

食品添加物規格檢驗方法—碳酸鎂修正總說明

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，經食品檢驗方法諮詢會議諮詢，由中央主管機關定之」，並配合碳酸鎂之規格標準修正，爰修正「食品添加物規格檢驗方法—碳酸鎂」，其修正要點如下：

- 一、修正「含量」、「外觀及性狀」、「鑑別」、「水可溶物」、「酸不可溶物」、「砷」、「鉛」、「可溶性鹽」及「含量測定」。
- 二、刪除「溶液性狀」、「重金屬」及「氧化鈣」。
- 三、增列「鈣」及「參考文獻」。
- 四、增修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—碳酸鎂修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>§07018</p> <p>1.含量： 本品所含碳酸鎂(magnesium carbonate)應為24.0~26.4% (以Mg計)。 本品所含氫氧化鎂碳酸鹽(magnesium hydroxide carbonate)應為40.0~45.0% (以MgO計)。</p> <p>2.外觀及性狀：本品為無臭、質地輕之易碎白色塊狀物、或厚重白色粉末。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)溶解度：幾乎不溶於水，不溶於乙醇。</p> <p>(2)碳酸鹽試驗： 碳酸鎂：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中碳酸鹽之反應。 氫氧化鎂碳酸鹽：-</p> <p>(3)鎂鹽試驗：本品應呈一般鑑別試驗法(附錄A-17)中鎂鹽之反應。</p> <p>(4)鹼度： 碳酸鎂：- 氫氧化鎂碳酸鹽：本品之漿液有輕微鹼性。</p> <p>4.酸不溶物：取本品5 g，精確稱定，加水75 mL混勻，邊攪拌邊加少量鹽酸至不再溶解為止，煮沸5分鐘。如有不溶物殘留則以無灰濾紙過濾，並以水洗滌濾紙至最後不呈氯離子反應為止，殘渣連同濾紙一併於800 ± 25°C 煅灼45分鐘，冷卻後稱重，其殘渣量應在0.05%以下。</p> <p>5.水可溶物： 碳酸鎂：取本品2 g，精確稱定，溶於新煮沸冷卻之水100 mL，以磁石攪拌子攪拌並加熱至沸點，放冷後過濾，取濾液50 mL於水浴上蒸乾後，再於120°C乾燥3小時，冷卻後稱重，其殘渣量應在10 mg以下(1%以下)。 氫氧化鎂碳酸鹽：-</p>	<p>§07018</p> <p>1.含量：40.0~44.0% (以MgO計算)。</p> <p>2.外觀及性狀：白色脆塊或疏鬆粉末，無臭，在空氣中穩定。本品不溶於水及酒精，但可溶於稀酸中並起泡。</p> <p>3.鑑別：本品0.2 g，逐滴加入稀鹽酸(鹽酸1 mL加水3 mL)3 mL時起泡溶解。加入氨試液使呈鹼性，此溶液之鎂離子試驗呈陽性反應。</p> <p>4.溶液性狀：本品1.0 g溶於稀鹽酸(鹽酸2 mL加水至3 mL)10 mL，加水10 mL時，其溶液濁度應在「略帶微濁」以下。</p> <p>5.水可溶物：本品2.0 g溶於新煮沸冷卻之水100 mL，攪拌煮沸5分鐘，冷卻過濾，濾渣及濾紙予以水洗，洗液與濾液混合，加水至100 mL，取此液50 mL於水浴上蒸乾後，再於105°C乾燥1小時，其殘渣量應在10 mg以下(1%以下)。</p> <p>6.酸不可溶物：取本品5.0 g，加水75 mL混勻，再每次滴加少量鹽酸並攪拌，至不再溶解為止，煮沸5分鐘。如有不溶物殘留則以濾紙過濾，並以水洗滌濾紙至最後濾液不呈氯離子反應，熾灼稱重，其殘渣量應在0.05%以下。</p> <p>7.重金屬：取本品0.66 g，加稀鹽酸(1→4)10 mL溶解，於水浴上蒸乾，殘渣加稀醋酸(1→20)2 mL及適量水溶解使成40 mL，作為檢品溶液。另取鉛標準溶液2.0 mL加稀醋酸(1→20)2 mL及適量水使成40 mL，作為對照溶液，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30 ppm以下。</p> <p>8.氧化鈣：取本品約0.6 g，精確稱定，加水35 mL及鹽酸(1→4)6 mL</p>	<p>一、修正「含量」、「外觀及性狀」、「鑑別」、「水可溶物」、「酸不可溶物」、「砷」、「鉛」、「可溶性鹽」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「溶液性狀」、「重金屬」及「氧化鈣」。</p> <p>三、增列「鈣」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

<p>6.可溶性鹽：</p> <p><u>碳酸鎂</u>：-</p> <p><u>氫氧化鎂碳酸鹽</u>：取本品2 g，精確稱定，加正丙醇：水(1:1, v/v)溶液100 mL混勻，邊攪拌邊加熱至沸點，放冷至室溫，加水定容至100 mL，過濾，取濾液50 mL，置於水浴上蒸乾後，再於105°C乾燥1小時，冷卻後稱重，其殘渣重量不得超過10 mg (1.0%以下)。</p> <p>7.鈣：</p> <p><u>碳酸鎂</u>：取本品1 g，精確稱定，溶於硫酸3 mL及水22 mL之混合液中，加入乙醇50 mL，靜置隔夜。如有硫酸鎂結晶析出，則加熱至50°C溶解之。經已知重量古氏坩堝過濾後，以乙醇：稀硫酸(10%) (2:1, v/v)溶液洗滌沉澱物數次，再於450 ± 25°C熾灼至恆重，冷卻後稱重。所得之硫酸鈣重量，乘以0.294，即為相當於檢品中鈣之含量，其含量應在0.4%以下。</p> <p><u>氫氧化鎂碳酸鹽</u>：取本品1 g，精確稱定，溶於硫酸3 mL及水22 mL之混合液中，加入乙醇50 mL，靜置隔夜。如有硫酸鎂結晶析出，則加熱至50°C溶解之。取一內含石綿墊之古氏坩堝，預先以稀硫酸(10%)、水及乙醇依序清洗，再燒灼後稱重，將上述溶液經此坩堝過濾，並以乙醇：稀硫酸(10%) (2:1, v/v)溶液清洗石棉墊上之結晶物數次，再於450 ± 25°C熾灼至恆重，冷卻後稱重。所得之硫酸鈣重量，乘以0.2944，即為相當於檢品中鈣之含量，其含量應在1.0%以下。</p> <p>8.鉛：取本品0.5 g，按照<u>衛生福利部</u>公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。</p> <p>9.砷：取本品0.5 g，按照<u>衛生福利</u></p>	<p>溶解，加水250 mL及酒石酸試液(1→5) 5 mL後再加三羥基代三乙胺試液(triethanolamine T.S.)(3→10) 10 mL及<u>氫氧化鉀</u>試液(1→2) 10 mL，放置5分鐘後，加NN試藥0.1 g為指示劑，以0.01M<u>乙烯二胺四醋酸二鈉</u>液滴定至液色由紅紫色變成藍色，以<u>氧化鈣(CaO)</u>計，應在0.60%以下。另作空白試驗校正之。每mL之0.01M<u>乙烯二胺四醋酸二鈉</u>相當於0.5608 mg之CaO。</p> <p>9.砷：取本品0.25 g，加<u>稀鹽酸</u>(1→4) 5 mL溶解，作為檢品溶液，按照<u>砷檢查第I法(附錄A-8)</u>檢查之，其所含砷(以As₂O₃計)應在4 ppm以下。</p> <p>10.鉛：取本品1.0 g，溶於<u>稀鹽酸</u>試液10 mL，按照<u>鉛試驗法(附錄A-24)</u>試驗之，其所含鉛(Pb)應在10 ppm以下。</p> <p>11.可溶性鹽：取本品2.0 g，加<u>正丙醇</u>：水(1:1)混合液100 mL混勻，以攪拌石攪拌加熱至沸點，放冷至室溫，加水定容至100 mL，過濾，分取濾液50 mL，置水浴上蒸乾，於105°C烘乾1小時，稱重，其殘渣重量不得超過10 mg。</p> <p>12.含量測定：取本品約1 g，精確稱定，溶於1N<u>硫酸</u>液30.0 mL，以<u>溴酚藍</u>試液2~3滴為指示劑，用1N<u>氫氧化鈉</u>液滴定過量之硫酸。每mL之1N硫酸相當於20.16 mg之MgO。</p>
---	--

部公告「重金屬檢驗方法總則」
進行分析，其所含砷(以As₂O₃計)
應在4 mg/kg以下。

10.含量測定：

碳酸鎂：取本品約 1 g，精確稱定，精確加入 1 N 硫酸液 50 mL 溶解，以甲基橙試液 2~3 滴為指示劑，用 1 N 氢氧化鈉液滴定過量之硫酸。由所消耗之 1 N 硫酸液體積(mL)，減去所取樣之檢品中鈣含量之相對應 1 N 硫酸液體積(mL)，即得檢品中鎂之含量。每 mL 之 1 N 硫酸液相當於 12.16 mg 之 Mg 及 20.04 mg 之 Ca。

氫氧化鎂碳酸鹽：取本品約 1 g，精確稱定，精確加入 1 N 硫酸液 30 mL 溶解，以甲基橙試液 2~3 滴為指示劑，用 1 N 氢氧化鈉液滴定過量之硫酸。由所消耗之 1 N 硫酸液體積(mL)，減去所取樣之檢品中氧化鈣含量^(註)之相對應 1 N 硫酸液體積(mL)，即得檢品中氧化鎂之含量。每 mL 之 1 N 硫酸液相當於 20.15 mg 之 MgO 及 28.04 mg 之 CaO。

註：檢品中氧化鈣含量可由檢品中鈣含量乘上 1.4 而得。

參考文獻：

1. FAO. 2006. Magnesium carbonate monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.
[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-257.pdf]

2. FAO. 2006. Magnesium hydroxide carbonate monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.
[http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-263.pdf]

3. United States Pharmacopeial Convention, Inc. 2014. Magnesium

<p><u>Carbonate. Food Chemical Codex</u> <u>9. p. 717. United States</u> <u>Pharmacopeial Convention, Inc.</u> <u>Rockville, MD, USA.</u></p> <p><u>4. United States Pharmacopeial</u> <u>Convention, Inc. 2014. Magnesium</u> <u>Hydroxide. Food Chemical Codex</u> <u>9. pp. 719-720. United States</u> <u>Pharmacopeial Convention, Inc.</u> <u>Rockville, MD, USA.</u></p>		
--	--	--