

食品添加物規格檢驗方法—附錄A 一般試驗法第十九點修正總說明

為加強食品添加物規格之管理，並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諮詢，由中央主管機關定之」，本次主要係修正「煤焦色素鋁麗基試驗法」中「水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽」，爰修正「食品添加物規格檢驗方法—附錄A 一般試驗法」第十九點。

食品添加物規格檢驗方法—附錄A 一般試驗法第 十九點修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p>19. 煤焦色素鋁麗基試驗法：</p> <p>(1) 鹽酸及氨水不溶物： 先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135°C乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。精確稱取檢品約2 g，加水20 mL混合後，加鹽酸20 mL充分攪勻，再加熱水300 mL充分振搖混合。蓋上錶玻璃，於水浴上加熱30分鐘後，放冷，上清液先濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，不溶物再用水約300 mL移入過濾器，以每次5 mL之水洗滌二次，再以1%氨水洗至洗液殆無色為止。繼以稀鹽酸(1→35) 10 mL洗滌，再以水洗至洗液滴加硝酸銀試液不再呈白濁反應為止。玻璃過濾器於135°C乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。</p> <p>(2) 水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽： <u>取檢品約10 g，精確稱定，置於400 mL燒杯中，精確加入水250 mL，攪拌以濕潤檢品，並偶爾攪拌30分鐘後，過濾，取濾液供作檢品溶液。</u></p> <p>①氯化物： 精確量取檢品溶液50 mL，加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL(氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。 $\text{NaCl } (\%) = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{250}{50} \times 100$ </p> <p>a：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數 $a_0 : \text{空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數}$</p> <p>②硫酸鹽： 精確量取檢品溶液50 mL，以水稀釋至300 mL，加入過量鹽酸1 mL使其酸化。將此溶液加熱至沸騰並於攪拌下逐滴加入過量0.25 N氯化鉀溶液，於加熱板</p>	<p>19. 煤焦色素鋁麗基試驗法：</p> <p>(1) 鹽酸及氨水不溶物： 先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135°C乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。精確稱取檢品約2 g，加水20 mL混合後，加鹽酸20 mL充分攪勻，再加熱水300 mL充分振搖混合。蓋上錶玻璃，於水浴上加熱30分鐘後，放冷，上清液先濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，不溶物再用水約300 mL移入過濾器，以每次5 mL之水洗滌二次，再以1%氨水洗至洗液殆無色為止。繼以稀鹽酸(1→35) 10 mL洗滌，再以水洗至洗液滴加硝酸銀試液不再呈白濁反應為止。玻璃過濾器於135°C乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。</p> <p>(2) 水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽： <u>精確稱取檢品約2 g，置三角燒瓶中，正確加入水200 mL，時時振搖混合30分鐘後，用乾燥濾紙過濾。若濾液著色時，加活性碳2 g，充分振搖混合後，加蓋，時時振搖混合放置1小時，用乾燥濾紙過濾。所得無色濾液作為檢品溶液。若濾液非無色時，須更換活性碳重新操作。</u></p> <p>①氯化物： 精確量取檢品溶液50 mL，加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL(氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。 $\text{NaCl量} = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200}{50} \times 100(\%)$ </p> <p>a：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數 $a_0 : \text{空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數}$</p> <p>②硫酸鹽： 精確量取檢品溶液50 mL，以水稀釋至300 mL，加入過量鹽酸1 mL使其酸化。將此溶液加熱至沸騰並於攪拌下逐滴加入過量0.25 N氯化鉀溶液，於加熱板</p>	修正「煤焦色素鋁麗基試驗法」中「水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽」。

<p>上靜置4小時或於室溫下放至隔夜。將混合物加熱至約80°C並使沉澱物沉降，過濾出硫酸鋇沉澱物，以熱水洗淨，並於已知重量之坩堝中乾燥至恆重(a)。另作一空白試驗校正之(a₀)。</p> $\text{Na}_2\text{SO}_4 (\%) = \frac{(a - a_0) \times 0.6086}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{250}{50} \times 100$ <p>a：檢品溶液所產生硫酸鋇沉澱物之重量(g)</p> <p>a₀：空白試驗所產生硫酸鋇沉澱物之重量(g)</p> <p>(3) 砷：</p> <p>取檢品0.25 g，置白金、石英或瓷製坩堝中，加硝酸鎂·乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450~550°C強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之，但酸性氯化亞錫試液改用10 mL，無砷鋅粉改用4 g。</p> <p>(4) 重金屬：</p> <p>取檢品2.5 g，置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450~550°C強熱熾灼3小時後，放冷，加鹽酸5 mL及硝酸1 mL，將殘渣充分溶解，放冷，以定量分析用濾紙過濾，容器及濾紙上之殘留誤以稀鹽酸(1→4) 5 mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。</p> <p>①鐵：</p> <p>精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，</p>	<p>精確量取檢品溶液25 mL，加無水酒精25 mL搖勻，再加四羥基醌二鈉·氯化鈣混合試藥0.4 g溶解，持續振搖混合下以氯化鋯標準溶液滴定至液呈紫紅色，如終點不易觀察時，可由側方以燈光照射觀察，另作一空白試校正之。</p> $\text{Na}_2\text{SO}_4 \text{量} = \frac{(a - a_0) \times k}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200}{50} \times 100(\%)$ <p>a：檢品溶液所消耗氯化鋯標準溶液之mL數。</p> <p>a₀：空白試驗所消氯化鋯標準溶液之mL數。</p> <p>k：氯化鋯標準溶液1 mL相當於硫酸銨(Na₂SO₄)之g數。</p> <p>(3) 砷：</p> <p>取檢品0.25 g，置白金、石英或瓷製坩堝中，加硝酸鎂·乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450~550°C強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之，但酸性氯化亞錫試液改用10 mL，無砷鋅粉改用4 g。</p> <p>(4) 重金屬：</p> <p>取檢品2.5 g，置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450~550°C強熱熾灼3小時後，放冷，加鹽酸5 mL及硝酸1 mL，將殘渣充分溶解，放冷，以定量分析用濾紙過濾，容器及濾紙上之殘留誤以稀鹽酸(1→4) 5 mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。</p> <p>①鐵：</p> <p>精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，</p>
--	--

<p>析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。</p> <p>原子吸收分析測定條件：</p> <p>光源燈管：鐵中空陰極射線管。</p> <p>測定波長：248.3 nm。</p> <p>助然性氣體：空氣。</p> <p>可然性氣體：乙炔。</p> <p>②鋅：</p> <p>精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL作為鋅檢液。另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸收分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。</p> <p>原子吸收分析測定條件：</p> <p>光源燈管：鐵中空陰極射線管。</p> <p>測定波長：248.3 nm。</p> <p>助然性氣體：空氣。</p> <p>可然性氣體：乙炔。</p> <p>③其他重金屬：</p> <p>量取檢品溶液20 mL，置50 mL納氏管中，以醋酸銨溶液(1→10)調整其pH值至約4後，再加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL，置另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘。然後將兩管並立紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。</p> <p>(5) 銀：</p> <p>精確稱取檢品約1 g，置白金製坩堝中，加少量硫酸潤濕，用小火熾灼至充分碳化，放冷，再加硫酸1 mL，小心加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450～550°C強熱熾灼3小時。冷後，加無水碳酸鈉5 g充分混合，加蓋並加熱至熔融。繼續加熱10分鐘。冷後，加水20 mL，於水浴上加熱使熔融物溶解。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水洗至洗液不再呈硫酸鹽反應，濾紙及殘留物一併移入燒杯中，加稀鹽酸(1→4) 30 mL，充分振搖</p>	<p>加鐵標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸收分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。</p> <p>原子吸收分析測定條件：</p> <p>光源燈管：鐵中空陰極射線管。</p> <p>測定波長：248.3 nm。</p> <p>助然性氣體：空氣。</p> <p>可然性氣體：乙炔。</p> <p>②鋅：</p> <p>精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL作為鋅檢液。另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸收分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。</p> <p>原子吸收分析測定條件：</p> <p>光源燈管：鋅中空陰極射線管。</p> <p>測定波長：213.9 nm。</p> <p>助然性氣體：空氣。</p> <p>可然性氣體：乙炔或氫氣。</p> <p>③其他重金屬：</p> <p>量取檢品溶液20 mL，置50 mL納氏管中，以醋酸銨溶液(1→10)調整其pH值至約4後，再加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL，置另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘。然後將兩管並立紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。</p> <p>(5) 銀：</p> <p>精確稱取檢品約1 g，置白金製坩堝中，加少量硫酸潤濕，用小火熾灼至充分碳化，放冷，再加硫酸1 mL，小心加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450～550°C強熱熾灼3小時。冷後，加無水碳酸鈉5 g充分混合，加蓋並加熱至熔融。繼續加熱10分鐘。冷後，加水20 mL，於水浴上加熱使熔融物溶解。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水洗至洗液不再呈硫酸鹽反應，濾紙及殘留物一併移入燒杯中，加稀鹽酸(1→4) 30 mL，充分振搖</p>
---	---

<p>混合後煮沸。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水10 mL洗滌，合併洗液與濾液，於水浴上蒸發乾涸。殘留物加水5 mL溶解，必要時過濾，再加水使成10 mL，加稀鹽酸(1→4) 0.1 mL，充分混合後，再加稀硫酸(1→20) 1 mL混合，放置10分鐘時不得混濁。</p> <p>(6) 其他色素：</p> <p>①取相當於含色素酸0.10 g之檢品，加稀醋酸(1→3) 60 mL，加熱至沸騰後，放冷，加丙酮至100 mL，充分混合，取上清液供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μL，用正丁醇：1%氨水：無水酒精(6:3:2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。</p> <p>②準用①法，但稀醋酸(1→3)改用1%氨水，而展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1:1)，進行濾紙層析操作。</p> <p>③取相當於含色素酸50 mg之檢品，以下準用①法。</p> <p>④準用①法，但稀醋酸(1→3)改用稀醋酸(1→20)。</p> <p>(7) 含量測定法：</p> <p>①精確稱取正文規定量之檢品，置於500 mL廣口瓶中，加稀硫酸(1→20) 20mL，充分振搖混合後，加熱水50 mL，並加熱溶解。再加熱水150 mL及檸檬酸鈉15 g，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定，終點為檢品之固有色消褪時。</p> <p>②準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。</p> <p>③準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。</p>	<p>濾紙上之殘留物以水洗至洗液不再呈硫酸鹽反應，濾紙及殘留物一併移入燒杯中，加稀鹽酸(1→4) 30 mL，充分振搖混合後煮沸。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水10 mL洗滌，合併洗液與濾液，於水浴上蒸發乾涸。殘留物加水5 mL溶解，必要時過濾，再加水使成10 mL，加稀鹽酸(1→4) 0.1 mL，充分混合後，再加稀硫酸(1→20) 1 mL混合，放置10分鐘時不得混濁。</p> <p>(6) 其他色素：</p> <p>①取相當於含色素酸0.10 g之檢品，加稀醋酸(1→3) 60 mL，加熱至沸騰後，放冷，加丙酮至100 mL，充分混合，取上清液供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μL，用正丁醇：1%氨水：無水酒精(6:3:2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。</p> <p>②準用①法，但稀醋酸(1→3)改用1%氨水，而展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1:1)，進行濾紙層析操作。</p> <p>③取相當於含色素酸50 mg之檢品，以下準用①法。</p> <p>④準用①法，但稀醋酸(1→3)改用稀醋酸(1→20)。</p> <p>(7) 含量測定法：</p> <p>①精確稱取正文規定量之檢品，置於500 mL廣口瓶中，加稀硫酸(1→20) 20mL，充分振搖混合後，加熱水50 mL，並加熱溶解。再加熱水150 mL及檸檬酸鈉15 g，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定，終點為檢品之固有色消褪時。</p> <p>②準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。</p> <p>③準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。</p>
---	---