

食品添加物規格檢驗方法－脂肪酸甘油酯修正草案總說明

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」，並配合一百零七年十一月二十二日衛授食字第一〇七一三〇二六四一號預告修正「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」第二條附件一、第三條附表二草案中脂肪酸甘油酯之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－脂肪酸甘油酯」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正「外觀」及「鑑別」。
- 二、刪除「砷」、「重金屬」、「聚氧乙烯」及「熾灼殘渣」。
- 三、增列「結構式」、「分子量」、「水分」、「游離甘油」、「皂化物」、「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－脂肪酸甘油酯修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明				
<p>§16001 <u>脂肪酸甘油酯：</u></p> <table border="0" style="width: 100%; text-align: center;"> <tr> <td style="width: 25%;"> $\begin{array}{c} \text{alfa-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$ </td> <td style="width: 25%;"> $\begin{array}{c} \text{beta-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$ </td> <td style="width: 25%;"> $\begin{array}{c} \text{alfa,beta-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$ </td> <td style="width: 25%;"> $\begin{array}{c} \text{alfa,alfa-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \end{array}$ </td> </tr> </table> <p><u>-OCR 為脂肪酸</u> <u>醋酸甘油酯：</u></p> $\begin{array}{c} \text{CH}_2-\text{OR}_1 \\ \\ \text{CH}-\text{OR}_2 \\ \\ \text{CH}_2-\text{OR}_3 \end{array}$ <p><u>R₁, R₂ 及 R₃ 可為脂肪酸、-COCH₃ 或 H</u> <u>分子量：</u> <u>甘油單硬脂酸酯：358.6</u> <u>甘油雙硬脂酸酯：625.0</u> <u>此為商業產品之兩項脂肪酸甘油酯主要成分。</u> 1.外觀： <u>脂肪酸甘油酯：本品為白～淡黃白色之蠟狀塊、薄片或黏滯液體。</u> <u>醋酸甘油酯：白～淡黃色濃稠狀液體～固態，並可能帶有醋酸氣味。</u> 2.鑑別： <u>(1)溶解度：不溶於水；可溶於乙醇、氯仿和苯。</u> <u>(2)紅外線吸收光譜分析：</u> <u>脂肪酸甘油酯：本品按照紅外線吸收光譜測定法(附錄A-29)測定時，於脂肪酸酯之多元醇特徵波數附近應有吸收帶。</u> <u>(3)脂肪酸試驗：按照衛生福利部公告「食品中脂肪酸之檢驗方法」進行鑑別。</u> <u>(4)甘油試驗：取本品1 g，精確稱定，與酒精性氫氧化鉀試液(0.5 N) 15 mL迴流加熱1小時後，加入水15 mL，再以稀鹽酸(10%)約6 mL酸化，以正己烷5 mL萃取，去除正己烷層，水層再以正己烷5 mL萃取，去除正己烷層。</u></p>	$\begin{array}{c} \text{alfa-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{beta-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{alfa,beta-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{alfa,alfa-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \end{array}$	<p>§16001 1.外觀： <u>本品為白色～淡黃色粉末，蠟塊狀、薄片、半流動體或粘稠液體，無味、無臭、或具特異臭氣。</u> 2.鑑別： <u>(1)本品約5 g (若甘油醋酸酯則取1.5 g)加氫氧化鉀·乙醇溶液50 mL，接迴流冷卻器，置水浴中加熱1小時後，去除乙醇，並使近於乾涸狀態，再加鹽酸(1：9) 50 mL，充分振搖後，反應所生成的脂肪酸，以每次40 mL之石油醚：甲基乙基酮(methylethyl ketone) (7：1)萃取3次，使分層，水層加氫氧化鈉溶液(1：9)調整至中性後，於水浴中減壓濃縮，加40℃ 甲醇20 mL充分振搖混合後，冷卻過濾，於水浴中除去濾液中之甲醇，所得之殘留物再以甲醇溶液(1：9)溶出，作為檢品溶液。</u> <u>取檢品溶液5 μL，另以甲醇：甘油(9：1)為對照溶液，用正丁醇：甲醇：氯仿之混合液(5：3：2)為展開溶媒，以預經110℃乾燥1小時之矽膠薄層板進行薄層層析分析。展開溶媒展開高度至距原點15 cm時，取出風乾後，於110℃加熱10分鐘，去除溶媒，冷後以瑞香酚硫酸試液噴霧後，於110℃加熱20分鐘呈色，若有甘油酯，則於對照溶液相同位置處有白色斑點，若有聚甘油酯時，則於對照溶液同位置下方有白色斑點或白色帶狀斑。</u> <u>(2)除甘油醋酸酯外，將(1)所分離之石油醚·甲基乙基酮層，合併混合，去除溶媒時，則產生油狀或白～黃白固體殘留物，將此殘留物0.1 g加乙醚5 mL，充分振搖混</u></p>	<p>一、修正「外觀」及「鑑別」。</p> <p>二、刪除「砷」、「重金屬」、「聚氧乙烯」及「熾灼殘渣」。</p> <p>三、增列「結構式」、「分子量」、「水分」、「游離甘油」、「皂化物」、「鉛」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>
$\begin{array}{c} \text{alfa-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{beta-mono-} \\ \text{CH}_2\text{OH} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{alfa,beta-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOOCR} \\ \\ \text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{alfa,alfa-di-} \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \\ \\ \text{CHOH} \\ \\ \text{CH}_2\text{OOCR} \end{array}$			

取水層5 mL置於試管中，加入過量之氫氧化鈣粉末，於沸水浴加熱5分鐘，振搖數次，冷卻並過濾。取濾液1滴置於另一試管，加入硫酸氫鉀50 mg，試管上放置以測試丙烯醛(acrolein)之試劑[取5%亞硝基鐵氰化鈉(disodium pentacyanonitrosylferrate)水溶液與20%哌啶(piperidine)水溶液，以1:1 (v/v)比例混勻，臨用時調製]潤濕之濾紙，在小火上加熱，濾紙應呈藍色，加入氫氧化鈉試液(1 N)後，顏色變為粉紅色。

3.水分：取本品1.0 g，精確稱定，按照費氏水分測定直接滴定法(附錄A-14)測定之，脂肪酸甘油酯所含水分應在2.0%以下。

4.酸價：按照油脂試驗法(1)酸價測定法(附錄A-21)測定之，脂肪酸甘油酯之酸價應在6以下。

5.游離甘油：取本品1 g(必要時加熱溶解，溫度不得超過熔點10°C)，精確稱定，置於有玻璃蓋之100 mL容量瓶中，加入氯仿50 mL溶解，再加入水25 mL，激烈振搖30~60秒，如有乳化現象，則加入冰醋酸3~4 mL使其分層，將水層轉移到另一100 mL容量瓶中，氯仿層依序以水25、25及20 mL萃取，合併水層，加水定容至100 mL。取此液及水(空白溶液)各50 mL，分置於內含醋酸過碘酸試液(取過碘酸5.4 g，以水100 mL溶解後，再加冰醋酸1900 mL混合均勻，避光儲存。) 50 mL之500 mL附有玻璃栓塞之錐形瓶中，輕搖混合均勻，靜置至少30分鐘但不超過1.5小時。分別加入碘化鉀試液20 mL，輕搖混合，靜置1分鐘但不超過5分鐘，且不可暴露在強光下，加入水100 mL，用0.1 N硫代硫酸鈉液滴定，並以磁石攪拌充分混合，至碘棕色消失，再加入澱粉試液2 mL作為指

合，則應溶解。

(3)除脂肪酸甘油酯及聚甘油酯外，取(1)之檢品溶液5 mL，加水50 mL振搖混合，所得溶液若為脂肪酸甘油醋酸酯及甘油醋酸酯，則呈醋酸鹽反應，若為脂肪酸甘油乳酸酯，則呈乳酸鹽反應，若為脂肪酸甘油檸檬酸酯，則呈檸檬酸鹽反應，若為脂肪酸甘油琥珀酸酯，則呈琥珀酸反應，若為甘油雙乙基酒石酸酯，則呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)醋酸鹽及酒石酸鹽反應。

(4)若為聚甘油縮合亞麻油酸酯，取(1)所分離之石油醚·甲基乙基酮層，合併混合，以每次50 mL水洗2次，加無水硫酸鈉脫水過濾，於減壓下加熱去除溶媒，取殘留物約1 g，精確稱定，按照油脂類試驗法(4)羥基價測定法(附錄A-21)測定之，其羥價應在150~170，稱取此殘留物約0.5 g，供作測定酸價時之檢品。

3.酸價：按照油脂試驗法(1)酸價測定法(附錄A-21)測定之，其酸價應在6以下。

4.砷：取本品0.5 g，按照砷檢查第I-2法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As₂O₃計)應在2 ppm以下。

5.重金屬：取本品1.0 g，按照重金屬檢查第II法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在20 ppm以下。

6.聚氧乙烯：按照『脂肪酸山梨糖酯』之『聚氧乙烯』項試驗法。

7.熾灼殘渣：取本品1.0 g，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1.5%。

示劑，持續滴定至藍色消失為止。依下列計算式計算檢品中游離甘油之含量(%), 脂肪酸甘油酯之游離甘油應在7%以下。

檢品中游離甘油之含量(%) = $[(B - S) \times N \times 2.30] / W$

B: 空白溶液中硫代硫酸鈉液之消耗量

S: 檢品溶液中硫代硫酸鈉液之消耗量

N: 0.1 N 硫代硫酸鈉液之實際當量濃度

W: 檢品之採取量

6. 皂化物: 取本品10 g, 加入預先以0.1 N 鹽酸或0.1 N 氫氧化鈉溶液中和之丙酮60 mL及溴酚藍溶液(0.5%) 0.15 mL混合溶液, 於水浴中溫熱溶解, 用0.1 N 鹽酸液滴定至藍色消退, 靜置20分鐘, 溫熱溶液至固形物再溶解, 如藍色重現則持續滴定。每mL之0.1 N 鹽酸液相當於0.0304 g $C_{18}H_{33}O_2Na$ (油酸鈉)。脂肪酸甘油酯之皂化物以油酸鈉計, 應在6%以下。

7. 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2 mg/kg以下。

參考文獻:

FAO. 2006. Mono- and diglycerides monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-288.pdf]