

食品添加物規格檢驗方法－鉍明礬修正草案總說明

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」，並配合鉍明礬之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法－鉍明礬」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正「氟化物」、「鐵」、「鉛」、「砷」、「硒」及「含量測定」。
- 二、增列「參考文獻」。
- 三、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法－鉍明礬修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§06004 分子式：AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O 分子量：453.32 1.含量：本品所含 AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O應在99.5 %以上。 2.外觀及性狀：本品為無色結晶、白色塊狀或結晶性粉末，無臭，味略甜，具強烈澀味。本品1 g可溶於25°C水7.0 mL或沸水約0.3 mL，且緩慢溶於甘油，但不溶於酒精，其水溶液以石蕊試紙試之呈酸性。 3.鑑別：本品之水溶液(1→20)應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鋁鹽、鉍鹽及硫酸鹽之反應。 4.溶液性狀：本品1 g溶於水10 mL，其溶液應無色，且濁度在『殆澄明』以下。 5.氟化物：緩慢溶解低氟含量之氧化鈣(約含2 mg/kg氟) 56 g於水250 mL，一邊攪拌一邊緩慢加入60%過氯酸250 mL，<u>加入一些玻璃珠並加熱沸騰直至產生大量過氯酸蒸氣</u>，冷卻，加水200 mL，再加熱沸騰，再重複一次稀釋及加熱沸騰，冷卻，稀釋至相當量，若有二氧化矽沈澱產生則以玻璃過濾器過濾之，將澄清液<u>邊攪拌邊</u>加至氫氧化鈉溶液(1→10) 1000 mL中，待沈澱物沈澱，將上層液吸除，沈澱物置入大離心瓶中<u>並水洗五次</u>去除鈉鹽，<u>每次均充分振搖</u>。最後將沈澱物加水振搖稀釋成2000 mL之石灰懸浮液，儲存於石蠟內襯的瓶子中，使用前振搖。採用氟化物檢查法(附錄A-34)之蒸餾裝置，取本品1.67 g，精確稱定，置蒸餾瓶中，加稀硫酸(1→2) 25 mL，蒸餾至溫</p>	<p>§06004 分子式：AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O 分子量：453.32 1.含量：本品所含 AlNH₄(SO₄)₂·12H₂O應在99.5 %以上。 2.外觀及性狀：本品為無色結晶、白色塊狀或結晶性粉末，無臭，味略甜，具強烈澀味。本品1 g可溶於25°C水7.0 mL或沸水約0.3 mL，且緩慢溶於甘油，但不溶於酒精，其水溶液以石蕊試紙試之呈酸性。 3.鑑別：本品之水溶液(1→20)應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鋁鹽、鉍鹽及硫酸鹽之反應。 4.溶液性狀：本品1 g溶於水10 mL，其溶液應無色，且濁度在『殆澄明』以下。 5.氟化物：緩慢溶解低氟含量之氧化鈣(約含2 ppm氟) 56 g於水250 mL，一邊攪拌一邊緩慢加入60%過氯酸250 mL，加熱沸騰產生大量過氯酸蒸氣，冷卻，加水200 mL，再加熱沸騰，再重覆一次稀釋及加熱沸騰，冷卻，稀釋至相當量，若有二氧化矽沈澱產生則以玻璃過濾器過濾之，將澄清液加至氫氧化鈉溶液(1→10) 1000 mL中<u>並攪拌</u>，待沈澱物沈澱，將上層液吸除，沈澱物置大離心瓶中水洗五次去除鈉鹽，將沈澱物搖動稀釋成2000 mL之石灰懸浮液，使用前振搖。使用氟化物檢查法(附錄A-34)之蒸餾裝置，取本品1.67 g，精確稱定，置蒸餾瓶中，加稀硫酸(1→2) 25 mL，蒸餾至溫度達160°C，由漏斗加水維持160～165°C，收集蒸餾液300 mL，小心加入不含氟之30%過氯</p>	<p>一、修正「氟化物」、「鐵」、「鉛」、「砷」、「硒」及「含量測定」。 二、增列「參考文獻」。 三、增修訂部分文字。</p>

度達160°C，經由漏斗加水以維持160~165°C，收集蒸餾液300 mL，小心加入不含氟之30%過氧化氫(以去除亞硫酸鹽) 2~3 mL，靜置數分鐘，置白金皿中加過量石灰懸浮液蒸發，於600°C短暫熾灼，冷卻，以水10 mL潤濕灰分，覆蓋錶玻璃，小心加入足夠之60%過氯酸溶解灰分，以過氯酸20 mL溶解灰分並移置另一蒸餾裝置，經漏斗加水10 mL及數滴過氯酸銀溶液(1:1)，加熱至135°C蒸餾，收集蒸餾液前100 mL為檢品溶液A，繼續收集餾出液50 mL為檢品溶液B，另以水經上述方法蒸餾所得50 mL供作對照溶液，按照氟化物檢查法(附錄A-34)檢查之，其所含氟化物(以F計)應在30 ppm以下。

6. 驗金屬及驗土金屬：本品1 g溶於水100 mL，加甲基紅試液2滴後加熱煮沸，次加氨試液至熱液呈黃色，過濾。濾紙上殘渣以熱水10 mL洗滌，濾液及洗液合併蒸乾後熾灼至恒重時，其殘渣量應在5 mg以下。

7. 鐵：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」進行分析，其所含鐵(以無水物之Fe含量計)應在190 ppm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10 ppm以下。

9. 砷：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(以無水物之As₂O₃含量計)應在4 ppm以下。

10. 硒：取本品0.5 g，按照衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」進行分析，其所含硒(Se)應在30 ppm以下。

11. 重金屬：取本品0.5 g，溶於水40 mL，加0.1 N鹽酸2.5 mL作為檢

化氫(去除硫酸鹽) 2~3 mL，靜置數分鐘，置白金皿中加過量石灰懸浮液蒸發，於600°C短暫熾灼，冷卻，以水10 mL潤濕灰分，覆蓋錶玻璃，小心加入足夠之60%過氯酸溶解灰分，以過氯酸20 mL溶解灰分並移置另一蒸餾裝置，經漏斗加水10 mL及數滴過氯酸銀溶液(1:1)，加熱至135°C蒸餾，收集蒸餾液前100 mL為檢品溶液A，繼續收集餾出液50 mL為檢品溶液B，另以水經上述方法蒸餾所得50 mL供作對照溶液，按照氟化物檢查法(附錄A-34)檢查之，其所含氟化物(以F計)應在30 ppm以下。

6. 驗金屬及驗土金屬：本品1 g溶於水100 mL，加甲基紅試液2滴後加熱煮沸，次加氨試液至熱液呈黃色，過濾。濾紙上殘渣以熱水10 mL洗滌，濾液及洗液合併蒸乾後熾灼至恒量時，其殘渣量應在5 mg以下。

7. 鐵：取預經200°C乾燥2小時之本品0.052 g，溶於稀硝酸(1→10) 6 mL及水使成20 mL，加硫代硫酸銨0.05 g及硫氰酸銨試液5 mL，振盪混合後，再加正丁醇15 mL激烈振盪混合30秒鐘後靜置，其正丁醇層之液色不得較鐵標準溶液1 mL依同法操作時之液色為濃，其所含鐵(以無水物之Fe含量計)應在190 ppm以下。

8. 鉛：取本品1.0 g溶於水10 mL，按照鉛試驗法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在10 ppm以下。

9. 砷：取本品0.25 g溶於水35 mL，按照砷檢查第I-1法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以無水物之As₂O₃含量計)應在4 ppm以下。

10. 硒：取本品200 mg按照硒檢查法(附錄A-33)檢查之，其所含硒(以Se計)應在30 ppm以下。

品溶液，按照重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以無水物之Pb含量計)應在40 ppm以下。

12.含量測定：取本品約1 g，精確稱定，溶於水50 mL，加0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液50 mL及pH 4.5緩衝溶液(取醋酸銨77.1 g及冰醋酸57 mL加水溶解至1000 mL) 20 mL，加熱沸騰5分鐘，冷卻後乙醇50 mL及二苯硫脲試液2 mL，以0.05 M硫酸鋅液滴定至呈玫瑰紅色，另作空白試驗校正之。每mL之0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液相當於22.67 mg之 $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。

參考文獻：

FAO. 2011. Aluminium ammonium sulfate monograph 11. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.
[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph11/additive-012-m11.pdf]

11.重金屬：取本品0.5 g，溶於水40 mL，加0.1 N鹽酸2.5 mL作為檢品溶液，按照重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以無水物之Pb含量計)應在40 ppm以下。

12.含量測定：取本品約1 g，精確稱定，溶於水50 mL，加0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液50 mL，加熱沸騰5分鐘，冷卻後持續攪拌並依序加入pH 4.5緩衝溶液20 mL(醋酸銨77.1 g及冰醋酸57 mL加水溶解至1000 mL)乙醇50 mL及二苯硫脲試液2 mL，以0.05 M硫酸鋅液滴定至呈玫瑰紅色，另作空白試驗校正之。每mL之0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液相當於22.67 mg之 $\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 。