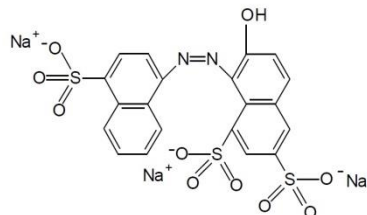
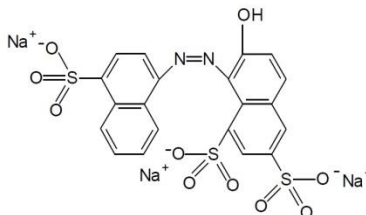


食品添加物規格檢驗方法－食用紅色六號修正草案總說明

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」，並配合衛生福利部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」第二條附表一、第三條附表二草案中食用紅色六號之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－食用紅色六號」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正英文名稱。
- 二、修正「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「水不溶物」、「其他色素」、「乾燥減重」及「含量測定」。
- 三、刪除「溶狀」、「氯化物及硫酸鹽」、「砷」及「重金屬」。
- 四、增列「色素以外之有機化合物」、「未磺酸化初級芳香胺」、「乙醚萃取物」、「鉛」及「參考文獻」。
- 五、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法－食用紅色六號修正草案對照表

| 修正名稱 | 現行名稱 | 說明 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 食用紅色六號 <u>Ponceau 4R</u> | 食用紅色六號 <u>New Coccin (Food Red No.6)</u> | 修正英文名稱。 |
| 修正規定 | 現行規定 | 說明 |
| <p>§09001</p>  <p>分子式：<u>C₂₀H₁₁N₂Na₃O₁₀S₃</u> 分子量：<u>604.48</u> 1.含量：本品之色素總量應在<u>80%</u>以上。 2.外觀：本品為暗紅色粉末或顆粒。 3.鑑別： (1)溶解度：本品可溶於水，略溶於乙醇。 (2)光譜分析：本品溶於0.02 M醋酸鉍溶液中，按照吸光度測定法(附錄A-13)測定之，於波長505~510 nm處，應具有最大吸收。 4.乾燥減重：本品之乾燥減重、氯化物及硫酸鹽(均以鈉鹽計)之總量應在<u>20%</u>以下。 (1)乾燥減重：取本品按乾燥減重檢查法(附錄A-3)，於135°C乾燥至恆重，計算其減失重量(%)。 (2)氯化物及硫酸鹽：取本品約2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法中『氯化物及硫酸鹽』檢查法(附錄A-18)檢查之，計算其氯化物及硫酸鹽之含量(%) (分別以氯化鈉及硫酸鈉計)。 5.水不溶物：取本品約2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法(附錄</p> | <p>§09001</p>  <p>分子式：<u>C₂₀H₁₁O₁₀N₂S₃Na₃</u> 分子量：<u>604.54</u> 1. 含量：本品所含<u>C₂₀H₁₁O₁₀N₂S₃Na₃</u>應在<u>82.0%</u>以上。 2.外觀：本品為<u>紅色~暗紅色</u>粉末或粒，<u>無臭</u>。 3.鑑別： (1)本品之水溶液(1：1000)應呈<u>暗紅色</u>。 (2)本品之硫酸溶液(1：100)應呈<u>紫紅色</u>，取此液2~3滴，滴加於5 mL之水中時，應呈<u>黃紅色</u>。 (3)本品0.1 g，加醋酸鉍溶液(3：2000) 100 mL溶解，量取此液1 mL，加醋酸鉍溶液(3：2000)使成100 mL之稀釋液，在波長506~510nm處，應具有最大吸收。 4.溶狀：本品0.1 g溶於水100 mL，其溶液應『<u>澄明</u>』。 5.水不溶物：取約本品2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法(附錄A-18)中『水不溶物』檢查法檢查之，其所含水不溶物量不得超過<u>0.3%</u>。 6.氯化物及硫酸鹽：取本品約2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法中『氯化物及硫酸鹽』檢查法檢查之，其所含氯化物及硫酸鹽</p> | <p>一、修正「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「水不溶物」、「其他色素」、「乾燥減重」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「溶狀」、「氯化物及硫酸鹽」、「砷」及「重金屬」。</p> <p>三、增列「色素以外之有機化合物」、「未磺酸化初級芳香胺」、「乙醚萃取物」、「鉛」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p> |

A-18)中『水不溶物』檢查法檢查之，其所含水不溶物量應在0.2%以下。

6.其他色素：利用高效液相層析法測定樣品中其他色素之含量，應在1%以下。

(1)檢品溶液之調製：

約10 mg，精確稱定，以0.02 M醋酸銨溶液溶解並定容至100 mL，經0.45 μm濾膜過濾，供作檢品溶液。

(2)測定法：

精確量取檢品溶液20 μL注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析，以下列計算式求出檢品中其他色素之含量：

檢品中其他色素之含量(%)

$$= \frac{A_{\text{total}} - A_{\text{main}}}{A_{\text{total}}} \times D \times 100$$

D：檢品中色素總量(%)

A_{total} ：液相層析圖譜介於2至40分鐘內所有波峰面積

A_{main} ：液相層析圖譜之主要波峰面積

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510 nm。

層析管：C18，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。

層析管溫度：40°C。

注入量：20 μL。

移動相溶液：A液(0.02 M醋酸銨溶液)及B液[乙腈：水(7:3, v/v)溶液]，以下列條件進行梯度分析

| 時間(min) | A (%) | B (%) |
|---------|--------|-------|
| 0→30 | 100→40 | 0→60 |
| 30→35 | 40→40 | 60→60 |
| 35→40 | 40→100 | 60→0 |

移動相流速：1.0 mL/min。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

7.色素以外之有機化合物：利用高效液相層析法測定檢品中

之總量(分別以Cl及SO₄計)應在8%以下。

7.砷：取本品0.5 g按照煤焦色素試驗法中『砷』檢查法檢查之，其所含砷(以As₂O₃計)應在2 ppm以下。

8.重金屬：取本品2.5 g，按照煤焦色素試驗法中『重金屬』檢查法除理作成檢品溶液後，再依①②③及⑤法檢查之，其所含重金屬應分別為鐵500 ppm以下，鉻25 ppm以下，鋅200 ppm以下，及其他重金屬(以Pb計)應在20 ppm以下。

9.其他色素：取本品0.10 g，按照煤焦色素試驗法中「其他色素」檢查法①檢查之，其所含色素應在3%以下。

10.乾燥減重：本品於135°C乾燥6小時，其減失重量不得超過10%(附錄A-3)。

11.含量測定：取本品約1.7 g，精確稱定，加水溶解並定容至250 mL，量取此液50.0 mL作為檢品溶液，按照煤焦色素試驗法中『含量測定法』①三氯化鈦法A定量之。每mL之0.1N三氯化鈦液相當於15.112 mg之C₂₀H₁₁O₁₀N₂S₃Na₃。

4-amino-1-naphthalene-sulfonic acid、7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid 及 7-hydroxy-1,3,6-naphthalenetrisulfonic acid之含量，其總量應在0.5%以下。

(1)標準溶液之配製：

取4-amino-1-naphthalene-sulfonic acid、7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid及 7-hydroxy-1,3,6-naphthalenetrisulfonic acid標準品各約10 mg，精確稱定，以0.02 M醋酸銨溶液溶解並定容至100 mL，精確量取10 mL，以0.02 M醋酸銨溶液定容至100 mL，作為標準原液。精確量取標準原液1.0、1.5、2.0、2.5及3.0 mL，分別以0.02 M醋酸銨溶液定容至100 mL，供作標準溶液。

(2)檢品溶液之配製：

取本品約0.5 g，精確稱定，以0.02 M醋酸銨溶液溶解並定容至100 mL，經0.45 μm濾膜過濾，供作檢品溶液。

(3)測定法

精確量取檢品溶液及標準溶液各20 μL，分別依6.其他色素之高效液相層析測定條件進行分析(除檢出器之偵測波長為238 nm外)，就檢品溶液所得波峰滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並以下列計算式求得檢品中4-amino-1-naphthalene-sulfonic acid、7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid 及

7-hydroxy-1,3,6-naphthalene-trisulfonic acid之含量(%)。
檢品中4-amino-1-naphthalene-sulfonic acid、7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid及7-hydroxy-1,3,6-naphthalene-trisulfonic acid之含量(%)

$$= \frac{C \times V}{W} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求出檢品溶液中4-amino-1-naphthalene-sulfonic acid、7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid及7-hydroxy-1,3,6-naphthalenetrisulfonic acid之濃度(μg/mL)。

V：檢品定容之體積(mL)

W：檢品之採取量(g)

8.未磺酸化初級芳香胺：

(1)標準溶液之配製：

取預經蒸餾之苯胺(aniline)標準品0.100 g，精確稱定，於室溫下加3 N鹽酸溶液30 mL，以水定容至100 mL。取10 mL，以水定容至100 mL (0.0001 g/mL)，供作標準溶液，臨用時配製。

(2)標準曲線之製作：

量取標準溶液2、5、10、15、20及25 mL，分別以1 N鹽酸溶液定容至100 mL，分別量取10 mL至潔淨之乾燥試管，浸於裝有冰水之燒杯內冷卻10分鐘。各試管分別加50%溴化鉀溶液1 mL及0.5 N硝酸鈉溶液0.05 mL，混勻，於冰水浴中靜置10分鐘，進行重氮化反應(diazotization)，再將試管內重

氮化之標準溶液移入內含0.05 N R鹽(2-naphthol-3,6-disulfonic acid,disodium salt)溶液1 mL及2 N碳酸鈉溶液10 mL之25 mL容量瓶中，以水數滴清洗試管，併入容量瓶中，再以水定容，蓋上瓶蓋，混勻，於暗處靜置15分鐘，供作偶化(coupled)之標準溶液。另取1 N鹽酸溶液10 mL、碳酸鈉溶液10 mL及R鹽溶液2 mL，以水定容至25 mL作為對照溶液。將各偶化之標準溶液及對照溶液，置於40-mm吸光槽，於波長510 nm測吸光度。以吸光度對應標準溶液每100 mL之苯胺含量(g)製作標準曲線。

(3)測定法：

取本品約2.0 g，精確稱定，置於內含水100 mL之分液漏斗中，以水50 mL洗下分液漏斗內壁附著之檢品，搖動以溶解檢品，再加1 N氫氧化鈉溶液5 mL。以甲苯每次50 mL萃取2次，合併萃取液，再以0.1 N氫氧化鈉溶液10 mL清洗數次，移除萃取液殘餘之色素。再以3 N鹽酸溶液每次10 mL萃取3次，合併萃取液，以水定容至100 mL (T試液)。取T試液10 mL至潔淨之乾燥試管，浸於裝有冰水之燒杯內冷卻10分鐘，加入50%溴化鉀溶液1 mL及0.5 N硝酸鈉溶液0.05 mL，以下步驟同(2)標準曲線之製作流程，分別得到偶化之檢品溶液及對照溶液，於波長510 nm測吸光度，以下列計算式求得檢品中未磺酸化初級芳香族胺之含量(%)，其量應在0.01%以下(以苯胺計)。

檢品中未磺酸化初級芳香族胺之含量(%) = $100 \times W_A / W$

W_A ：由標準曲線求出檢品中

苯胺含量(g)

W：檢品之採取量(g)

9.乙醚萃取物：

(1)乙醚之純化：

臨用前先將乙醚經蒸餾後，以30公分氧化鋁管柱純化，去除過氧化物及抑制物。以下列步驟確認純化效果：量取純化後之乙醚10 mL，加入無色之硫氰酸亞鐵溶液(0.1 N硫酸亞鐵溶液與0.1 N硫氰化鉍溶液以1：1 (v/v)之比例混合，必要時以0.1 N三氯化鈦液移除鐵離子所帶來的紅色) 50 mL，激烈振搖2~3分鐘，不應有紅色產生。

(2)測定法：

懸掛一銅線於索氏萃取器(Soxhlet Extractor)之冷凝管，另置銅線圈0.5 g於蒸餾燒瓶。取本品約2 g，精確稱定(W_s)，置於索氏萃取器中，以新鮮純化之乙醚150 mL迴流萃取5小時後，於水浴上將乙醚濃縮至約5 mL，置於已知重量之蒸發皿(W_1)，於水浴上蒸乾，再於105°C乾燥至恆量(W_2)，以下列計算式求得乙醚萃出物(%)，其量應在0.2%以下。

$$\text{乙醚萃出物(\%)} = 100 \times (W_2 - W_1) / W_s$$

10.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。

11.含量測定：取本品約0.7~0.8 g，精確稱定，加水溶解並定容至250 mL，量取此液50.0 mL作為檢品溶液，按照煤焦色素試驗法(6)『含量測定法』①三氯化鈦法A(附錄18)定量之。每mL之0.1 N三氯化鈦液相當於15.11 mg之 $C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3$ 。

參考文獻：

1. FAO. 2006. Ponceau 4R

| | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|--|
| <p><u>monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.</u> <u>[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph11/additive-329-m11.pdf]</u></p> <p>2. 厚生労働省。2018。食用赤色102号。第9版食品添加物公定書。684-686頁。東京。</p> | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|--|