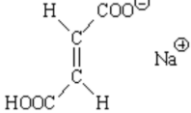
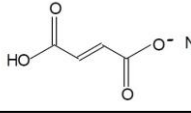


食品添加物規格檢驗方法—反丁烯二酸一鈉修正總說明

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」，並配合衛生福利部一百零九年八月十一日衛授食字第一〇九一三〇一五五九號令修正「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」第四條及第二條附表一、第三條附表二中反丁烯二酸一鈉之規格標準，爰修正「食品添加物規格檢驗方法—反丁烯二酸一鈉」，其修正要點如下：

- 一、修正英文名稱。
- 二、修正「結構式」、「分子式」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「硫酸鹽」及「含量測定」。
- 三、刪除「溶狀」、「液性」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。
- 四、增列「順式丁烯二酸」、「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—反丁烯二酸一鈉修正對照表

修正名稱	現行名稱	說明
Sodium Fumarate	Monosodium Fumarate	修正英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
<p>§11005</p>  <p>分子式：<u>C₄H₃NaO₄</u> 分子量：<u>138.06</u> 1.含量：本品所含C₄H₃NaO₄按乾品計算，應為98.0~102.0%。 2.外觀：本品為無臭，<u>白色結晶性粉末</u>。 3.鑑別： <u>(1)溶解度：</u>本品可溶於水。 <u>(2)pH：</u>本品水溶液(1→30)之pH值應為3~4。 <u>(3)1,2-二羧酸：</u>取本品50 mg置於試管中，加入間苯二酚(resorcinol) 2~3 mg及硫酸1 mL，振盪混合，於130°C加熱5分鐘後冷卻，以水稀釋至5 mL，並滴加氫氧化鈉溶液(2→5)調整至鹼性，冷卻後以水稀釋至10 mL。於紫外燈下應呈藍綠色螢光。 <u>(4)雙鍵試驗：</u>取本品0.5 g，加水10 mL，煮沸使其溶解。趁熱加溴試液2或3滴，溴試液之顏色應消失。 <u>(5)鈉鹽試驗：</u>本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。 4.乾燥減重：本品於120°C乾燥4小時，其減失重量不得超過0.5% (附錄A-3)。 5.硫酸鹽：取本品1.0 g加水30 mL振搖混合，加入酚酞試液1滴，再滴加氨試液至呈微粉紅色後，加入稀鹽酸(10%) 1 mL，作為檢品溶液，按照硫酸鹽檢查法(附錄A-2)檢查之，如起混濁，不得較0.01 N硫酸液0.2 mL之對照試驗</p>	<p>§11005</p>  <p>分子式：<u>C₄H₃O₄Na</u> 分子量：<u>138.06</u> 1.含量：本品所含C₄H₃O₄Na按乾品計算，應為98.0~102.0%。 2.外觀：本品為<u>白色結晶性粉末</u>，無臭，<u>具特異酸味</u>。 3.鑑別： <u>(1)本品之熔融溫度應為287~302°C</u> (105°C乾燥3小時後，於密封管中加熱測定)(附錄A-12)。 <u>(2)取本品50 mg於試管中，加入雷鎖新(resorcinol) 2~3 mg及硫酸1 mL，振搖混合後，於120~130°C下加熱5分鐘，加水至5 mL，然後一邊冷卻一邊滴加氫氧化鈉溶液(2→5)至鹼性，再加水至10 mL，於紫外線照射下應呈藍綠色螢光。</u> <u>(3)本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鈉鹽之反應。</u> 4.溶狀：取本品0.5 g加水10 mL，加熱至40°C振搖混合10分鐘使溶解，其溶液應無色『澄明』。 5.液性：本品水溶液(1→30)之pH值應為3~4。 6.硫酸鹽：取本品1.0 g加水30 mL振搖混合，加入酚酞試液1滴，再滴加氨試液至呈微紅色後，加入稀鹽酸1 mL，作為檢品溶液，按照硫酸鹽檢查法(附錄A-2)檢查之，如起混濁，不得較0.01 N硫酸液0.02 mL之對照試驗所起者為濃(以SO₄計，0.01%以下)。 7.砷：取本品0.5 g加水10 mL加熱</p>	<p>一、修正「結構式」、「分子式」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「硫酸鹽」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「溶狀」、「液性」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。</p> <p>三、增列「順式丁烯二酸」、「鉛」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

所起者為濃(以SO₄計，0.01%以下)。

6.順式丁烯二酸：利用高效液相層析法測定檢品中順丁烯二酸之含量，應在0.05%以下。

(1)移動相溶液之調製：

0.01 N硫酸水溶液，經0.45 μm濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

(2)標準溶液之配製：

取反丁烯二酸標準品5 mg及順丁烯二酸標準品2 mg，精確稱定，共置於1000 mL容量瓶中，以移動相溶解並定容，供作標準溶液。

(3)檢品溶液之調製：

取本品約100 mg，精確稱定，以移動相溶解並定容至100 mL，供作檢品溶液。

(4)解析度測試用溶液之調製：

取本品約1 g、反丁烯二酸標準品約10 mg及順丁烯二酸標準品約4 mg，精確稱定，共置於1000 mL容量瓶中，以移動相溶解並定容，供作解析度測試用溶液。

(5)解析度測試：

將解析度測試用溶液注入高效液相層析儀中，依下列條件進行層析。其標準品與檢品波峰之解析度，順丁烯二酸不得小於2.5，反丁烯二酸不得小於7.0，且檢品溶液重複分析之波峰相對標準偏差不得大於2.0%。

高效液相層析測定條件^(註)：

層析管：內徑6.5 mm × 30 cm，填充由氫型之磺化交聯苯乙烯-二乙烯基苯共聚物組成之強陽離子交換樹脂 (Polypore H)，或同級品。

紫外光檢出器：波長210 nm。

層析管溫度：37 ± 1°C。

移動相溶液：依(1)所調製之溶液。

流速：0.6 mL/min。

注入量：20 μL。

註：上述條件分析不適時，可依

溶解之，冷卻後按照砷檢查第I-1法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As₂O₃計)應在2 ppm以下。

8.重金屬：取本品1.0 g加水30 mL振搖混合，加入酚試液1滴，再滴加氨試液至呈微紅色後，加稀醋酸1 mL，作為檢品溶液，按照重金屬檢查法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在20 ppm以下。

9.乾燥減重：本品於120°C乾燥4小時，其減失重量不得超過0.5% (附錄A-3)。

10.熾灼殘渣：取預經120°C乾燥4小時之本品1.0 g按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，其遺留殘渣應為50.5~52.5%。

11.含量測定：取預經120°C乾燥4小時之本品約0.3 g，精確稱定，加水30 mL溶解，以酚酞試液2滴作為指示劑，用0.1 N氫氧化鈉液滴定之，每mL之0.1 N氫氧化鈉液相當於13.81 mg之C₄H₃O₄Na。

所使用之儀器，設定適合之測定條件。

(6)鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢品溶液及標準溶液各20 μL，分別注入高效液相層析儀中，依(5)條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之(相對滯留時間：順丁烯二酸約為0.6，蘋果酸約為1.0，反丁烯二酸約為1.5)，並依下列計算式求出檢品中順丁烯二酸之含量(%)：

$$\text{檢品中順丁烯二酸之含量(\%)} = 100 \frac{C \times (rU / rS)}{C}$$

C = 標準溶液之濃度(mg/mL)

rU = 檢品溶液之波峰面積

rS = 標準溶液之波峰面積

7.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。

8.含量測定：取預經乾燥之本品約0.3 g，精確稱定，加水30 mL溶解，以酚酞試液2滴作為指示劑，用0.1 N氫氧化鈉液滴定之，每mL之0.1 N氫氧化鈉液相當於13.81 mg之C₄H₃NaO₄。

參考文獻：

FAO. 2006. Sodium fumarate monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/additive-405-m1.pdf]