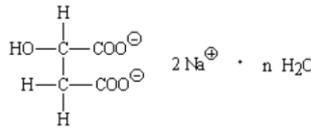
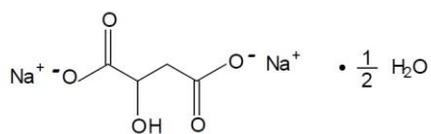


食品添加物規格檢驗方法—DL-蘋果酸鈉修正總說明

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」，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-蘋果酸鈉修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§11023</p>  <p>分子式：<u>$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 1/2H_2O$ (半水物)</u>、<u>$C_4H_4Na_2O_5 \cdot 3H_2O$ (三水物)</u></p> <p>分子量：<u>187.1 (半水物)</u>、<u>232.1 (三水物)</u></p> <p>1.含量：本品所含<u>$C_4H_4Na_2O_5$</u>按乾品計算，應為98~102 %。</p> <p>2.外觀：本品為<u>無臭</u>的結晶性粉末或塊。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)<u>溶解度：</u>本品易溶於水。</p> <p>(2)<u>鈉鹽試驗：</u>本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。</p> <p>(3)<u>蘋果酸試驗：</u>取本品水溶液(1→20) 5 mL，<u>以氫試液中和，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。</u></p> <p>4.乾燥減重：本品於130°C乾燥4小時，其減失重量半水物不得超過7%，<u>三水物應為20.5~23.5%</u>(附錄A-3)。</p> <p>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<u>Na_2CO_3</u>計應在0.2%以下。</p> <p>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。</p> <p>(1)<u>移動相溶液之調製：</u>0.01 N硫酸水溶液，經0.45 μm濾膜過濾，</p>	<p>§11023</p>  <p>分子式：<u>$C_4H_4O_5Na_2 \cdot 1/2H_2O$</u></p> <p>分子量：<u>187.07</u></p> <p>1.含量：本品所含<u>$C_4H_4O_5Na_2$</u>按乾品計算，應為98~102 %。</p> <p>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>。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)取本品之<u>水溶液(1：20) 1 mL</u>置於<u>磁皿內</u>，加對氨基苯磺酸10 mg，<u>以下按照『DL-蘋果酸』之『鑑別』項(1)試驗法檢查之。</u></p> <p>(2)按照『DL-蘋果酸』之『鑑別』項(2)試驗法檢查之。</p> <p>(3)本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。</p> <p>4.溶狀：本品1 g溶於水10 mL，其溶液應<u>無色『澄明』</u>。</p> <p>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。</p> <p>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)。</p> <p>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。</p> <p>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</p>	<p>一、修正「<u>結構式</u>」、「<u>分子式</u>」、「<u>分子量</u>」、「<u>含量</u>」、「<u>外觀</u>」、「<u>鑑別</u>」、「<u>乾燥減重</u>」及「<u>含量測定</u>」。</p> <p>二、刪除「<u>溶狀</u>」、「<u>游離鹼</u>」、「<u>氯化物</u>」、「<u>砷</u>」、「<u>重金屬</u>」、「<u>鐵</u>」及「<u>熾灼殘渣</u>」。</p> <p>三、增列「<u>鹼度</u>」、「<u>反丁烯二酸</u>」、「<u>順丁烯二酸</u>」、「<u>鉛</u>」及「<u>參考文獻</u>」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

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「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。

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，以電位法測定終點。每mL之0.1 N過氯酸液相當於8.903 mg之 $C_4H_4Na_2O_5$ 。

參考文獻：

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]