

# 食品添加物規格檢驗方法－蔗糖素修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
<p><b>§11-1-024</b></p>  <p>分子式：<math>C_{12}H_{19}Cl_3O_8</math> 分子量：<b>397.64</b></p> <p><b>1.含量：</b>本品所含 <math>C_{12}H_{19}Cl_3O_8</math> 按乾品計算，應為 98.0~102.0%。</p> <p><b>2.外觀及性狀：</b>本品為白色~灰白色之結晶性粉末，幾乎無臭，具甜味。易溶於水、甲醇及乙醇，微溶於乙酸乙酯。</p> <p><b>3.鑑別：</b></p> <p>(1) 將本品以溴化鉀圓片(KBr disc)法則得之紅外線吸收光譜(吸收強度可能有變化)，應與標準品一致。</p> <p>(2) 本品依12.含量測定進行之液相層析圖譜主峰(溶媒峰除外)，其滯留時間應與標準品一致。</p> <p>(3) 本品依8.相關物質進行薄層層析之主要斑點(major spot)之<math>R_f</math>值應與標準品一致。</p> <p><b>4.重金屬：</b>取本品 2 g，按照重金屬檢查第 I 法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 10 mg/kg 以下。</p> <p><b>5.砷：</b>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。</p> <p><b>6. 水解產物 (hydrolysis products)：</b>取本品 2.5 g，以甲醇溶解並定容至 10 mL，供作檢品溶液。另取甘露醇標準品 1 g，以水溶解並定容至 10 mL，供作標準溶液 A；取果糖標準品 4 mg 及甘露醇標準品 1 g，以水溶解並定容至 10 mL，供作標準溶液 B。分別取</p>	<p><b>§11-1-024</b></p>  <p>分子式：<math>C_{12}H_{19}Cl_3O_8</math> 分子量：<b>397.64</b></p> <p><b>1.含量：</b>本品所含 <math>C_{12}H_{19}Cl_3O_8</math> 按乾品計算，應為 98.0~102.0%。</p> <p><b>2.外觀及性狀：</b>本品為白色~灰白色之結晶性粉末，幾乎無臭，具甜味。極易溶於水、甲醇及乙醇，微溶於乙酸乙酯。</p> <p><b>3.鑑別：</b></p> <p>(1) 將本品以溴化鉀圓片(KBr disc)法則得之紅外線吸收光譜(吸收強度可能有變化)，應與標準品一致。</p> <p>(2) 本品之液相層析圖譜主峰(溶媒峰除外)，其滯留時間應與標準品一致。</p> <p>(3) 本品薄層層析之主要斑點(major spot)之<math>R_f</math>值應與標準品一致。</p> <p><b>4.重金屬：</b>取本品 2 g，按照重金屬檢查第 I 法(附錄 A-7)檢查之，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 10 mg/kg 以下。</p> <p><b>5.砷：</b>取本品 1.0 g，按照砷檢查第 II-2 法(附錄 A-8)檢查之，其所含砷(以 As 計)應在 3 mg/kg 以下。</p> <p><b>6. 水解產物 (hydrolysis products)：</b>取本品 2.5 g，以甲醇溶解並定容至 10 mL，供作檢品溶液。另取甘露醇標準品 1 g，以水溶解並定容至 10 mL，供作標準溶液 A；取果糖標準品 4 mg 及甘露醇標準品 1 g，以水溶解並定容至 10 mL，供作標準溶液 B。分別取</p>	<p>一、修正「外觀及性狀」、「鑑別」、「砷」、「甲醇」、「相關物質」及「含量測定」。</p> <p>二、增列「參考文獻」。</p> <p>三、增修訂部分文字。</p>

檢品溶液及標準溶液 A、B 各 5  $\mu\text{L}$ ，點入矽膠薄層層析板上。風乾後，不需要溶媒展開，直接噴以呈色液[取對甲氧苯胺(*p*-anisidine) 1.23 g 及鄰苯二甲酸(phthalic acid) 1.66 g，溶於甲醇 100 mL。對甲氧苯胺若吸入或經由皮膚吸收，具有毒性，應注意。呈色液應避光冷藏貯存，以避免退色，若退色應重新調製]。於  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  加熱 15 分鐘。加熱後立刻於黑暗背景下觀察，檢品溶液斑點顏色不能較標準溶液 B 斑點顏色為濃(若標準溶液 A 斑點顏色變黑，表示加熱時間太長，應重新試驗)。其含量應在 0.1% 以下。

**7. 甲醇：**利用氣相層析法測定檢品中甲醇之含量，其量應在 0.1% 以下。

(1) 內部標準溶液之配製：

取正丁醇 1 g，精確稱定，以去離子水定容至 100 mL，供作內部標準溶液。

(2) 標準溶液之配製：

取甲醇 1 g，精確稱定，以去離子水定容至 100 mL，作為甲醇標準原液。臨用時，取適量甲醇標準原液及內部標準溶液混合，以去離子水稀釋至 10~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  (含內部標準品濃度 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )，供作標準溶液。

(3) 檢品溶液之調製：

取本品 1 g，精確稱定，加入內部標準溶液 0.1 mL，以去離子水溶解並定容至 50 mL，供作檢品溶液。

(4) 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各 1  $\mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行分析，就甲醇與內部標準品之波峰面積比，與對應之甲醇濃度，製作標準曲線

氣相層析測定條件；

檢出器：火焰離子檢出器(flame

檢品溶液及標準溶液 A、B 各 5  $\mu\text{L}$ ，點入矽膠薄層層析板上。風乾後，不需要溶媒展開，直接噴以呈色液[取對甲氧苯胺(*p*-anisidine) 1.23 g 及鄰苯二甲酸(phthalic acid) 1.66 g，溶於甲醇 100 mL。對甲氧苯胺若吸入或經由皮膚吸收，具有毒性，應注意。呈色液應避光冷藏貯存，以避免退色，若退色應重新調製]。於  $100 \pm 2^\circ\text{C}$  加熱 15 分鐘。加熱後立刻於黑暗背景下觀察，檢品溶液斑點顏色不能較標準溶液 B 斑點顏色為濃(若標準溶液 A 斑點顏色變黑，表示加熱時間太長，應重新試驗)。其含量應在 0.1% 以下。

**7. 甲醇：**利用氣相層析法測定檢品中甲醇之含量，其量應在 0.1% 以下。

(1) 內部標準溶液之配製：

量取正丙醇 1 mL，以吡啶定容至 100 mL，取此溶液 0.1 mL，以吡啶定容至 100 mL。再取此溶液 5 mL，以吡啶定容至 500 mL，供作內部標準溶液。

(2) 標準溶液之配製：

量取甲醇 2 mL，以內部標準溶液定容至 100 mL，取此溶液 0.1 mL，以內部標準溶液定容至 100 mL。再取此溶液 1 mL，以內部標準溶液定容至 100 mL，供作標準溶液。

(3) 檢品溶液之調製：

取本品 2 g，精確稱定，以內部標準溶液溶解並定容至 10 mL，供作檢品溶液。

(4) 測定法：

精確量取檢品溶液及標準溶液各 1  $\mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行氣相層析，就檢品溶液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢品中甲醇之含量。

ionization detector, FID)。

層析管：SUPELLOWAX-10毛細管，內膜厚度0.2 μm，內徑0.53 mm ×60 m，或同級品。

層析管溫度：初溫：40°C，8 min；

溫度上升速率：40°C/min；

中溫：120°C，5 min；

溫度上升速率：40°C/min；

終溫：180°C，5 min；

檢出器溫度：180°C。

注入器溫度：180°C。

注入量：1 μL。

移動相氮氣流速：10 mL/min。

(5) 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(4)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，並依下列計算式求出檢品中甲醇之含量(%)：

檢品中甲醇之含量(%) =

$$\frac{C \times V}{M \times 10^4}$$

C：由標準曲線求得檢品溶液中甲醇之濃度(μg/mL)

V：檢品最後定容之體積(mL)

M：檢品之採取量(g)

**8.相關物質(related substances)：**

取本品 1.0 g，溶於甲醇並定容至 10 mL，供作檢品溶液。另取蔗糖素標準品 1.0 g，溶於甲醇並定容至 10 mL，供作標準溶液。取標準溶液以甲醇稀釋成 0.5 mg/mL，供作稀釋標準溶液。展開液為 50 mg/mL 氯化鈉溶液：乙腈(70:30, v/v)，臨用時調製。分別取檢品溶液、標準溶液及稀釋標準溶液各 5 μL，點入 0.20 mm 厚度之矽膠薄層層析板上，風乾後，於展開液中展開。展開高度約 15 公分後，取出層析板，風乾，噴以 15% (v/v) 硫酸之甲醇溶液，於 125°C 加熱 10

檢品中甲醇之含量(%) =  
 $\frac{Ru}{Rs} \times \frac{0.158}{Ws}$

Ru：檢品溶液中甲醇波峰面積與內部標準品波峰面積之比值

Rs：標準溶液中甲醇波峰面積與內部標準品波峰面積之比值

0.158：甲醇標準品體積×稀釋倍數×甲醇密度×100%

Ws：檢品之採取量(g)

氣相層析測定條件：

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

層析管：Porapak PS (80 ~ 100 mesh)，玻璃管柱，內徑4 mm ×2.1 m，或同級品

層析管溫度：150°C

檢出器溫度：250°C

注入器溫度：200°C

移動相氣體氮氣流速：20 mL/min

**8.相關物質(related substances)：**

取本品 1.0 g，溶於甲醇並定容至 10 mL，供作檢品溶液。另取蔗糖素標準品 1.0 g，溶於甲醇並定容至 10 mL，供作標準溶液。取標準溶液以甲醇稀釋成 0.5 mg/mL，供作稀釋標準溶液。展開液為 50 mg/mL 氯化鈉溶液：乙腈(70:30, v/v)，臨用時調製。分別取檢品溶液、標準溶液及稀釋標準溶液各 5 μL，點入 0.20 mm 厚度之矽膠薄層層析板上，風乾後，於展開液中展開。展開高度約 15 公分後，取出層析板，風乾，噴以 15% (v/v) 硫酸之甲醇溶液，於 125°C 加熱 10

分鐘。檢品溶液與標準溶液主要斑點之  $R_f$  值應一致，且檢品溶液之任何其他單一斑點不得較稀釋標準溶液斑點為濃。其含量應在 0.5% 以下。

**9. 熾灼殘渣：**取本品 1 g，精確稱定，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 0.7%。

**10. 比旋光度：**取本品按乾重計算 1.0 g，精確稱定，溶於水 10 mL，按照旋光度測定法(附錄 A-11)測定之，其比旋光度應為  $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$ 。

**11. 水分：**取本品 1 g，按照費氏水分測定法(附錄 A-14)測定之，其所含水分應在 2.0% 以下。

**12. 含量測定：**利用高效液相層析法測定檢品中蔗糖素之含量，其量應為 98.0~102.0%。

(1) 移動相溶液之配製：

取乙腈 150 mL，加入水 850 mL，混合均勻，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

(2) 標準溶液之配製：

取蔗糖素標準品約 25 mg，精確稱定，置於 25 mL 容量瓶中，以移動相溶液溶解並定容，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作標準溶液。

(3) 檢品溶液之調製：

取本品約 25 mg，精確稱定，置於 25 mL 容量瓶中，以移動相溶液溶解並定容，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作檢品溶液。

(4) 測定法：

精確量取檢品溶液及標準溶液各 20  $\mu\text{L}$ ，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行高效液相層析，就檢品溶液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算

分鐘。檢品溶液與標準溶液主要斑點之  $R_f$  值應一致，且檢品溶液之任何其他單一斑點不得較稀釋標準溶液 0.5% 斑點為濃。其含量應在 0.5% 以下。

**9. 熾灼殘渣：**取本品 1 g，精確稱定，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 0.7%。

**10. 比旋光度：**取本品按乾重計算 1.0 g，精確稱定，溶於水 10 mL，按照旋光度測定法(附錄 A-11)測定之，其比旋光度應為  $[\alpha]_D^{20} = +84.0 \sim +87.5^\circ$ 。

**11. 水分：**取本品 1 g，按照費氏水分測定法(附錄 A-14)測定之，其所含水分應在 2.0% 以下。

**12. 含量測定：**利用高效液相層析法測定檢品中蔗糖素之含量，其量應為 98.0~102.0%。

(1) 移動相溶液之配製：

量取乙腈 150 mL，加入水 850 mL，混合均勻，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

(2) 標準溶液之配製：

取蔗糖素標準品約 250 mg，精確稱定，置於 25 mL 容量瓶中，以移動相溶液溶解並定容，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作標準溶液。

(3) 檢品溶液之調製：

取本品約 250 mg，精確稱定，置於 25 mL 容量瓶中，以移動相溶液溶解並定容，經 0.45  $\mu\text{m}$  濾膜過濾，取濾液供作檢品溶液。

(4) 測定法：

精確量取檢品溶液及標準溶液各 20  $\mu\text{L}$ ，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行高效液相層析，就檢品溶液所得波峰滯留時間與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑

<p>式求出檢品中蔗糖素之含量。</p> <p>檢品中蔗糖素之含量(%) = <math>\frac{At \times Ws}{As \times Wt} \times 100</math></p> <p>At: 檢品溶液中蔗糖素之波峰面積  As: 標準溶液中蔗糖素之波峰面積  Ws: 蔗糖素標準品之稱重量(mg)  Wt: 檢品之採取量(mg)</p> <p>高效液相層析測定條件：  層析管：RadPak C18，5 μm，內徑 8 mm × 10 cm，或同級品。  檢出器：折光率檢出器 (RI detector)。  注入量：20 μL。  移動相溶液：依(1)所配製之溶液。  移動相流速：1.5 mL/min。  <u>參考文獻：</u>  <u>United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Sucralose. Food Chemical Codex 9. pp. 1160-1162. United States Pharmacopeial Convention, Inc. Rockville, MD, USA.</u></p>	<p>別之，並依下列計算式求出檢品中蔗糖素之含量。</p> <p>檢品中蔗糖素之含量(%) = <math>\frac{At \times Ws}{As \times Wt} \times 100</math></p> <p>At: 檢品溶液中蔗糖素之波峰面積  As: 標準溶液中蔗糖素之波峰面積  Ws: 蔗糖素標準品之稱重量(mg)  Wt: 檢品之採取量(mg)</p> <p>高效液相層析測定條件：  層析管：RadPak C18，5 μm，內徑 8 mm × 10 cm，或同級品。  檢出器：<u>紫外光檢出器波長190 nm</u>或折光率檢出器 (RI detector)。  移動相溶液：<u>去離子水</u>。  移動相流速：1.5 mL/min。</p>	
--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--