

食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油·二乙醯酒石酸酯修正草案總說明

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」，並配合衛生福利部一百零九年十二月二日衛授食字第一〇九一三〇二六一〇號公告預告修正「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、第三條附表二草案中單及雙脂肪酸甘油二乙醯酒石酸酯之規格標準修正，爰擬具「食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油·二乙醯酒石酸酯」修正草案，名稱並修正為「食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油二乙醯酒石酸酯」，其修正要點如下：

- 一、修正「外觀」、「鑑別」、「酸價」及「參考文獻」。
- 二、增列「結構式」、「酸」、「硫酸化灰分」、「總醋酸」、「總酒石酸」、「總甘油」、「游離甘油」及「鉛」。
- 三、刪除「性狀與溶狀」、「酒石酸含量」、「醋酸」、「總脂肪酸」、「甘油醇」、「皂化價」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油· 二乙醯酒石酸酯修正草案對照表

| 修正名稱 | 現行名稱 | 說明 |
|---|--|--|
| 食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油二乙醯酒石酸酯 Diacetyl Tartaric Acid Esters of Mono- and Diglycerides | 食品添加物規格檢驗方法—單及雙脂肪酸甘油·二乙醯酒石酸酯 Diacetyl Tartaric Acid Esters of Mono- and Diglycerides | 修正中文名稱。 |
| 修正規定 | 現行規定 | 說明 |
| <p>§16006</p> $\begin{array}{c} \text{CH}_2 - \text{OR}_1 \\ \\ \text{CH} - \text{OR}_2 \\ \\ \text{CH}_2 - \text{OR}_3 \end{array}$ <p>1 或 2 個 R 基團為脂肪酸(fatty acid moiety)，其餘 R 基團包括： <u>雙乙醯酒石酸(diacetylated tartaric acid moiety)</u> <u>單乙醯酒石酸(monoacetylated tartaric acid moiety)</u> <u>酒石酸(tartaric acid moiety)</u> <u>醋酸(acetic acid moiety)</u> <u>氫(hydrogen)</u></p> <p>1.外觀：本品為液狀、糊狀或蠟狀固體。</p> <p>2.鑑別： <u>(1)溶解度：</u>本品可分散於冷水或熱水；可溶於甲醇、乙醇、丙酮及乙酸乙酯。 <u>(2)1,2-二元醇：</u>取本品 500 mg 溶於甲醇 10 mL，滴入數滴醋酸鉛試液，可形成白色絮狀不溶性沉澱。 <u>(3)脂肪酸：</u>取本品 1 g，加 0.5 N 酒精性氫氧化鉀試液 15 mL 迴流 1 小時，加入去離子水 15 mL，再以稀鹽酸試液(約 6 mL)酸化。產生之油滴或白至黃白色固體，以己烷 5 mL 溶解。收集己烷層，水層再以己烷 5 mL 萃取，收集己烷層(另收集水層，供後續鑑別試驗用)，合併己烷層，依衛生福利部公告「食品中脂肪酸之檢驗方法」以氣相層析儀進行鑑別。 <u>(4)醋酸：</u>取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層 5 mL，置於蒸發皿中，</p> | <p>§16006</p> <p>1.外觀：本品為黏稠液狀，類似脂肪之半固體至蠟狀固體，微具酸臭。</p> <p>2.鑑別：本品 500 mg 溶於甲醇 10 mL 中，逐滴加入醋酸鉛試液時，可形成不溶性之白色絨毛狀沈澱物。</p> <p>3.性狀與溶狀：本品為二乙醯酒石酸酐與食用油脂或形成油脂之脂肪酸之部份甘油酯反應而得之產物，可與油脂以任意比例互溶，可溶於一般油脂溶劑、甲醇、丙酮及乙酸乙酯中，但不溶於其他醇類、醋酸及水中，在水中可分散，且短時間內不會水解，其 3% 分散液之 pH 值應為 2~3。</p> <p>4.酒石酸含量：取檢體約 4 g，精確稱定，置於 250 mL 共栓三角瓶中，加 0.5 N 氫氧化鉀液 80 mL 及酚酞試液 0.5 mL，接裝長 65 cm 以上之空氣冷凝管，於電熱板上加熱 2.5 小時，趁熱滴加 10% 磷酸，直到以剛果紅試紙測試時呈酸性，再接裝空氣冷凝管繼續加熱至脂肪酸呈澄清液狀，放冷，再以少量的水及氯仿將此混合溶液完全洗入 250 mL 分液漏斗中，以每次氯仿 25 mL 萃取脂肪酸 3 次，合併氯仿層，並移入另一分液漏斗中，以每次水 25 mL 清洗 2 次，合併清洗液於水層。氯仿萃取液則作為總脂肪酸定量用。將合併之水層，移入 250 mL 燒杯中，以水浴加熱去除殘留之氯仿，並以經</p> | <p>一、修正「外觀」、「鑑別」、「酸價」及「參考文獻」。</p> <p>二、增列「結構式」、「酸」、「硫酸化灰分」、「總醋酸」、「總酒石酸」、「總甘油」、「游離甘油」及「鉛」。</p> <p>三、刪除「性狀與溶狀」、「酒石酸含量」、「醋酸」、「總脂肪酸」、「甘油醇」、「皂化價」、「砷」、「重金屬」及「熾灼殘渣」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p> |

加過量碳酸鈣，蒸發至乾，將殘渣移至試管中，於試管頂部覆以預經鄰硝苯甲醛試液(o-nitrobenzaldehyde T.S.) [鄰硝苯甲醛(o-nitrobenzaldehyde, NO₂C₆H₄CHO)之氫氧化鈉試液之飽和溶液，臨用時配製]潤濕之濾紙，以微火加熱，濾紙由黃色變為綠藍色，表示反應後有醋酸鈣之產生。

(5)酒石酸：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層5 mL，置磁皿中蒸乾，加入含0.5%焦五倍子酸(pyrogallol)之濃硫酸溶液2 mL，於蒸氣浴加熱，產生深紫色。

(6)甘油：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層5 mL，置於試管中，加入過量之氫氧化鈣粉末，於沸水浴加熱5分鐘，振搖數次，冷卻並過濾。取濾液1滴置於另一試管，加入硫酸氫鉀50 mg，於試管頂部覆以預經丙烯醛(acrolein)之試劑 [取5%亞硝基鐵氰化鈉(disodium pentacyanonitrosylferrate)水溶液與20%哌啶(piperidine)水溶液，以1:1 (v/v)比例混勻，臨用時調製]潤濕之濾紙，以微火加熱，濾紙應呈藍色，加入氫氧化鈉試液(1 N)後，顏色變為粉紅色。

3.酸：本品除醋酸、酒石酸及脂肪酸外，下列酸不得檢出。

(1)琥珀酸：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層1滴、0.5%氯化銨溶液1滴及鋅粉數mg，置於小試管中，於試管口覆以預經含5%對二甲基胺基苯甲醛(p-dimethylaminobenzaldehyde)及20%三氯醋酸(trichloroacetic acid)之苯溶液潤濕之濾紙，試管底部以微火激烈加熱1分鐘，依琥珀酸或琥珀醯亞胺(succinimide)量之多寡，濾紙呈現紅紫或粉紅色。

(2)反丁烯二酸：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層1 mL及2 N碳酸鈉

酸處理的濾紙過濾至500 mL容量瓶中，加水定容至500 mL，作為檢品溶液I。取檢品溶液I 25 mL加水定容至100 mL作為檢品溶液II。取檢品溶液II 10 mL，置於19×150 mm液槽中，加新配製之偏鈣酸鈉溶液(1→20) 4 mL及醋酸1 mL，混合均勻呈色，10分鐘內於520 nm測定吸光度。另取標準品100 mg，精確稱定，以水90 mL溶解並定容至100 mL，各取3.0、4.0、5.0及6.0 mL至19×150 mm液槽中，分別加水使成10 mL後，按檢品溶液同樣操作呈色並測定吸光度。另同時作一空白試驗，於測定吸光度時，用以使光度計歸零，製作標準曲線。由標準曲線求出檢品溶液II中酒石酸濃度，並依下式計算酒石酸含量，其酒石酸含量應為17.0~20.0% (w/w)。

酒石酸含量(%)=

$$\frac{\text{檢品溶液II中酒石酸濃度(g/mL)} \times 200 \text{ (mL)}}{\text{檢品重量(g)}} \times 100$$

5.醋酸：取檢品4 g，按照揮發性酸測定法(附錄A-36)測定之，其e值為30.03，而醋酸含量應為14.0~17.0% (w/w)。

6.總脂肪酸：將『酒石酸含量』項中所得之合併氣仿層，加少許無水硫酸鈉，振搖脫水後，過濾至已稱重之250 mL三角燒瓶中，於水浴上蒸發至乾涸，放冷、稱重，其脂肪酸含量應在56.0% (w/w)以上。

7.甘油醇：取『酒石酸含量』項之檢品溶液I 5.0 mL，移入250 mL共栓三角瓶中，加冰醋酸15 mL及過碘酸溶液25 mL，振搖混合2分鐘，放置15分鐘後，加碘化鉀溶液(15→100) 15 mL及水15 mL，混合均勻，放置1分鐘，以澱粉作為指示劑，用0.1 N硫代硫酸鈉液滴定游離碘。另以水同時做空白試驗校正之，每mL之0.1 N硫代硫酸鈉液相當於2.303 mg之甘油醇，其

溶液1 mL，置於試管中，加0.1 N 過錳酸鉀溶液2~3滴，溶液立即褪色。

(3)檸檬酸：

a. 取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層3 mL，加1%過錳酸鉀溶液數滴，加溫至顏色消失。再加過量溴試液，立即或於冷卻後形成五溴丙酮(pentabromoacetone)之白色沉澱。

b. 取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層1 mL，置於瓷皿中蒸發，加醋酸酐：吡啶(1:5，v/v)混合溶液1 mL，產生紫色(酒石酸則產生綠色)。

(4)乳酸：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層0.2 mL及濃硫酸2 mL，置於試管中，於沸水浴加熱2分鐘，冷卻，加5%鄰甲氧基酚(guaiacol)之乙醇溶液1或2滴，立即產生紅色。依酒石酸試驗若酒石酸存在時，則依下列步驟先去除酒石酸：取『2.鑑別(3)脂肪酸』項之水層3 mL及過量之氫氧化鈣粉末，置於試管中，於沸水浴加熱5分鐘，振搖數次，冷卻後過濾。

4.硫酸化灰分：取本品5 g，固狀檢品加稀硫酸使其完全濕潤，非固狀檢品加稀硫酸10 mL，混合均勻，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，熾灼溫度為 $800 \pm 25^{\circ}\text{C}$ ，其硫酸化灰分應在0.5%以下。

5.酸價：取檢品5 g，精確稱定，置入500 mL燒瓶中，添加熱中性酒精75~100 mL，攪拌或必要時加熱或使用中和之乙醚與乙醇或石油醚與乙醇等容量混合溶液使完全溶解。加酚酞試液0.5 mL，立即以0.5 N氫氧化鉀液滴定至呈淡粉紅色持續30秒鐘為止，並依下式計算檢品之酸價，其酸價應為40~130。

檢品之酸價 = $(56.1 \times T \times N) / W$

所含甘油醇應在12.0% (w/w)以上。

8.酸價：取檢品1.0 g，置於125 mL三角燒瓶中，加苯：甲醇(1:4, v/v)溶液25 mL及酚紅試液，徐徐加熱使溶解後，以0.1 N氫氧化鉀甲醇液滴定至微紅，另以苯：甲醇(1:4, v/v)溶液25 mL，同時作空白試驗校正之，並依下式計算酸價，其酸價應為62~76。

酸價 =

$$\frac{5.611 \times 0.1 \text{ N 氫氧化鉀甲醇液消耗量(mL)}}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

9.皂化價：取本品1.0 g，精確稱定，按照油類試驗法(2)皂化價測定法(附錄A-21)測定之，其皂化價應為380~425。

10.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(As)應在3 ppm以下。

11.重金屬：取本品2.0 g，按照重金屬檢查第II法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在10 ppm以下。

12.熾灼殘渣：取本品10.0 g，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，其遺留殘渣不得超過0.01%。

參考文獻：

United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Ferric pyrophosphate. Food Chemical Codex 9. pp. 481-483. United States Pharmacopeial Convention, Inc. Rockville, MD, USA.

T：檢品溶液中氫氧化鉀液之消耗量

N：0.5 N氫氧化鉀液之實際當量濃度

W：檢品之採取量

6.總醋酸：取檢品4 g，精確稱定，按照揮發性酸測定法(附錄A-36)測定之，其e值為30.03，而總醋酸含量應為8~32%。

7.總酒石酸：取檢體約4 g，精確稱定，置於250 mL共栓三角瓶中，加0.5 N氫氧化鉀液80 mL及酚酞試液0.5 mL，接上長65 cm以上之空氣冷凝管，於電熱板上加熱2.5小時，趁熱滴加10%磷酸溶液，直到以剛果紅試紙測試時呈酸性，重新接上空氣冷凝管繼續加熱至脂肪酸呈澄清液狀，放冷，以少量的水及己烷將此混合溶液完全洗入250 mL分液漏斗中，以每次己烷25 mL萃取脂肪酸3次，合併己烷層，並移入另一分液漏斗中，以每次水25 mL清洗2次，洗液併入第一個分液漏斗之水層中。將第一個分液漏斗中合併之水層，移入250 mL燒杯中，以水浴加熱去除殘留之己烷，並以經酸處理的濾紙過濾至500 mL容量瓶中，加水定容，供作檢品溶液I。取檢品溶液I 25 mL，加水定容至100 mL，供作檢品溶液II。取檢品溶液II 10 mL，置於19 × 150 mm液槽中，加新配製之偏鈮酸鈉(sodium metavanadate)溶液(1→20) 4 mL及醋酸1 mL，混勻後，於10分鐘內以520 nm測定吸光度。另取標準品100 mg，精確稱定，以水溶解並定容至100 mL，各取3.0、4.0、5.0及6.0 mL至19 × 150 mm液槽中，分別加水使成10 mL後，按檢品溶液同樣操作，並測定吸光度，製作3~6 mg之標準曲線。另以水10 mL作一空白試驗，於測定吸光度時，用以

使光度計歸零。由標準曲線求出檢品溶液II中酒石酸濃度，並依下式計算檢品中總酒石酸含量，其含量應為10~40%。

$$\text{檢品中總酒石酸含量(\%)} = \frac{\text{檢品溶液II中酒石酸濃度(mg)} \times 20}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 10^{-1}$$

8.總甘油：取『總酒石酸』項之檢品溶液I 5 mL，移入250 mL共栓三角瓶中，加冰醋酸15 mL及過碘酸溶液[取過碘酸(periodic acid, H_5IO_6) 2.7 g，以水50 mL溶解，加冰醋酸950 mL混合均勻，避光儲存。] 25 mL，於避光下振搖1或2分鐘，靜置15分鐘後，加碘化鉀溶液(15→100) 15 mL及水15 mL，混合均勻，靜置1分鐘，以澱粉作為指示劑，用0.1 N硫代硫酸鈉液滴定游離碘。另以水作空白試驗校正之，每mL之0.1 N硫代硫酸鈉液相當於2.303 mg之總甘油，檢品中總甘油含量應為11~28%。

9.游離甘油：將本品混勻，取約1 g(必要時加熱溶解完全混合，溫度不得超過其熔點10°C)，精確稱定，置於附有玻璃蓋之100 mL容量瓶中，加入氯仿50 mL溶解，再加入水25 mL，激烈振搖30~60秒，如有乳化現象，則加入冰醋酸3~4 mL使其分層，將水層轉移到另一100 mL容量瓶中，氯仿層依序以水25、25及20 mL萃取，合併水層，加水定容至100 mL，供作檢品溶液。取檢品溶液及水(空白溶液)各50 mL，分置於內含醋酸過碘酸試液[取過碘酸5.4 g，以水100 mL溶解後，再加冰醋酸1900 mL混合均勻，避光儲存。] 50 mL之500 mL附有玻璃栓塞之錐形瓶中，輕搖混合均勻，靜置至少30分鐘但不超過1.5小時。分別加入碘化鉀試液20 mL，輕搖混合，靜置至少1分鐘但不超過5分鐘，且不可暴露在強光下，加入

水100 mL，用0.1 N硫代硫酸鈉液
滴定，並以磁石攪拌充分混合，
持續滴定至水層之碘棕色消失，
加入澱粉試液2 mL作為指示劑，
並持續滴定至氣仿層之藍色消失
為止。依下式計算檢品中游離甘
油含量(%)，其含量應在2.0%以
下。

檢品中游離甘油含量(%)

$$= [(B - S) \times N \times 2.30] / W$$

B：空白溶液中硫代硫酸鈉液之消
耗量

S：檢品溶液中硫代硫酸鈉液之消
耗量

N：0.1 N硫代硫酸鈉液之實際當
量濃度

W：檢品之採取量

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。

參考文獻：

FAO. 2009. Diacetyltartaric and
fatty acid esters of glycerol
monograph 7. Joint FAO/WHO
Expert Committee on Food
Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph7/additive-149-m7.pdf]