

食品添加物規格檢驗方法－硬脂酸鎂修正總說明

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」，爰修正「食品添加物規格檢驗方法－硬脂酸鎂」，其修正要點如下：

- 一、增列「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「酸度或鹼度」、「肥皂化物」、「鎳」、「鎳」、「含量測定」及「參考文獻」。
- 二、修正「鑑別」、「鉛」及「乾燥減重」。
- 三、刪除「性狀」、「鎂含量」、「砷」及「重金屬」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法－硬脂酸鎂修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§07021 分子式：Mg(C₁₈H₃₅O₂)₂ 分子量：591.27 1.含量：本品所含鎂(以乾重計)應在4.0%以上，5.0%以下。本品所含脂肪酸組成，硬脂酸應在40.0%以上，總硬脂酸及棕櫚酸應在90.0%以上。 2.外觀：本品為灰白色至白色，極精細之粉末；觸感油膩。 3.鑑別： (1)溶解度：本品幾乎不溶於水。 (2)鎂：本品按照「10.含量測定」進行鑑別，其所含鎂應為陽性。 (3)脂肪酸組成：本品按照「10.含量測定」進行鑑別，其所含個別脂肪酸應檢出硬脂酸及棕櫚酸。 4.乾燥減重：取本品1.0 g，按照乾燥減重檢查法(附錄A-3)，於105°C乾燥至恆重，其減失重量不得超過6%。 5.酸度或鹼度：取本品1.0 g，加入煮沸冷卻之水20 mL，煮沸1分鐘並持續振搖，放冷過濾之。取濾液10 mL，加入溴瑞香酚藍試液0.05 mL，以0.1 M鹽酸液或0.1 M氫氧化鈉液滴定至液色改變，其滴定量應不得超過0.05 mL。 6.不皂化物：取本品5.0 g，按照非皂化物測定法(附錄A-50)測定之，其所含不皂化物應在2%以下。 7.鎘：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，其所含鎘(Cd)應在1 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2 mg/kg以下。 9.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3 mg/kg</p>	<p>§07021 1.性狀：本品係鎂及可食性固態脂肪混合而成，主成分為不同比例之硬脂酸鎂及棕櫚酸鎂。為微細白色膨鬆粉末，具微弱之特殊氣味；本品具油滑性，不具砂礫性，不溶於水、酒精或醚類。 2.鑑別： (1)取本品1 g與水25 mL及鹽酸5 mL混合加熱，則脂肪酸被釋出而可於液面上生成一油層，其水層對鎂之試驗應呈陽性反應。 (2)取本品25 g與熱水200 mL混合，加入10% (w/v)稀硫酸試液60 mL混合後加熱之，並隨時攪拌，至脂肪酸明顯分離，形成一透明層，取此脂肪酸以沸水清洗至無硫酸鹽殘存後，將脂肪酸加熱溶解過濾於乾燥燒杯中，以105°C之溫度乾燥20分鐘，則所得脂肪酸之凝固點應在54°C以上。 3.鎂含量：取本品約1 g，精確稱定，置燒杯中加0.1N鹽酸試液50 mL，煮沸30分鐘，或煮沸至脂肪酸層澄清，必要時加水至原容量，放冷過濾，並以冷水仔細清洗燒杯及濾紙洗至最後洗液不呈酸性，濾液以1N氫氧化鈉中和至中性。一面攪拌，一面以0.05M EDTA液先滴加約30 mL，加氫氰化銨緩衝液5 mL及愛麗黑試液0.15 mL後，繼續滴定至變成藍色為止。每mL之0.05M EDTA液相當於2.015 mg之MgO。其含量(以MgO計)應為6.8~8.3%。 4.砷：取本品1 g置燒杯中，加鹽酸10 mL及溴試液8滴，置於水浴加熱至脂肪酸層溶解透明，加水50 mL後煮沸至剩約25 mL，趁熱過濾，冷卻之。以稀氫氧化鈉(1→3)中和，加水稀釋至35 mL，作為檢品溶液。按照砷檢查第II-1法(附錄</p>	<p>一、增列「分子式」、「分子量」、「含量」、「外觀」、「酸度或鹼度」、「不皂化物」、「鎘」、「鎳」、「含量測定」及「參考文獻」。 二、修正「鑑別」、「鉛」及「乾燥減重」。 三、刪除「性狀」、「鎂含量」、「砷」及「重金屬」。 四、增修訂部分文字。</p>

以下。

10.含量測定：

(1)鎂：取預先乾燥之本品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，計算本品中鎂含量(%)。

(2)脂肪酸組成：檢品經皂化及甲酯化後，利用氣相層析法測定檢品中硬脂酸組成(%)及總硬脂酸及棕櫚酸組成(%)。

a. 檢品溶液之調製：

取本品0.10 g，溶於14%三氟化硼甲醇溶液 (boron trifluoride-methanol) [取三氟化硼 (boron trifluoride, BF_3) 140 g，溶於無水甲醇1 L中] 5 mL，置於錐形瓶中，上置冷凝管，迴流加熱沸騰10分鐘，經由冷凝管加入庚烷(heptane) 4 mL，再迴流加熱沸騰10分鐘。冷卻後加入飽和氯化鈉溶液 20 mL，振搖後靜置分層。取上層液，經預先以庚烷洗滌之無水硫酸鈉0.1 g脫水，供作檢品溶液。

b. 標準溶液之製備：

取對照用標準品硬脂酸(純度96%)及棕櫚酸(純度96%)各50.0 mg，依檢品溶液之調製方式製備標準溶液。

c. 測定法：

精確量取檢品溶液及標準溶液各1 μL ，分別注入氣相層析儀中，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，並利用波峰面積標準化技術 (area normalization technique) 計算檢品中硬脂酸組成(%)及總硬脂酸與棕櫚酸組成(%)。

氣相層析條件^(註)：

檢出器：火焰離子檢出器 (flame ionization detector, FID)。

A-8)檢查之，其所含砷(以As計)應在3 ppm以下。

5.重金屬：各取本品750 mg及250 mg，分別置於磁皿中，各加硝酸鎂乙醇溶液(1→5) 5 mL，移置於電熱板上，並各將漏斗柄長7.6 cm之漏斗倒蓋在磁皿上，低溫(電熱板之加熱刻度設定於最低)加熱30分鐘後，再以中溫(電熱板之加熱刻度設定於中間)加熱30分鐘，放冷，移去漏斗，在含本品250 mg之磁皿中加鉛(Pb) 20 μg 作為對照溶液，含本品750 mg之磁皿者作為檢品溶液，將二個磁皿移至Argand burner上加熱至完全碳化，放冷，各加硝酸10 mL，全部內容物分別移至250 mL燒杯，加70%過氧酸5 mL蒸發乾涸，殘渣加鹽酸2 mL，並以水沖洗燒杯內壁，小心地再蒸乾，快乾時稍微旋轉以避免潰滅；殘渣再加鹽酸2 mL，同樣再操作1次後放冷，殘渣以水約10 mL溶解，並各加酚酞試液1滴，以氫氧化鈉試液滴加至恰呈粉紅色，再加稀鹽酸試液至無色，各加稀醋酸1 mL及少許活性炭，充分振搖均勻後以濾紙過濾至鈉氏比色管，加水稀釋至40 mL，按照重金屬檢查第I法(附錄A-7)檢查之，檢品溶液所呈液色不得較對照溶液所呈液色為濃，其所含重金屬(以Pb計)應在40 ppm以下。

6.鉛：取本品1 g置於坩堝中，移入灰化爐中於475~500°C熾灼15~20分鐘，放冷，加硝酸3滴，徐徐加熱蒸乾，再移入灰化爐中於475~500°C熾灼30分鐘，殘渣以稀硝酸(1→150) 10 mL溶解，作為檢品溶液，按照鉛試驗法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在10 ppm以下。

7.乾燥減重：本品於105°C乾燥2小時，其減失重量應在4% (附錄A-3)。

層析管：Polyethylene glycol 20000，內膜厚度0.5 μm，內徑 0.32 mm × 30 m (Macrogol 20000 R，或同級品)。

層析管溫度：180°C。

注入器溫度：250°C。

檢出器溫度：250°C。

移動相氣體及流速：氮氣(純度大於 99.995%)，1 mL/min。

註：上述測定條件分析不適時，可參考衛生福利部公告之「食品中脂肪酸之檢驗方法」，或依所使用之儀器設定適合之測定條件。

參考文獻：

1. FAO. 2015. Magnesium stearate monograph 17. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph17/additive-538-m17.pdf]

2. 衛生福利部。2013。食品中脂肪酸之檢驗方法 (MOHWO0014.00)。部授食字第 1021950978 號公告訂定。