

## 食品添加物規格檢驗方法—D-山梨醇修正總說明

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」，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-山梨醇修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p><b>§07087</b> <b>§11-1-001</b></p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>分子式：<math>C_6H_{14}O_6</math> 分子量：<b>182.17</b></p> <p><b>1.含量：</b>本品所含<math>C_6H_{14}O_6</math>以總醣醇計應在97.0%以上，以無水D-山梨醇計應在91.0%以上。醣醇之分子式為<math>CH_2OH-(CHOH)_n-CH_2OH</math>，其中n為小於等於4之整數。</p> <p><b>2.外觀：</b>本品為白色易吸濕性粉末、結晶性粉末、薄片狀或顆粒。</p> <p><b>3.鑑別：</b></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 <math>\mu</math>L，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(<math>C_7H_7NO_2</math>) 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><b>4.水分：</b>按照費氏水分測定法(附錄A-14)測定之，其所含水分應為1%以下。</p> <p><b>5.硫酸化灰分：</b>取本品2 g，精確</p>	<p><b>§07087</b> <b>§11-1-001</b></p> <div style="text-align: center;">  </div> <p>分子式：<math>C_6H_{14}O_6</math> 分子量：<b>182.18</b></p> <p><b>1.含量：</b>本品所含<math>C_6H_{14}O_6</math>按乾品計算，應為97~101%。</p> <p><b>2.外觀：</b>本品為白色粒、粉末或結晶性粉末，無臭，具清涼甜味。</p> <p><b>3.鑑別：</b></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><b>4.液性：</b>本品水溶液(1→5)之pH值應為4.0~7.0。</p> <p><b>5.砷：</b>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<math>As_2O_3</math>計)應在2 ppm以下。</p> <p><b>6.重金屬：</b>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><b>7.鎳：</b>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><b>8.糖類：</b>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</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>

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 $\text{SO}_4$ 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 $100^{\circ}\text{C}$ 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 $100^{\circ}\text{C}$ 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 $100^{\circ}\text{C}$ 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 $100^{\circ}\text{C}$ 乾燥30分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過50

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 $80^{\circ}\text{C}$ ，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 $80^{\circ}\text{C}$ 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 $80^{\circ}\text{C}$ 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  $\mu\text{L}$ ，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  $\mu\text{m}$

分離管：內徑4~8 mm，長20~50 cm之不鏽鋼分離管

分離溫度： $50^{\circ}\text{C}$

檢出器：折射率檢出器

移動相：去離子水

流速：1 mL/min

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<sub>u</sub>：檢品溶液中D-山梨醇之波峰面積

R<sub>s</sub>：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](http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/additive-436-m1.pdf)]