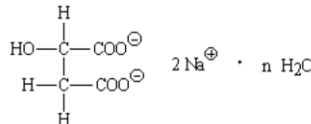
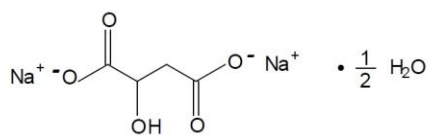


食品添加物規格檢驗方法—DL-蘋果酸鈉修正草案總說明

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-蘋果酸鈉之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法—DL-蘋果酸鈉」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正「結構式」、「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「乾燥減重」及「含量測定」。
- 二、刪除「溶狀」、「游離鹼」、「氯化物」、「砷」、「重金屬」、「鐵」及「熾灼殘渣」。
- 三、增列「鹼度」、「反丁烯二酸、順丁烯二酸」、「鉛」及「參考文獻」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—DL-蘋果酸鈉修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
§11023  分子式：$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 1/2H_2O$ (半水物)、$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 3H_2O$ (三水物) 分子量：187.1 (半水物)、232.1 (三水物) 1.含量：本品所含$C_4H_4Na_2O_5$按乾品計算，應為98～102 %。 2.外觀：本品為<u>無臭</u>的結晶性粉末或塊。 3.鑑別： (1)溶解度：本品易溶於水。 (2)鈉鹽試驗：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。 (3)蘋果酸試驗：取本品水溶液(1→20) 5 mL，以<u>氫試液中和</u>，置<u>瓷皿中</u>，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<u>氫氧化鈉試液(1 N)調成鹼性時應呈紅色</u>。 4.乾燥減重：本品於130℃乾燥4小時，其減失重量半水物不得超過7%，三水物應為20.5～23.5% (附錄A-3)。 5.鹼度：本品1 g溶於新煮沸冷卻之水20 mL，加酚酞試液2滴時，如呈紅色，則加0.1 N硫酸液0.4 mL，紅色應消失，即以Na_2CO_3計應在0.2%以下。 6.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，	§11023  分子式：$C_4H_4O_5Na_2 \cdot 1/2H_2O$ 分子量：187.07 1.含量：本品所含$C_4H_4O_5Na_2$按乾品計算，應為98～102 %。 2.外觀：本品為<u>白色</u>結晶性粉末或塊，<u>無臭</u>，具<u>鹹味</u>。 3.鑑別： (1)取本品之<u>水溶液(1：20)</u> 1 mL置於<u>磁皿內</u>，加對氨基苯磺酸10 mg，以下按照『DL-蘋果酸』之『鑑別』項(1)試驗法檢查之。 (2)按照『DL-蘋果酸』之『鑑別』項(2)試驗法檢查之。 (3)本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。 4.溶狀：本品1 g溶於水10 mL，其溶液應<u>無色『澄清』</u>。 5.游離鹼：本品1 g溶於新煮沸冷卻之水20 mL，加<u>酚試液2滴時</u>，如呈紅色，再加0.01 N硫酸液0.4 mL紅色應即消失。 6.氯化物：取本品1.0 g，按照氯化物檢查法(附錄A-1)檢查之，如起混濁，不得較0.01 N硫酸液0.30 mL之對照試驗所起者為濃(以Cl計，0.01%以下)。 7.砷：取本品0.5 g，按照砷檢查第I法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As_2O_3計)應在2 ppm以下。 8.重金屬：取本品1.0 g，溶於水30 mL，以稀鹽酸(1→100)中和後，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成40 mL，作為檢品溶液，按照重金	一、修正「結構式」、「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「乾燥減重」及「含量測定」。 二、刪除「溶狀」、「游離鹼」、「氯化物」、「砷」、「重金屬」、「鐵」及「熾灼殘渣」。 三、增列「鹼度」、「反丁烯二酸、順丁烯二酸」、「鉛」及「參考文獻」。 四、增修訂部分文字。

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 mL容量瓶中，以移動相溶解並定容，供作標準溶液。

(3)檢品溶液之調製：取本品約100 mg，精確稱定，以移動相溶解並定容至100 mL，供作檢品溶液。

(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。

(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%。

高效液相層析測定條件^(註)：

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。

紫外光檢出器：波長210 nm。

層析管溫度：37 ± 1°C。

移動相溶液：依(1)所調製之溶液。

流速：0.6 mL/min。

注入量：20 µL。

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。

(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，

屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在20 ppm以下。

9.鐵：本品水溶液(1→20) 5 mL加鹽酸5滴，再加亞鐵氰化鉀試液3滴時，不得立即呈藍色。

10.乾燥減重：本品於130°C乾燥4小時，其減失重量不得超過7% (附錄A-3)。

11.熾灼殘渣：本品於130°C乾燥4小時後，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，其所遺留殘渣應為78.2~81.4%。

12.含量測定：取預經130°C乾燥4小時之本品約0.15 g，精確稱定，加冰醋酸30 mL溶解，以結晶紫試液1 mL為指示劑，用0.1 N過氯酸液滴定，終點為液色由紫色經藍色變綠色時，另作一空白試驗校正之。每mL之0.1 N過氯酸液相當於8.903 mg之C₄H₄O₅Na₂。

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(%)： 檢品中反丁烯二酸及順丁烯二酸之含量(%) = $100C \times (rU/rS)$ C = 標準溶液之濃度(mg/mL) rU = 檢品溶液之波峰面積 rS = 標準溶液之波峰面積 7.鉛：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。 8.含量測定：取預經乾燥之本品約0.25 g，精確稱定，加冰醋酸50 mL溶解，用0.1 N過氯酸液滴定，以<u>電位法測定終點</u>。每mL之0.1 N過氯酸液相當於 8.903 mg 之 $C_4H_4Na_2O_5$。 <u>參考文獻：</u> FAO. 2006. Sodium DL-Malate monograph 3. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. [http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph3/additive-413.pdf]		
--	--	--