

§12012

鹿角菜膠

Carrageenan

1. 外觀：本品為白～淡褐色之精細至粗粒粉末，幾乎無臭。
2. 鑑別：(1)溶解度：本品不溶於乙醇；可溶於80°C熱水，形成黏稠類白色混濁流動液體；若先以乙醇、甘油、飽和葡萄糖液或飽和蔗糖液潤濕，更易分散於水中。
- (2)硫酸鹽：取本品100 mg溶於水20 mL中(必要時加熱)，加入1 N氯化鉍試液3 mL及稀鹽酸(10%) 5 mL，若形成沉澱物則過濾之。將溶液或濾液煮沸5分鐘，則產生白色結晶沉澱。
- (3)半乳糖及脫水半乳糖：取本品200 mg，加稀硫酸(10%)混勻後，加熱煮沸3小時，冷卻後加過量之碳酸鉍，以磁石攪拌至溶液pH值為7.0後過濾，將濾液於30-50°C水浴中減壓濃縮至產生結晶(或漿狀)，以40%甲醇溶液10 mL溶解，供作檢品溶液。另取半乳糖(galactose)、鼠李糖(rhamnose)、半乳糖醛酸(galacturonic acid)、3,6-脫水半乳糖(3,6-anhydrogalactose)、甘露糖(mannose)、阿拉伯糖(arabinose)及木糖(xylose)標準品分別溶於40%甲醇溶液10 mL，供作標準溶液。分別取檢品溶液1-5 μL及標準溶液1-10 μL，點於矽膠(silica gel G)薄層層析板上，分別以甲酸：丁酮(methyl ethyl ketone)：三級丁醇(*tert*-butanol)：水(15:30:40:15, v/v/v/v)溶液及冰醋酸：氯仿：水(74:65:11, v/v/v)溶液為展開液，進行薄層層析。展開後取出層析板，風乾後噴以呈色液[取對甲氧苯胺(*p*-anisidine) 1.23 g及鄰苯二甲酸(phthalic acid) 1.66 g，溶於乙醇100 mL]，於100°C加熱10分鐘，就檢品溶液在層析板上所得主要斑點之位置、顏色^(註)及大小，與標準溶液比較鑑別之，半乳糖及3,6-脫水半乳糖應存在。
- 註：己糖會產生黃綠色斑點，戊糖會產生紅色斑點，糖醛酸則產生棕色斑點。
- (4)含水膠體與主要共聚物：取本品4 g，加入水200 mL中，於80°C熱水浴中持續攪拌至溶解，並補充蒸發減失之水

分，冷卻至室溫，溶液應變黏稠並可能生成凝膠。取該溶液或凝膠50 mL，加氯化鉀200 mg，再加熱混勻後冷卻。短紋理(脆性)膠體主要屬於kappa-鹿角菜膠，順紋理(彈性)膠體主要屬iota-鹿角菜膠，如溶液未形成凝膠，則主要屬lambda-鹿角菜膠。

(5)紅外線吸收：取本品2 g，分散於2.5%氯化鉀溶液200 mL中，攪拌1小時後靜置至隔夜，再攪拌1小時後移至離心管中(若分散液太黏而無法轉移，以2.5%氯化鉀溶液最多200 mL稀釋)，以1000 ×g離心15分鐘，收集上清液，殘留物以2.5%氯化鉀溶液200 mL再次形成懸浮液後離心，合併上清液(註：沉澱物保留備用)，並加入2倍體積之85%乙醇或異丙醇使之凝結，回收凝結物並以乙醇250 mL清洗，擠乾凝結物中過量之液體，於60°C加熱2小時，即得非凝膠成分(lambda-鹿角菜膠)。將上述保留之沉澱物分散於冷水250 mL中，於90°C加熱10分鐘，冷卻至60°C，同上述步驟凝結、回收、清洗及乾燥凝結物，即得凝膠成分(kappa-鹿角菜膠及iota-鹿角菜膠)。將每個成分調製成0.2%水溶液，按照紅外線吸收光譜測定法(附錄A-29)測定時，鹿角菜膠於波數1000-1100 cm⁻¹應有強且寬之吸收帶，對於凝膠及非凝膠成分則分別於波數1065及1020 cm⁻¹具最大吸收值，其他特徵吸收帶及其相對於1050 cm⁻¹處之吸收強度如下：

波數(cm ⁻¹)	分子標定	相對於1050 cm ⁻¹ 處之吸收強度		
		Kappa	Iota	Lambda
1220-1260	硫酸酯	0.3-1.4	1.2-1.7	1.4-2.0
928-933	3,6-脫水半乳糖	0.2-0.7	0.2-0.4	0-0.2
840-850	半乳糖-4-硫酸鹽	0.2-0.5	0.2-0.4	-
825-830	半乳糖-2-硫酸鹽	-	-	0.2-0.4
810-820	半乳糖-6-硫酸鹽	-	-	0.1-0.3
800-805	3,6-脫水半乳糖-2-硫酸鹽	0-0.2	0.2-0.4	-

3. 乾燥減重：本品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12%。

4. pH：本品水分散液(1%)之pH值應為8~11。

5. 硫酸鹽：取本品15 g，精確稱定，於室溫下分散於60% (w/w)異丙醇溶液500 mL，徐徐攪拌4小時，以無灰分濾紙過濾，捨棄濾液，濾紙上之殘留物以60% (w/w)異丙醇溶液15 mL洗滌兩次，於105°C乾燥至恆重。取乾燥物約1 g (W_1) (剩餘部分應保留供總灰分、酸不溶物及黏度試驗用)，精確稱定，移入長頸圓底燒瓶中，加0.2 N鹽酸溶液50 mL，連接冷凝管，迴流1小時後，加10% (v/v)過氧化氫溶液25 mL，再繼續迴流約5小時或直至溶液完全澄清。將溶液移入600 mL燒杯中，加熱至沸騰，逐滴加入10%氯化鋇溶液10 mL，於沸騰水浴中加熱反應2小時，以無灰緩慢過濾型濾紙過濾，以沸騰之蒸餾水洗滌濾紙上之殘渣至洗液不再呈氯化物反應為止。殘渣連同濾紙一併於烘箱內乾燥後，置古氏或石英坩堝中，以800°C徐徐加熱灰化至白色，於乾燥器放冷並稱至恆重，就所得灰分(硫酸鋇)之重量(W_2)，依下式計算式求出檢品中硫酸鹽(SO_4^{2-})之含量，其含量應為15~40% (以乾基計)。

$$\text{檢品中硫酸鹽之含量(\%)} = \frac{W_2}{W_1} \times 0.4116 \times 100$$

6. 黏度：取5.「硫酸鹽」項所得之乾燥物7.5 g，置於600 mL高型燒杯中，加去離水450 mL，攪拌10~20分鐘使之分散，再加入去離子水使最終重量為500 g，置水浴中加熱並持續攪拌20~30分鐘至溫度達80°C，補充蒸發減失之水分，降溫至76~77°C，再於75°C水浴中加熱。於約75°C水中預熱Brookfield黏度計(型號：LVF或LVT)之轉子(bob)與保護架(guard)，乾燥後安裝至黏度計，該黏度計應配置1號轉軸(直徑19 mm、長度約65 mm)，且轉速可達30 rpm，調整轉子於檢品溶液之高度，啟動黏度計於30 rpm旋轉。於黏度計完整旋轉六圈後，在0~100刻度範圍下讀其值。若黏度非常低，可使用Brookfield超低黏度接頭(ultra low, UL)或同級品以提高精密度^(註)。將所讀之刻度乘上Brookfield製造商所定之係數即得本品之黏度，以cp表示，其黏度應在5 cp以上。
- 註：某些鹿角菜膠樣品使用1號轉軸時，因黏度太高無法讀其黏度，此類樣品即通過此規格，若需要測量其黏度，可使用2號轉軸於0~100或0~500刻度範圍下讀其黏度。

7. 總灰分：取5.「硫酸鹽」項所得之乾燥物約2 g (W_1)，精確稱定，置於已知重量石英製或白金製坩堝中，於加熱板加熱，並逐漸提高溫度直至完全焦化，再持續加熱30分鐘，移入灰化爐，以550°C熾灼至完全灰化，於乾燥器中放冷並稱至恆重(W_2)。若無法灰化至無碳，以硝酸銨溶液(1→10)潤濕焦化部分，並於加熱板乾燥後再進行熾灼。依下式計算式求出檢品中總灰分之含量，其含量應為15~40% (以乾基計)(註：灰分保留供作酸不溶性灰分試驗用)。

$$\text{檢品中總灰分之含量(\%)} = \frac{W_2}{W_1} \times 100$$

8. 酸不溶性灰分：取7.「總灰分」項所得之殘渣加稀鹽酸試液25 mL，煮沸5分鐘，以古氏坩堝或無灰濾紙過濾，以熱水洗滌後於800 ± 25°C熾灼，冷卻後稱重，其重量應在1%以下。
9. 酸不溶物：取5.「硫酸鹽」項所得之乾燥物約2 g，精確稱定，置於250 mL燒杯內，加水150 mL及硫酸試液1.5 mL，蓋上錶玻璃，於沸水浴上加熱6小時，以橡皮尖頭之攪拌棒時時向下磨刮燒杯內壁並補充蒸發之水份。稱取適合之預經酸洗過且於105°C乾燥之助濾劑500 mg，精確稱定，加至樣品溶液中，以已知重量之內墊石棉墊古氏坩堝過濾，並以熱水洗滌石棉墊上之殘留物數次，將坩堝及內容物以105°C乾燥3小時，於乾燥器放冷後稱重。酸不溶物之重量由總重量扣除助濾劑、坩堝及石棉墊之重量求得，其重量應在2%以下。
10. 溶劑殘留：利用頂空氣相層析法測定檢品中乙醇、異丙醇及甲醇之含量，其所含乙醇、異丙醇及甲醇之殘留量，單獨或合計應在0.1%以下。

(1)內部標準溶液之配製：

取水50 mL，置於50 mL頂空分析瓶中密封，精確量取3-甲基-2-戊酮(3-methyl-2-pentanone) 15 μ L，通過隔墊注入，混合均勻，供作內部標準溶液。

(2)空白溶液之配製：

取空白檢品約0.2 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，加入水5 mL及內部標準溶液1 mL，於60°C加熱10分鐘，並劇烈振盪10秒，供作空白檢液。

(3)檢品溶液之調製：

取適合之消泡劑(如Dow-Corning G-10，或同級品) 1 mL，置於內含水200 mL之1000 mL圓底燒瓶中，精確加入檢品約5 g，精確稱定，於往復式振盪器振盪1小時。將燒瓶接上冷凝管，蒸餾至約100 mL，調整熱度避免泡沫進入冷凝管，將蒸餾液移入200 mL容量瓶內，加水至刻度，混合均勻，取該溶液8 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，加入內部標準溶液1 mL，於60°C加熱10分鐘，並劇烈振盪10秒，供作檢品溶液。

(4)校準溶液之配製：

取空白檢品約0.2 g，精確稱定，置於頂空分析瓶中，加入水5 mL及內部標準溶液1 mL並稱重。精確量取已知量之標準品，通過隔墊注入，並精確稱定至0.01 mg以內(前後重量相減求得標準品之稱重量)，於60°C加熱10分鐘，並劇烈振盪10秒，供作校準溶液。

(5)測定法：

將檢品溶液、空白檢液及校準溶液之頂空分析瓶置於頂空進樣器上，依下列條件進行分析，就檢品溶液與校準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式分別求出檢品中乙醇、異丙醇或甲醇之含量(%)：

檢品中乙醇、異丙醇或甲醇之含量(%)

$$= \frac{R_s \times W_{st} \times 200}{(R_{st} - R_b) \times W_s \times 8} \times 0.1$$

R_s ：檢品溶液中乙醇、異丙醇或甲醇與內部標準品之相對波峰面積

R_{st} ：校準溶液中乙醇、異丙醇或甲醇與內部標準品之相對波峰面積

R_b ：空白檢液中乙醇、異丙醇或甲醇與內部標準品之相對波峰面積

W_{st} ：乙醇、異丙醇或甲醇標準品之稱重量(mg)

W_s ：檢品之採取量(g)

頂空進樣條件^(註)：

樣品加熱溫度：60°C。

樣品加熱時間：10 min。

頂空進樣針溫度：70°C。

轉移溫度：80°C。

注入量：1.0 mL。

注入模式：分流。

氣相層析條件^(註)：

檢出器：火焰離子檢出器。

層析管：DB-wax毛細管(膜厚1 µm，內徑0.53 mm×0.8 m)串聯DB-1毛細管(膜厚5 µm，內徑0.53 mm×30 m)，或同級品。

層析管溫度：初溫：35°C，5 min；

升溫速率：5°C/min；

終溫：90°C，6 min。

注入器溫度：140°C。

檢出器溫度：300°C。

移動相氣體流速：氦氣，5 mL/min。

註：上述條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

11. 微生物規範：(1)總生菌數：

稱取本品50 g，置於已滅菌之Butterfield's磷酸鹽緩衝溶液450 mL中，用高速攪拌均質器攪拌混合均勻，供作10倍稀釋檢品溶液，按照衛生福利部公告「食品微生物之檢驗方法—生菌數之檢驗」培養並計算菌落數，其所含總生菌數應在5000 CFU/g以下。

(2)沙門氏桿菌：

稱取本品25 g，置於已滅菌之乳糖培養液225 mL中，用高速攪拌均質器攪拌混合均勻，蓋上瓶蓋，於室溫下靜置60分鐘，調整pH為 6.8 ± 0.2 ，將瓶蓋鬆開約1/4圈，在35°C下培養 24 ± 2 小時，供作檢品溶液，按照衛生福利部公告「食品微生物之檢驗方法—沙門氏桿菌之檢驗」培養並鑑別判定之，應為陰性。

(3)大腸桿菌：

稱取本品50 g，置於已滅菌之稀釋液450 mL中，用高速攪拌均質器攪拌混合均勻，供作檢品溶液，按照衛生福利部公告「食品微生物之檢驗方法—大腸桿菌之檢驗」培養並鑑別判定之，應為陰性。

12. 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 mg/kg以下。
13. 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5 mg/kg以下。
14. 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2 mg/kg以下。
15. 汞 : 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, 其所含汞(Hg)應在1 mg/kg以下。

參考文獻：

FAO. 2014. Carrageenan monograph 16. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.

[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/monograph16/additive-117-m16.pdf]