1.含量：本品所含$C_4H_6O_5$應在99.0%以上。 2.外觀：本品為白色或近乎白色之結晶性粉末或顆粒。 3.鑑別： (1)溶解度：本品極易溶於水，易溶於乙醇。 (2)熔點：本品按照熔融溫度測定法第I法(附錄A-12)檢查之，其熔融溫度應為127~132℃。 (3)蘋果酸鹽試驗：取本品水溶液(1→20) 5 mL，以氫試液中中和，置瓷皿中，加對氨基苯磺酸(sulfanilic acid) 10 mg，以水浴加熱數分鐘，加亞硝酸鈉溶液(1→5) 5 mL並徐徐加熱，以氫氧化鈉試液(1 N)調成鹼性時應呈紅色。 4.反丁烯二酸、順丁烯二酸：利用高效液相層析法測定檢品中反丁烯二酸及順丁烯二酸之含量，反丁烯二酸含量應在1.0%以下；順丁烯二酸含量應在0.05%以下。 (1)移動相溶液之調製：0.01 N硫酸水溶液，經0.45 μm濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。 (2)標準溶液之配製：取反丁烯二酸標準品(USP或同級品) 5 mg及順丁烯二酸標準品(USP或同級品) 2 mg，精確稱定，共置於1000	§11022  分子式：$C_4H_6O_5$ 分子量：分子量：<u>134.09</u> 1.含量：本品所含$C_4H_6O_5$應在99.0%以上。 2.外觀：本品為白色或近乎白色，具強烈酸味之結晶性粉末或顆粒。 3.鑑別：取本品數毫克溶於稀硫酸試液1 mL中，並加入0.003%之2-萘酚(2-naphthol)濃硫酸溶液1 mL混合均勻，則此溶液具有藍色螢光或經光線透視則呈微黃色。 4.性狀：本品約130℃即可溶解，1 g可溶於水0.8 mL或乙醇1.4 mL中，且其溶液不具旋光性。 5.反式丁烯二酸(fumaric acid)及順式丁烯二酸(maleic acid)：取本品約20 g、反式丁烯二酸100 mg及順式丁烯二酸10 mg之標準品，精確稱定，置於500 mL容量瓶內，加氫氧化鈉試液300 mL及酚試液數滴，然後以氫氧化鈉試液中和至液色最少持續30秒呈微紅色，加水定容至500 mL，作為標準溶液。另取本品約4 g，精確稱定，置於100 mL容量瓶，溶於水25 mL，加酚試液，以氫氧化鈉試液中和，以下步驟同標準溶液，作為檢品溶液。 分別精確量取檢品溶液25 mL於二個100 mL容量瓶內，其中一個	一、修正「分子量」、「外觀」、「鑑別」、「反式丁烯二酸及順式丁烯二酸」、「鉛」及「含量測定」。 二、刪除「性狀」、「水不溶物」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。 三、增列「參考文獻」。 四、增修訂部分文字。

<u>mL容量瓶中，以移動相溶解並定容，供作標準溶液。</u> <u>(3)檢品溶液之調製：取本品100 mg，精確稱定，以移動相溶解並定容至100 mL，供作檢品溶液。</u> <u>(4)解析度測試用溶液之調製：取本品約1 g、反丁烯二酸標準品約10 mg及順丁烯二酸標準品約4 mg，精確稱定，以移動相溶解並定容至1000 mL。</u> <u>(5)解析度測試：將解析度測試用溶液注入高效液相層析儀中，依下列條件進行層析。其標準品與檢品波峰之解析度，順丁烯二酸不得低於2.5，反丁烯二酸不得低於7.0，且重複分析之相對標準偏差不得大於2.0%。</u> <u>高效液相層析測定條件^(註)：</u> <u>層析管：內徑6.5 mm × 30 cm，填充由氫型之磺化交聯苯乙烯-二乙烯基苯共聚物組成之強陽離子交換樹脂 (Polypore H)，或同級品。</u> <u>紫外光檢出器：波長210 nm。</u> <u>層析管溫度：37 ± 1°C。</u> <u>移動相溶液：依(1)所調製之溶液。</u> <u>流速：0.6 mL/min。</u> <u>注入量：20 µL。</u> <u>註：上述條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。</u> <u>(6)鑑別試驗及含量測定：精確量取檢品溶液及標準溶液各20 µL，分別注入高效液相層析儀中，依(5)條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之(相對滯留時間：順丁烯二酸約為0.6，蘋果酸約為1.0，反丁烯二酸約為1.5)，並依下列計算式求出檢品中反丁烯二酸及順丁烯二酸之含量(%)：</u> <u>檢品中反丁烯二酸及順丁烯二酸之含量(%)</u>	<u>氯化鉀緩衝溶液稀釋定容作為檢品A，另一個加磷酸鉀緩衝液(pH7.0) 50 mL，加水稀釋定容，作為檢品溶液B。</u> <u>取適量之檢品溶液A於極譜儀之貯液槽，並浸置於控制在24.5°C～25.5°C之水浴中，滴加明膠抑制試液2滴，並通入氮氣最少5分鐘，以去除氣泡。插入適合極譜儀的滴汞電極(陰極)，並用浸透甘汞的電極作為參考電極，儘可能的調整電流的敏感度並在每分鐘0.2伏特的速度下記錄從－0.1～－0.8伏特的極譜。另取標準溶液25 mL於100 mL容量瓶，加氯化鉀緩衝液稀釋定容，按照檢品溶液A之方法測得的極譜為標準溶液極譜，並各別記錄接近－0.56伏特電位所出現順式丁烯二酸與反式丁烯二酸半波峰的合計高度，檢品溶液A所測得為iu，而標準溶液A所測得為is。除了極譜儀測定條件更改為每分鐘0.1伏特的速度下記錄－1.05～－1.7伏特的極譜外，檢品溶液B及標準溶液B均按照前述方法操作，各別記錄接近－1.33伏特電位所出現順式丁烯二酸半波峰的高度，檢品溶液B所測得為iu'，而標準溶液B所測得為is'。依下列公式計算檢品所含之反式丁烯二酸及順式丁烯二酸之合計重量(mg)。</u> <u>$500 C \times iu / (is - iu)$</u> <u>C為標準溶液中反式丁烯二酸及順式丁烯二酸之合計濃度(mg/mL)。同樣依下列公式計算檢品所含順式丁二烯酸之重量(mg)。</u> <u>$500 C' \times iu' / (is' - iu')$</u> <u>C'為標準溶液中順式丁烯二酸之濃度(mg/mL)。最後從其差值計算檢品中反式丁烯二酸的重量。</u> <u>6.水不溶物：取本品25 g，溶於水100 mL，用已知重量之古氏坩堝</u>	
--	---	--

$= 100C \times (rU/rS)$ <u>C = 標準溶液之濃度(mg/mL)</u> <u>rU = 檢品溶液之波峰面積</u> <u>rS = 標準溶液之波峰面積</u> 5.鉛：取本品<u>0.5 g</u>，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」<u>進行分析</u>，其所含鉛(Pb)應在<u>2 mg/kg</u>以下。 6.含量測定：取本品約<u>2 g</u>，精確稱定，溶於新煮沸冷卻之水<u>40 mL</u>，加<u>酚酞試液2滴</u>，用<u>1 N氫氧化鈉液</u>滴定至<u>粉紅色並持續30秒為止</u>，每mL之<u>1 N氫氧化鈉液</u>相當於<u>67.04 mg之C₄H₆O₅</u>。 <u>參考文獻：</u> <u>FAO. 2006. Malic acid monograph</u> <u>3. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.</u> <u>[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph3/additive-269.pdf]</u>	<u>過濾，殘留物依照水不溶物檢查法(附錄A-25)檢查之，其所含水不溶物不得超過0.1%。</u> 7.砷：取本品<u>1.0 g</u>，按照<u>砷檢查第II-2法(附錄A-8)檢查之</u>，其所含砷(以As計)應在<u>3 ppm</u>以下。 8.鉛：取本品<u>1.0 g</u>，按照<u>鉛試驗法(附錄A-24)試驗之</u>，其所含鉛(Pb)應在<u>10 ppm</u>以下。 9.重金屬：取本品<u>1.0 g</u>，按照<u>重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之</u>，其所含重金屬(以Pb計)應在<u>0.002%</u>以下。 10.熾灼殘渣：取本品<u>2.0 g</u>，按照<u>熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之</u>，其所遺留殘渣不得超過<u>0.1%</u>。 11.含量測定：取本品約<u>2 g</u>，精確稱定，溶於新煮沸冷卻之水，加<u>酚試液2滴</u>，用<u>1 N氫氧化鈉液</u>滴定之，每mL之<u>1 N氫氧化鈉液</u>相當於<u>67.04 mg之C₄H₆O₅</u>。	
---	--	--