

食品添加物規格檢驗方法－醋磺內酯鉀修正總說明

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」，並配合醋磺內酯鉀之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－醋磺內酯鉀」，其修正要點如下：

- 一、修正「性狀」、「鑑別」、「水溶液 pH 值」、「有機不純物」、「氟化物」、「鉛」及「含量測定」。
- 二、刪除「重金屬」及「鉀」。
- 三、增列「參考文獻」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—醋磺內酯鉀修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§11-1-014</p>  <p>分子式：$C_4H_4KNO_4S$ 分子量：201.24</p> <p>1.含量：本品所含$C_4H_4KNO_4S$以乾品計應為99.0~101.0%。</p> <p>2.性狀：本品為<u>無氣味</u>，白色結晶粉末。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)<u>溶解度：</u>本品易溶於水，極微溶於乙醇。</p> <p>(2)<u>分光光度分析：</u>本品10 mg溶於水1000 mL，<u>按照吸光度測定法(附錄A-13)測定之，於波長227 ± 2 nm處，應具有最大吸收。</u></p> <p>(3)<u>鉀鹽：</u>本品2 g經熾灼所得殘渣應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鉀鹽之反應。</p> <p>(4)<u>沉澱試驗：</u>本品0.2 g溶於醋酸試液(30%) [取冰醋酸(CH_3COOH) 30 g，加水使成100 mL] 2 mL及水2 mL，加入10%亞硝酸鈷鈉(sodium cobaltinitrite)溶液數滴，可生成黃色沉澱。</p> <p>4.乾燥減重：本品按照乾燥減重檢查法(附錄A-3)檢查之，於105°C乾燥2小時，其減失重量應在<u>1.0%</u>以下。</p> <p>5.pH值：本品水溶液(1%)之pH值應為<u>5.5~7.5</u>。</p> <p>6.有機不純物：<u>利用高效液相層析法，使用4-羥基苯甲酸乙酯(4-hydroxybenzoic acid ethyl ester)作為參考物質，測定檢品中有機不純物含量，應在20 mg/kg以下(具UV吸收之成分)。</u> 取本品1 g，精確稱定，<u>以去離子</u></p>	<p>§11-1-014</p>  <p>分子式：$C_4H_4KNO_4S$ 分子量：201.24</p> <p>1.含量：本品所含$C_4H_4KNO_4S$ (以乾重計)應為99.0~101.0%。</p> <p>2.性狀：本品為白色結晶狀粉末，<u>無臭，味極甜，易溶於水，微溶於酒精。</u></p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)本品10 mg溶於水1000 mL，<u>其溶液在波長227 ± 2 nm處有最大吸光值。</u></p> <p>(2)本品2 g經熾灼所得殘渣應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鉀鹽之反應。</p> <p>(3)本品0.2 g溶於醋酸試液2 mL及水2 mL，加入10%亞硝酸鈷鈉溶液數滴，可生成黃色沉澱。</p> <p>4.乾燥減重：本品按照乾燥減重檢查法(附錄A-3)檢查之，於105°C乾燥2小時，其減失重量應在1%以下。</p> <p>5.水溶液pH值：本品水溶液(1→100)之pH值應為<u>6.5~7.5</u>。</p> <p>6.有機不純物：取本品1 g，精確稱定，<u>加水溶解並定容至100 mL，供作檢品溶液。精確量取檢品溶液20 µL，注入高效液相層析儀中，依下列條件進行高效液相層析，當醋磺內酯鉀主要波峰以外之其他波峰出現在主要波峰滯留時間之3倍內，將檢品溶液稀釋至0.2 mg/L，供作稀釋檢品溶液，取此溶液20 µL，注入高效液相層析儀中。檢品溶液於醋磺內酯鉀主要波峰滯留時間3倍內之波</u></p>	<p>一、修正「性狀」、「鑑別」、「水溶液pH值」、「有機不純物」、「氟化物」、「鉛」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「重金屬」及「鉀」。</p> <p>三、增列「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

溶解並定容至100 mL，供作檢品溶液。精確量取檢品溶液20 μ L，注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析，其層析系統對醋磺內酯鉀與4-羥基苯甲酸乙酯之解析度須可達至2。當檢品溶液中醋磺內酯鉀主要波峰以外之其他波峰出現在主要波峰滯留時間之3倍內時，則將檢品溶液稀釋至0.2 mg/L，供作稀釋檢品溶液，取此溶液20 μ L，注入高效液相層析儀中。就檢品溶液中除醋磺內酯鉀主要波峰外，其滯留時間3倍內之其他波峰面積總和不得超過稀釋檢品溶液中醋磺內酯鉀主要波峰面積。

高效液相層析測定條件^(註)：

紫外光或光二極體陣列檢出器：
波長227 nm。

層析管：C18，3~5 μ m，內徑4.6 mm \times 25 cm，或同級品。

移動相溶液：乙腈：0.01 M四丁基硫酸氫銨(tetrabutyl ammonium hydrogen sulfate) (40:60, v/v) 溶液。

移動相流速：1 mL/min。

注入量：20 μ L。

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。

7. 氟化物：取本品1.0 g，按照氟化物檢查第III法(附錄A-34)檢查之，其所含氟化物(F)應在3 mg/kg以下。

8. 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。

9. 含量測定：取預經乾燥之本品約0.15 g，精確稱定，加入冰醋酸50 mL使其溶解(可能緩慢溶解)，以結晶紫試液2滴為指示劑，用0.1 N過氯酸液滴定至液色呈藍綠色並持續至少30秒為止，或以電位差

峰，除醋磺內酯鉀主要波峰外之其他波峰面積總和不得超過稀釋檢品溶液中醋磺內酯鉀主要波峰面積，其有機不純物應在20 mg/kg以下(具UV吸收之成分)。

高效液相層析測定條件：

紫外光或光二極體陣列檢出器：
波長227 nm

層析管：C18矽膠，3~5 μ m，4.6 \times 250 mm，或同級品

移動相溶液：乙腈：0.01 M四丁基硫酸氫銨(tetrabutyl ammonium hydrogen sulfate) (40:60, v/v)

移動相流速：1 mL/min

7. 氟化物：取本品1 g，精確稱定，按照氟化物檢查法(附錄A-34)檢查之，其所含氟化物(F)應在3 mg/kg以下。

8. 重金屬：取本品2 g，按照重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在10 ppm以下。

9. 鉛：取本品1.0 g，按照鉛試驗法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在1 mg/kg以下。

10. 鉀：取本品1.0 g，置於白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸始濕潤，徐徐加熱，盡量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再發生硫酸白煙，移入電氣爐，以450~550°C熾灼使完全碳化，殘渣加少量稀硝酸(1 \rightarrow 150)溶解，再加稀硝酸(1 \rightarrow 150)使成100 mL，再取10 mL，加稀硝酸(1 \rightarrow 150)使成50 mL，供作檢品溶液。另取鉀標準溶液1 mg/mL，以稀硝酸(1 \rightarrow 150)稀釋成0.2~0.6 mg/mL，供作標準溶液。就檢品溶液與標準溶液，依下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度儀測定，按下列公式計算檢品中鉀含量，其所含鉀(K)應為17.0~21.0%。

檢品中鉀含量(%) =

<p>法判定滴定終點，另作一空白試驗校正之。每mL之0.1 N過氯酸液相當於20.12 mg之C₄H₄KNO₄S。</p> <p>參考文獻： <u>FAO. 2006. Acesulfame potassium monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.</u> [http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-001.pdf]</p>	$\frac{C \times V \times F}{M \times 1000} \times 100$ <p>C：由標準曲線求得檢品溶液中鉀含量(mg/mL) V：檢品最後定容之體積(mL) M：檢品取量(g) F：稀釋倍數</p> <p>操作條件： 光源燈管：中空陰極管 分析波長：404.4 nm 助燃氣體：空氣 可燃氣體：乙炔</p> <p>11. 含量測定：取經乾燥之本品0.15 g，精確稱定，置於250 mL燒瓶，加冰醋酸50 mL使之溶解(可能緩慢溶解)，以結晶紫試液2滴為指示劑，用0.1 N過氯酸液滴定至至少持續呈藍綠色30秒，另作一空白試驗校正之。每mL之0.1 N過氯酸液相當於 20.12 mg 之C₄H₄KNO₄S。</p>	
---	---	--