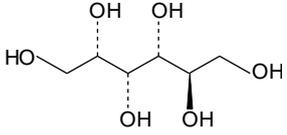
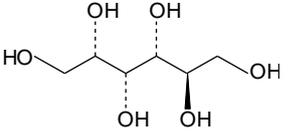


食品添加物規格檢驗方法—D-山梨醇修正草案總說明

為加強食品添加物規格之管理，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 D-山梨醇之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法—D-山梨醇」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「鎳」、「糖類」及「含量測定」。
- 二、刪除「液性」、「砷」、「重金屬」、「乾燥減重」及「熾灼殘渣」。
- 三、增列「水分」、「硫酸化灰分」、「氯化物」、「硫酸鹽」、「還原糖」、「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—D-山梨醇修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§07087 §11-1-001</p>  <p>分子式：$C_6H_{14}O_6$ 分子量：182.17</p> <p>1.含量：本品所含$C_6H_{14}O_6$以總醣醇計應在<u>97.0%以上</u>，以無水D-山梨醇計應在<u>91.0%以上</u>。醣醇之分子式為$CH_2OH-(CHOH)_n-CH_2OH$，其中n為小於等於4之整數。</p> <p>2.外觀：本品為白色易吸濕性粉末、結晶性粉末、薄片狀或顆粒。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)溶解度：本品極易溶於水，微溶於乙醇。</p> <p>(2)熔點：本品之熔點溫度為88~102°C (附錄A-12)。</p> <p>(3)薄層層析法：取本品 50 mg 溶於水20 mL，供作檢品溶液。另取山梨醇標準品 50 mg 溶於水20 mL，供作標準溶液。分別取檢品溶液及標準溶液各2 μL，點於矽膠(silica gel)薄層層析板上，風乾後，以丙醇：乙酸乙酯：水(70:20:1, v/v/v)溶液為展開液，進行薄層層析。展開至高度17 cm後，取出層析板，風乾，先噴以4-胺基苯甲酸試液(取4-胺基苯甲酸($C_7H_7NO_2$) 1 g溶於乙酸18 mL、水20 mL及磷酸1 mL之混合溶液中，臨用時配製)：丙酮(2:3, v/v)混合溶液，於100°C加熱15分鐘，再噴以0.2% (w/v)過碘酸鈉試液，並於100°C加熱15分鐘，就檢品溶液在層析板上所得主要斑點之位置、顏色及大小，與標準溶液比較鑑別之。</p> <p>4.水分：按照費氏水分測定法(附</p>	<p>§07087 §11-1-001</p>  <p>分子式：$C_6H_{14}O_6$ 分子量：182.18</p> <p>1.含量：本品所含$C_6H_{14}O_6$按乾品計算，應為<u>97~101%</u>。</p> <p>2.外觀：本品為白色粒、粉末或結晶性粉末，<u>無臭，具清涼甜味</u>。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)本品水溶液(7：3) 1 mL，加硫酸鐵試液2 mL及氫氧化鈉溶液(1：4) 1 mL時，應藍綠色且不混濁。</p> <p>(2)本品水溶液(1：100) 1 mL，加新調製之兒茶酚溶液(1：10) 1 mL，充分振搖混合後，加硫酸2 mL振混，應立即呈紅色。</p> <p>4.液性：本品水溶液(1→5)之pH值應為4.0~7.0。</p> <p>5.砷：取本品0.5 g溶於水5 mL，按照砷檢查第I-1法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As_2O_3計)應在2 ppm以下。</p> <p>6.重金屬：取本品4.0 g，加稀醋酸2 mL，溶於水30 mL振搖混合，作為檢品溶液，按照重金屬檢查法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在5 ppm以下。</p> <p>7.鎳：取本品0.28 g，按照鎳試驗法(附錄A-55)試驗之，其所含鎳(Ni)應在7 ppm以下。</p> <p>8.糖類：取本品10 g溶於水25 mL，加稀鹽酸8 mL，接迴流冷凝器，於水浴中加熱3小時，冷卻後以甲基橙試液為指示劑，用氫氧化鈉試液中和。再加水使成100 mL，取10 mL，加水10 mL及菲林</p>	<p>一、修正「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「鎳」、「糖類」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「液性」、「砷」、「重金屬」、「乾燥減重」及「熾灼殘渣」。</p> <p>三、增列「水分」、「硫酸化灰分」、「氯化物」、「硫酸鹽」、「還原糖」、「鉛」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

錄A-14)測定之，其所含水分應為1%以下。

5.硫酸化灰分：取本品2 g，精確稱定，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，但熾灼溫度為 $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ，其遺留殘渣應在0.1%以下。

6.氯化物：取本品10 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鹽酸液1.5 mL之對照試驗所起者為濃(以Cl計，50 mg/kg以下)。

7.硫酸鹽：取本品10 g，按照硫酸鹽檢查法(附錄A-2)檢查之，如起混濁，不得較0.01 N硫酸液2.0 mL之對照試驗所起者為濃(以 SO_4 計，100 mg/kg以下)。

8.鎳：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，其所含鎳(Ni)應在2 mg/kg以下。

9.還原糖：取本品7 g溶於水35 mL，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於4分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加熱正好2分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥30分鐘之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇及乙醚各10 mL清洗，最後於 100°C 乾燥30分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過50 mg(以葡萄糖計，其量應在0.3%以下)。

10.糖類：取本品2.1 g，加0.1 N鹽酸溶液40 mL，接上冷凝管，迴流加熱4小時，將溶液移入400 mL燒杯中，以水10 mL潤洗，合併洗液，以6 N氫氧化鈉溶液中中和後，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於4分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加熱正好2分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥30分鐘

試液40 mL，徐徐煮沸3分鐘後，靜置，使氧化亞銅沈澱。取上澄液用玻璃過濾器(IG4)過濾。燒瓶內沈澱以溫水洗滌至不呈鹼性，洗液仍以前述玻璃過濾器過濾。沈澱再加硫酸鐵試液20 mL溶解，亦以前述玻璃過濾器過濾於另一吸濾瓶中，玻璃過濾器以適量水洗滌，洗液併濾液加熱至 80°C ，加0.1N高錳酸鉀液20 mL時，其液色不得立即消失。

9.乾燥減重：本品於 80°C 減壓乾燥3小時，其減失重量不超過3%(附錄A-3)。

10.熾灼殘渣：取本品約5 g，精確稱定，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，其遺留殘渣不得超過0.02%。

11.含量測定：各取預經 80°C 乾燥3小時之本品與D-山梨醇標準約1 g，精確稱定，各別加水：丙二醇之混合溶液(4:1) 0.5 mL並加水定容至10 mL，供作檢品溶液及標準溶液，精確量取檢品溶液及標準溶液各10 μL ，分別注入高效液相層析儀，參照下列條件進行高效液相分析，由檢品溶液中D-山梨醇與丙二醇波峰高度或面積比值(A_T)，及標準溶液中D-山梨醇與丙二醇波峰高度或面積比值(A_S)，依下式計算D-山梨醇之含量。

$$\text{D-山梨醇含量} = \frac{\text{標準品之取量(g)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 100(\%)}{\text{檢品之取量(g)}}$$

高效液相層析條件：

分離管填充劑：polyethylene sulfate(G)，顆粒大小9~10 μm

分離管：內徑4~8 mm，長20~50 cm之不鏽鋼分離管

分離溫度： 50°C

檢出器：折射率檢出器

移動相：去離子水

流速：1 mL/min

之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇及乙醚各10 mL清洗，最後於100°C乾燥30分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過50 mg (以葡萄糖計，其量應在1%以下)。

11.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1 mg/kg以下。

12.含量測定：取本品約1 g，精確稱定，以去離子水攪拌溶解並定容至50 mL，經0.45 μm濾膜過濾，供作檢品溶液。另取D-山梨醇標準品100 mg，精確稱定，以去離子水溶解並定容至10 mL，供作標準溶液。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，依下列條件進行分析，就檢品溶液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢品中D-山梨醇之含量(%)。

檢品中山梨醇之含量(%) =

$$C \times \frac{R_u \times 50}{R_s \times W \times 10}$$

C：標準溶液中D-山梨醇之濃度(mg/mL)

R_u：檢品溶液中D-山梨醇之波峰面積

R_s：標準溶液中D-山梨醇之波峰面積

W：檢品之採取量(g)

高效液相層析測定條件：

檢出器：折射率檢出器(refractive index detector)。

層析管：AMINEX HPX 87 C，內徑9 mm × 30 cm，或同級品。

層析管溫度：85 ± 0.5°C。

移動相溶液：去離子水。

移動相流速：0.5 mL/min。

參考文獻：

FAO. 2006. Sorbitol monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/additive-436-m1.pdf]		
---	--	--