

食品添加物規格檢驗方法－磷酸二氫鈣修正草案 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」，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－磷酸二氫鈣」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正英文名稱。
- 二、增列「參考文獻」。
- 三、修正「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀及性狀」、「鑑別」、「砷」、「氟化物」、「鉛」、「乾燥減重」、「熾灼減重」及「含量測定」。
- 四、刪除「溶液性狀」、「游離酸及磷酸氫鈣」、「碳酸鹽」及「重金屬」。
- 五、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法－磷酸二氫鈣修正草案 對照表

修正名稱	現行名稱	說明
磷酸二氫鈣 <u>Calcium Dihydrogen Phosphate</u>	磷酸二氫鈣 <u>Calcium Phosphate, Monobasic</u>	修正英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
<p>§07006 分子式：<u>Ca(H₂PO₄)₂ (無水物)</u> <u>Ca(H₂PO₄)₂·H₂O (一水物)</u> 分子量：<u>252.07 (一水物)、</u> <u>234.05 (無水物)</u> 1.含量：<u>本品無水物，應在16.8～18.3 (以Ca計)；一水物，應在15.9～17.7% (以Ca計)。</u> 2.外觀：<u>本品為吸濕性白色晶體或顆粒，或顆粒狀粉末。</u> 3.鑑別： <u>(1)溶解度：略溶於水，不溶於乙醇。</u> <u>(2)鈣鹽試驗：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈣鹽之反應。</u> <u>(3)磷酸鹽試驗：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中磷酸鹽之反應。</u> 4.乾燥減重：<u>本品一水物於60°C乾燥3小時(附錄A-3)，其減失重量不得超過1%。</u> 5.熾灼減重：<u>本品無水物按照熾灼減重檢查法(附錄A-5)檢查之，但熾灼溫度為800°C熾灼30分鐘，其熾灼減失重量應為14.0～15.5%。</u> 6.氟化物：<u>取本品3 g，按照氟化物檢查第II法(無水物)或IV法(一水物)(附錄A-34)檢查之，其所含氟化物(以F計)應在50 mg/kg以下。</u> 7.砷：<u>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，其所含砷(As)應在3 mg/kg以下。</u> 8.鉛：<u>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4 mg/kg</u></p>	<p>§07006 分子式：<u>Ca(H₂PO₄)₂·0~1H₂O</u> 分子量：<u>1水物：252.07</u> <u>無水物：234.05</u> 1.含量：<u>本品Ca(H₂PO₄)₂按乾品計算，應為95.0～105.5%。</u> 2.外觀及性狀：<u>本品為無色～白色結晶或顆粒或白色結晶性或顆粒性粉末，略溶於水但不溶於酒精。</u> 3.鑑別： <u>(1)本品以硝酸銀溶液(硝酸銀 1 g 溶於水 50 mL)濕潤時應呈黃色。</u> <u>(2)本品0.1 g加水20 mL，振盪均勻後過濾。濾液中加草酸銨溶液(草酸銨1 g溶於水30 mL) 5 mL，應有白色沉澱物生成。</u> 4.溶液性狀：<u>本品2 g加水18 mL及鹽酸2 mL，在水浴中加熱5分鐘使溶解時，其溶液濁度應在『略帶微濁』以下。</u> 5.游離酸及磷酸氫鈣：<u>本品1 g加水3 mL研磨，再加水100 mL振盪混合後，加甲基橙試液1滴，應成紅色，再加1 N氫氧化鈉液1 mL，應變黃色。</u> 6.碳酸鹽：<u>本品2 g加水5 mL煮沸，冷卻後加鹽酸2 mL時，不得產生氣泡。</u> 7.砷：<u>取本品0.25 g加10%稀鹽酸5 mL溶解，作為檢品溶液，按照砷檢查第I法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As₂O₃計)應在4 ppm以下。</u> 8.重金屬：<u>取本品1.33 g加10%稀鹽酸5 mL，加熱至無法進一步溶解，加水稀釋至50 mL並過濾，取濾液25 mL作為檢品溶液，按照重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，其所</u></p>	<p>一、增列「參考文獻」。</p> <p>二、修正「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀及性狀」、「鑑別」、「砷」、「氟化物」、「鉛」、「乾燥減重」、「熾灼減重」及「含量測定」。</p> <p>三、刪除「溶液性狀」、「游離酸及磷酸氫鈣」、「碳酸鹽」及「重金屬」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

以下。

9.含量測定：取預經乾燥之本品約450 mg，精確稱定，以水5 mL及鹽酸1 mL之混合溶液溶解，必要時輔以溫和加熱，再加水50 mL。邊以磁石攪拌，邊精確加入0.1 M 乙烯二胺四醋酸二鈉 (disodium ethylenediaminetetraacetate, EDTA-Na₂)液25 mL，應呈混濁。再滴加氫氧化銨直至溶液變得澄清，再續加入氫氧化銨20滴及氫-氯化銨緩衝試液10 mL。以愛麗黑T試液(eriochrome black T T.S.) 0.1 mL為指示劑，用0.1 M硫酸鋅溶液滴定過量之乙烯二胺四醋酸二鈉液，液色由藍色變成深紅色。0.1 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液所消耗之體積(mL)，可由0.1 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液之初始體積(25 mL)減去0.1 M 硫酸鋅溶液之滴定體積(mL)得之。每mL之0.1 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液相當於4.008 mg之Ca。

參考文獻：

1. FAO. 2006. Calcium dihydrogen phosphate monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. [http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-080.pdf]
2. United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Calcium Phosphate, Monobasic. Food Chemical Codex 9. pp. 213-214. United States Pharmacopeial Convention, Inc. Rockville, MD, USA. °

含重金屬(以Pb計)應在30 ppm以下。

9.氟化物：取本品3 g加稀鹽酸(1:1) 5 mL溶解，按照氟化物試驗第II法(附錄A-34)試驗之，其所含氟化物(以F計)應在25 ppm以下。

10.鉛：取本品250 mg加10%稀鹽酸試液5 mL，按照鉛試驗第II法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在5 ppm以下。

11.乾燥減重：本品於180°C乾燥3小時，其減失重量不得超過17.0% (附錄A-3)。

12.熾灼減重：取本品1 g，按照熾灼減重檢查法(附錄A-5)於800~825°C 熾灼至恆重時，Ca(H₂PO₄)₂·1H₂O之熾灼減失重量應為1%以下；Ca(H₂PO₄)₂之熾灼減失重量應為14.0~15.5%。

13.含量測定：取預經180°C乾燥3小時之本品約800 mg，精確稱定，加稀鹽酸(1→4)6 mL溶解，再加水定容至200 mL，供作檢品溶液。按照鈣鹽定量法第II法(附錄A-20)定量之，每mL之0.02 M四乙酸乙二胺二鈉液相當於4.681 mg之Ca(H₂PO₄)₂。