

食品添加物規格檢驗方法—D-木糖醇修正總說明

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九月二十九日衛授食字第一〇九一三〇二〇〇六號令修正「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、第三條附表二中木糖醇之規格標準，爰修正「食品添加物規格檢驗方法—D-木糖醇」，名稱並修正為「食品添加物規格檢驗方法—木糖醇」，其修正要點如下：

- 一、修正中英文名稱。
- 二、修正「結構式」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「還原糖」及「含量測定」。
- 三、刪除「熔融溫度」、「液性」、「溶解度」、「砷」、「重金屬」、「乾燥減重」及「熾灼殘渣」。
- 四、增列「水分」、「硫酸灰分」、「鎳」、「其他多元醇」、「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—D-木糖醇修正對照表

修正名稱	現行名稱	說明
木糖醇 Xylitol	D-木糖醇 D-Xylitol	修正中英文名稱。
修正規定	現行規定	說明
<p>§ 07089 § 11-1-003</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>分子式：$C_5H_{12}O_5$ 分子量：152.15</p> <p>1.含量：本品所含$C_5H_{12}O_5$按乾品計算，應為<u>98.5~101.0%</u>。</p> <p>2.外觀：本品為白色結晶性粉末，幾乎無臭。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)溶解度：本品極易溶於水；略溶於酒精。</p> <p>(2)熔點：本品之熔點溫度範圍為<u>92~96°C</u> (附錄A-12)。</p> <p>(3)紅外線吸收：本品以溴化鉀分散後之紅外線光譜應與標準品相符。</p> <p>4.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<u>0.5%以下</u>。</p> <p>5.硫酸灰分：取本品2 g，加稀硫酸使其完全濕潤，按照熾灼殘渣檢查法(附錄A-4)檢查之，於<u>800 ± 25°C</u>熾灼15分鐘，必要時延長熾灼時間，使完全灰化，其所遺留殘渣不得超過<u>0.1%</u>。</p> <p>6.鎳：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，其所含鎳(Ni)應在<u>2 mg/kg</u>以下。</p> <p>7.還原糖：取本品0.5 g，精確稱定，置於10 mL圓底燒瓶，加水2 mL溶解，供作檢品溶液；另取右旋葡萄糖溶液(0.5 mg/mL) 2 mL置於另一圓底燒瓶，各加鹼性酒石酸銅試液2 mL，並加熱至沸騰後冷卻。檢</p>	<p>§ 07089 § 11-1-003</p> <div style="text-align: center;"> </div> <p>分子式：$C_5H_{12}O_5$ 分子量：152.15</p> <p>1.含量：本品所含$C_5H_{12}O_5$按乾品計算，應在<u>98.5%以上</u>。</p> <p>2.外觀：本品為白色結晶性粉末，幾無臭，具甜味。</p> <p>3.鑑別：</p> <p>(1)本品5 g加鹽酸·甲醛(1:1) 10 mL，於50°C反應2小時，加酒精25 mL，產生結晶，取結晶加水10 mL，加熱溶解，再加酒精50 mL，使其再結晶，過濾以分離結晶，使用酒精重複進行再結晶兩次，取其結晶於105°C下乾燥2小時，此結晶之熔點在<u>195~201°C</u>。</p> <p>(2)取本品1 mg與溴化鉀300 mg混合，其紅外線吸收光譜(IR)之最大吸收波長應與FCC(Food Chemicals Codex)木糖醇標準品相同，若不相同，則再將本品與標準品溶解於一適當溶液，蒸發乾涸，其殘留物重複相同的試驗，以觀察是否有吸收峰之增加。</p> <p>4.熔融溫度：本品之熔融溫度為<u>92~96°C</u> (附錄A-12)。</p> <p>5.液性：本品水溶液(1→10)之pH值應為<u>5~7</u>。</p> <p>6.溶解度：本品極易溶解於水(約1.6 g/mL)，略溶於乙醇。</p> <p>7.砷：取本品0.5 g，溶於水5 mL，按照砷檢查第I-1法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以As_2O_3計)應在<u>2 ppm</u>以下。</p>	<p>一、修正「結構式」、「含量」、「外觀」、「鑑別」、「還原糖」及「含量測定」。</p> <p>二、刪除「熔融溫度」、「液性」、「溶解度」、「砷」、「重金屬」、「乾燥減重」及「熾灼殘渣」。</p> <p>三、增列「水分」、「硫酸灰分」、「鎳」、「其他多元醇」、「鉛」及「參考文獻」。</p> <p>四、增修訂部分文字。</p>

品溶液產生紅棕色沈澱不得較右旋葡萄糖溶液混濁，即其所含還原糖應在0.2%以下。

8.其他多元醇：按照「含量測定」進行操作，由其計算式求出檢品中L-阿拉伯糖醇(L-arabinitol)、半乳糖醇(galactitol)、甘露醇(mannitol)及山梨醇(sorbitol)之含量。檢品中四者之總含量應在1.0%以下。

9.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1 mg/kg以下。

10.含量測定：利用氣相層析法測定檢體中木糖醇之含量(%)。

(1)內部標準溶液之配製：

取赤藻糖醇(erythritol)約0.5 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至25 mL，供作內部標準溶液。

(2)標準溶液之配製：

取L-阿拉伯糖醇、半乳糖醇、甘露醇及山梨醇標準品各約25 mg，精確稱定，置於100 mL定量瓶中，以去離子水溶解並定容至100 mL，混合均勻。精確量取適量上述溶液，並加入適量木糖醇標準品(USP或同級品)，以去離子水溶解並稀釋至約49 mg/mL，供作標準溶液。

(3)檢品溶液之調製：

取本品5 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至100 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 mL，分別置於100 mL圓底燒瓶中，加入內部標準溶液各1 mL，於60°C水浴中蒸發至乾。殘渣以吡啶(pyridine) 1 mL溶解，加入乙酐(acetic anhydride) 1 mL，煮沸迴流1小時使完全乙酐化。精確量取衍生化檢品溶液及衍生化標準溶液各1 µL，分別注入氣相層析儀中，

8.重金屬：取本品4 g溶於水25 mL振搖混合，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5 ppm以下。

9.乾燥減重：取本品0.5 g於五氧化二磷減壓乾燥器80°C乾燥4小時後，其減失重量不得超過0.5%(附錄A-3)。

10.熾灼殘渣：取預經五氧化二磷減壓乾燥器80°C乾燥4小時之本品2.0 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0.1%。

11.還原糖：取本品0.5 g，精確稱定，置於10 mL圓底燒瓶，加水2 mL使其溶解，作為檢品溶液；另取右旋葡萄糖溶液(0.5 mg/mL) 2 mL置於另一圓底燒瓶，各加菲林試液1 mL，並加熱至沸騰後冷卻。右旋葡萄糖溶液會產生紅棕色沈澱，並較檢品溶液混濁，其所含還原糖應在0.2%以下。

12.含量測定：

(1)內部標準溶液調製：

取十八烷0.5 g以正庚烷溶解稀釋至25 mL。

(2)標準品溶液調製：

取FCC木糖醇標準品約0.05 g，精確稱定，置於25 mL容量瓶中，加吡啶1 mL，於蒸氣浴中加熱使其溶解。冷卻至室溫，加六甲基二矽氮烷0.2 mL及三甲基氯化矽0.1 mL，於室溫靜置30分鐘，加內部標準品溶液5 mL並以正庚烷稀釋至25 mL。

(3)檢品溶液之調製：

取預經五氧化二磷減壓乾燥器80°C乾燥4小時之本品約0.05 g，精確稱定，置於25 mL容量瓶中，加吡啶1 mL，於蒸氣浴中加熱使其溶解。冷卻至室溫，加六甲基二矽氮烷0.2 mL及三甲基氯化矽0.1 mL，於室溫靜置30分鐘，加內部

依下列條件進行氣相層析，就檢品溶液與標準品溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之(相對滯留時間：赤藻糖醇為1.0，L-阿拉伯糖醇約為2.77，木糖醇約為3.90，半乳糖醇約為6.96，甘露醇約為7.63，山梨糖醇約為8.43)，並依下列計算式求出檢品中木糖醇之含量(%)：

$$\text{檢品中木糖醇之含量(\%)} = \frac{W_s}{W_u [100 - \text{水分(\%)}]} \times \frac{R_u}{R_s} \times 10^4$$

W_s ：標準品之取樣量(g)

W_u ：檢品之取樣重(g)

R_u ：檢品溶液中木糖醇衍生物波峰面積與內標赤藻糖醇衍生物波峰面積之比值

R_s ：標準溶液中木糖醇衍生物波峰面積與內標赤藻糖醇衍生物波峰面積之比值

氣相層析測定條件^(註)：

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

層析管：Chromosorb W-HP上覆被有OV-225或同級品，並充填於內徑2 mm × 2 m之玻璃管柱。

層析管溫度：200°C。

檢出器溫度：250°C。

注入器溫度：250°C。

移動相氣體及流速：氮氣，30 mL/min。

注入量：1 μL。

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。

參考文獻：

FAO. 2006. Xylitol monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. [http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-491.pdf]

標準品溶液5 mL並以正庚烷稀釋至25 mL，作為檢品溶液。

(4)定量：

標準溶液及檢品溶液各取10 μL，以氣相層析儀檢測，就檢品溶液所得波峰之滯留時間分別與標準品溶液比較鑑別之，並依下式計算檢品木糖醇之含量。

木糖醇之含量

$$= \frac{\frac{a_x}{A_x}}{\frac{a_0}{A_0}} \times \frac{W_0}{W_x} \times 100 (\%)$$

A_x ：標準品溶液中木糖醇之波峰面積

A_0 ：標準品溶液中十八烷之波峰面積

a_x ：檢品溶液中木糖醇之波峰面積

a_0 ：檢品溶液中十八烷之波峰面積

W_0 ：標準品中木糖醇的重量

W_x ：檢品重量

氣相層析條件：

層析管：diatomaceous earth (60/80 mesh) 上覆被有 20% methyl polysiloxane gum，並填充於內徑3 mm，長度1.8 m之不銹鋼管。

檢出器：火焰光度檢出器(Flame Photometric Detector, FPD)

層析管溫度：190°C。

氣體流速：調至木糖醇之滯留時間約為13分鐘。

注入量：10 μL。