

食品添加物規格檢驗方法—二氧化鈦修正總說明

「食品添加物規格檢驗方法—二氧化鈦」自八十四年六月二十三日公告訂定，曾於一百零二年九月四日公告修正。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「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」中「二氧化鈦」之規格標準，爰修正「食品添加物規格檢驗方法—二氧化鈦」，其修正要點如下：

- 一、修正「外觀」、「溶解度」、「鑑別」、「乾燥減重」、「熾灼減重」、「氧化鋁與(或)二氧化矽」、「酸可溶物」、「水可溶物」、「0.5 N鹽酸可溶物」、「汞」及「含量測定」。
- 二、增列「參考文獻」。
- 三、修訂部分文字。

食品添加物規格檢驗方法—二氧化鈦修正對照表

修正規定	現行規定	說明
§ 09030 二氧化鈦 Titanium Dioxide 分子式：TiO_2 分子量：79.88 1.含量：本品所含二氧化鈦按乾品計算應在99.0%以上(氧化鋁及二氧化矽不予計入)。 2.外觀：本品為白色至微帶色澤粉末。 3.溶解度：本品不溶於水、鹽酸、稀硫酸、酒精及其它有機溶劑；在氫氟酸及熱濃硫酸中可緩慢溶解。 4.鑑別：本品0.5 g，加入硫酸5 mL，緩緩加熱直至硫酸冒煙後冷卻。小心地加水稀釋至100 mL並過濾。取濾液5 mL，加數滴過氧化氫試液，立刻呈現橘紅色。 5.乾燥減重：本品於105°C乾燥3小時，其減失重量應在0.5%以下(附錄A-3)。 6.熾灼減重：取預經105°C乾燥3小時之本品約2.0 g，於800°C按照熾灼減重檢查法(附錄A-5)檢查之，其減失重量應在1.0%以下。 7.氧化鋁與(或)二氧化矽：取本品0.5 g，精確稱定，置於白金或鎳坩堝中，加入氫氧化鉀5 g及硼酸2 g，以噴燈加熱使其混合並完全熔化，於室溫放置。將坩堝內反應產物置於含有熱去離子水150 mL之250 mL PTFE燒杯中，攪拌以溶解殘留物。以少量熱去離子水洗滌坩堝，洗液併入燒杯中。緩緩加入鹽酸50 mL，混合後移入250 mL聚丙烯(PP)容量瓶中。以熱去離子水洗滌燒杯3次，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，作為檢品原液。以2% (w/w) 鹽酸溶液[取鹽酸(34~37%) 48 mL，緩緩加入去離子水中使成1000 mL。]稀釋檢品原液至5倍，供作檢品溶液。利用	§ 09030 二氧化鈦 Titanium Dioxide 分子式：TiO_2 分子量：79.88 1.含量：本品所含二氧化鈦按乾品計算應在99.0%以上。 2.外觀：本品為白色、無味、無臭之無定形粉末。 3.溶解度：不溶於水、鹽酸、稀硫酸、酒精及其它有機溶劑；可徐徐溶於氫氟酸及熱濃硫酸中。 4.鑑別：本品0.5 g加入硫酸5 mL，緩緩加熱至硫酸發煙，冷卻之。小心地以水稀釋至約100 mL，然後過濾。取濾液5 mL，加數滴過氧化氫試液，應立刻呈現橘紅色。 5.乾燥減重：本品於105°C乾燥3小時，其減失重量不得超過0.5%(附錄A-3)。 6.熾灼減重：取預經105°C乾燥3小時之本品約2.0 g，於800°C按照熾灼減重檢查法(附錄A-5)檢查之，其減失重量不得超過1%。 7.氧化鋁與(或)二氧化矽： (1)氧化鋁： 取檢品1 g精確稱定，加硫酸氫鈉10 g，置於高矽膠玻璃燒瓶內，於電熱板上慢慢升溫加熱，當停止潰濺並開始產生三氧化硫煙時，移入Meker燃燒頭上直火加熱，將玻璃瓶傾斜以使熔融物濃縮並集中於一邊，持續搖動直至澄清，但需防止過度加熱而使二氧化鈦沈澱。冷卻後加硫酸(1→2)25 mL，加熱直至完全溶解澄清，冷卻後加水使成120 mL，再加6.25M氫氧化鈉液65 mL，以攪拌磁石持續攪拌。另取6.25M氫氧化鈉液135 mL於500 mL容量瓶，將前液徐徐加入容量瓶內並持續攪拌，加水使成500 mL(若此操作超過2小時則需貯於聚乙烯瓶內)。完全沈澱或	一、修正「外觀」、「溶解度」、「鑑別」、「乾燥減重」、「熾灼減重」、「氧化鋁與(或)二氧化矽」、「酸可溶物」、「水可溶物」、「0.5 N 鹽酸可溶物」、「汞」及「含量測定」。 二、增列「參考文獻」。 三、修訂部分文字。

感應耦合電漿放射光譜儀(Inductively coupled plasma optical emission spectrometer, ICP-OES)，按照衛生福利部公告「重金屬檢驗方法總則」，於波長396.152 nm(鋁)及251.611 nm(矽)進行分析，並依下列計算式求出檢品中氧化鋁及二氧化矽之含量：

檢品中氧化鋁之含量(%)

$$= \frac{1.889 \times C_{Al} \times 250 \times DF}{W \times 10^4}$$

檢品中二氧化矽之含量(%)

$$= \frac{2.139 \times C_{Si} \times 250 \times DF}{W \times 10^4}$$

C_{Al} ：由標準曲線求得檢品溶液中鋁之濃度($\mu\text{g/mL}$)

C_{Si} ：由標準曲線求得檢品溶液中矽之濃度($\mu\text{g/mL}$)

DF：稀釋倍數

W：檢品之採取量(g)

氧化鋁或二氧化矽含量應在2%以下(單一或共存)。

8.酸可溶物：取本品5 g，加0.5 N鹽酸100 mL，於水浴上加熱並攪拌30分鐘，經裝有玻璃纖維濾紙之古氏坩堝過濾，殘渣再以每次0.5 N鹽酸10 mL清洗3次。合併濾液及洗液，蒸發至乾，熾灼至恆量，其量應在0.5%以下；若含鋁或矽則在1.5%以下。

9.水可溶物：同8.「酸可溶物」項流程，惟使用水取代0.5 N鹽酸，其量應在0.5%以下。

10. 0.5 N鹽酸可溶物：

(1)銻：取本品10 g，置於250 mL燒杯中，加0.5 N鹽酸50 mL，蓋上錶玻璃，於電熱板上加熱沸騰15分鐘，倒入離心瓶中，離心10~15分鐘。經Whatman 4號濾紙過濾，濾液收集於100 mL容量瓶。以熱水10 mL清洗燒杯及錶玻璃，洗液倒入離心瓶中，攪拌均勻後離心，經前面濾紙過濾，濾液併入容量瓶中。以熱水10 mL依前述步驟操作2次，洗液併入容量瓶。最後以熱

離心後，以極細濾紙過濾，濾液為檢品溶液A。

取檢品溶液A 100 mL於500 mL燒瓶中，加甲基橙試液1滴，以鹽酸溶液(1→2)使呈酸性後，再加過量3 mL。加0.02M乙烯二胺四醋酸二鈉液25 mL混勻[若已知氧化鋁含量，則可依 $(4 \times \%Al_2O_3) + 5$ 計算0.02M乙烯二胺四醋酸二鈉液添加量]。逐滴加入氫氧化銨溶液(1→5)直至顏色正好由紅色變為橙黃色，加醋酸銨緩衝液10 mL及磷酸銨緩衝液10 mL，加熱沸騰5分鐘，於水流中快速冷卻，加二甲苯酚橙試液3滴混勻。若液色呈紫色、黃褐色或粉紅色，則以醋酸調pH為5.3~5.7，若達此pH範圍而仍為粉紅色，則表示所加乙烯二胺四醋酸二鈉液量不夠，需再另取檢品溶液B 100 mL重複上述操作，而0.02M乙烯二胺四醋酸二鈉液添加取量改為50 mL。取此液以0.01M硫酸鋅液滴定之，當液色第一次呈黃褐色或粉紅色並持續5~15秒時，加氟化鈉2 g，加熱沸騰2~5分鐘，於水流下冷卻，用0.01M硫酸鋅液繼續滴定至相同之黃褐色或粉紅色。

根據滴定結果按下式計算氧化鋁含量。

$$\text{氧化鋁}(Al_2O_3)\text{之含量} = \frac{V \times T}{2 \times S}$$

V：第二階段0.01M硫酸鋅液消耗量(mL)

T：0.01M硫酸鋅液1 mL消耗量所換算含氧化鋁含量(mg)

S：檢品採取量(g)

(2)二氧化矽：

取檢品1 g，精確稱定，加硫酸氫鈉10 g，置於250 mL高矽膠玻璃燒瓶內，於Meker燃燒頭上慢慢加熱熔解，搖動並避免潰濺，直至熔解澄清，冷卻後加硫酸溶液(1→2) 25 mL，慢慢加熱直至完全溶解，冷卻後小心沿燒瓶內壁少量地緩慢

水10~15 mL清洗濾紙，合併洗液，冷卻至室溫，加水定容，供作檢品溶液。按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含銻(Sb)應在2 mg/kg以下。 (2)砷：取10.『銻』項之檢品溶液，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含砷(以As計)應在1 mg/kg以下。 (3)鎘：取10.『銻』項之檢品溶液，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含鎘(Cd)應在1 mg/kg以下。 (4)鉛：取10.『銻』項之檢品溶液，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其所含鉛(Pb)應在10 mg/kg以下。 11.汞：取本品約0.5 g，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」進行分析，其含量應在1 mg/kg以下。 12.含量測定：取7.『氧化鋁與(或)二氧化矽』項之檢品原液，以2% (w/w)鹽酸溶液[取鹽酸(34~37%) 48 mL，緩緩加入去離子水中使成1000 mL。]稀釋檢品原液至1000倍(每次稀釋倍數不得逾20倍)，供作檢品溶液。利用感應耦合電漿放射光譜儀(ICP-OES)，按照衛生福利部公告「<u>重金屬檢驗方法總則</u>」，於波長334.941nm(鈦)進行分析，並依下列計算式求出檢品中二氧化鈦之含量： $\text{檢品中二氧化鈦之含量(\%)} = \frac{1.668 \times C_{Ti} \times 250 \times DF}{W \times 10^4 \times (100 - \%LOD - \%Al_2O_3 - \%SiO_2)/100}$ C_{Ti}：由標準曲線求得檢品溶液中鈦之濃度(μg/mL) DF：稀釋倍數 W：檢品之採取量(g) %LOD：檢品之乾燥減重(%) %Al_2O_3：檢品中氧化鋁之含量(%) %SiO_2：檢品中二氧化矽之含量(%)	加水150 mL，時時搖動以避免過熱濺出。冷卻後以無灰濾紙過濾，以硫酸溶液(1→10)將燒瓶內所有矽膠洗至濾紙上，濾紙置入白金坩堝中於烘箱內120°C乾燥，於本生燈上碳化後移入灰化爐以1000°C灰化30分鐘，取出於乾燥箱中冷卻並稱重。加硫酸溶液(1→2)2滴及鹽酸5 mL，置於電熱板上徐徐加熱以移去氫氟酸，再以本生燈加熱以移去硫酸至乾，避免噴濺。於1000°C熾灼10分鐘，取出於乾燥箱中冷卻並稱重。兩次重量之差即為二氧化矽之含量。 氧化鋁或二氧化矽總量應在2.0%以下。 8.酸可溶物：本品5 g加0.5N鹽酸100 mL，於水浴上加熱並攪拌30分鐘，經含第一層中-粗石棉，第二層濾紙及第三層細石棉過濾層之過濾坩堝過濾，以每次0.5N鹽酸10 mL洗過濾層3次。合併濾液及洗液，蒸發至乾，熾灼至恆量，其量不得超過0.5%；若含鋁或矽則在1.5%以下。 9.水可溶物：取本品4 g溶於水50 mL，混勻，靜置隔夜，移入200 mL容量瓶，加氯化銨試液2 mL，混勻，若二氧化鈦無法沈澱，再加氯化銨試液2 mL，使靜置沈澱。加水使成200 mL，混勻，經二層厚濾紙過濾，捨棄初濾液10 mL，再收集澄清濾液100 mL置入已稱重之白金坩堝，蒸乾後熾灼，其遺留殘渣不得超過0.5%。 10. 0.5 N鹽酸可溶物： (1)銻：取酒石酸鉀銻274.28 mg溶於6N鹽酸使成100 mL為銻標準原液。此液1 mL含銻(Sb) 1 mg。量取銻標準原液2 mL加6N鹽酸稀釋使成100 mL。取此液1 mL置於分液漏斗中，加氯化汞溶液25 mL及12N鹽酸25 mL作為銻標準溶液，	
---	---	--

參考文獻： <u>Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. 2012. Monograph 13. Titanium dioxide. Compendium of Food Additive Specifications.</u> [https://www.fao.org/3/cd0087en/cd0087en.pdf]	<u>使用前配製。</u> 取本品10 g置於250 mL燒杯中，加0.5N熱鹽酸50 mL，蓋住燒杯，加熱沸騰並持續攪拌15分鐘，離熱後靜置數秒鐘使沈澱，經預先以0.5N鹽酸洗過之Whatman 42號及12號濾紙過濾，濾液置電熱板上加熱蒸發直至剩餘量少於20 mL，冷卻後倒入25 mL量筒，以0.5N鹽酸5 mL洗燒杯並併入量筒，以0.5N鹽酸定容至刻度，移入250 mL分液漏斗中，依序以6%氯化汞溶液25 mL及12N鹽酸25 mL洗燒杯及量筒，洗液併入分液漏斗中。加0.1N硫酸銻液1 mL，並開始計時，混搖，通入乾淨空氣，於1分鐘時加入水75 mL，混合並繼續通入空氣。於2分鐘時加1%鹽酸羥胺溶液8滴，混合並繼續通入空氣。於3分鐘時加0.2% Rhodamine B試液5 mL。加苯50 mL，振搖1分鐘，靜置90秒使分層，水層及少量有機溶液層棄之，取有機溶液層15 mL至離心瓶，高速離心1分鐘，取澄清液以水為空白液於波長565 nm偵測。另以苯為對照液校正之。於開始計時後15~20分鐘內應完成，以免顏色消褪。另取銻標準溶液按上述步驟自加0.1N硫酸銻液1 mL以下同法操作。檢品所得吸光度不得大於標準溶液之吸光度(應在2 ppm以下)。貯液管使用後需依序以稀硝酸、熱水、丙酮及苯清洗之，以免殘留顏色於管壁，影響檢測結果。 (2)砷：取本品10 g置於250 mL燒杯中，加0.5N鹽酸50 mL，蓋上錶玻璃，置電熱板上加熱沸騰15分鐘，倒入離心瓶離心10~15分鐘。經Whatman 4號濾紙過濾，濾液收集於100 mL容量瓶。以熱水10 mL洗燒瓶及錶玻璃，洗液倒入離心瓶中，攪拌均勻後離心，經前面濾紙過濾，濾液併入容量瓶中。以熱	
---	--	--

	水10 mL依前述步驟操作2次，洗液併入容量瓶。最後以熱水10～15 mL洗濾紙，合併洗液，冷卻至室溫，加水使成100 mL，作為檢品溶液。取此液30 mL按照<u>砷檢查第II法(附錄A-8)檢查之</u>，其所含砷(以As計)應在1 ppm以下。 (3)鎘：取7.『<u>砷</u>』項之檢品溶液10 mL，按照<u>鎘試驗法(附錄A-54)試驗之</u>，其所含鎘(Cd)應在1 ppm以下。 (4)鉛：取7.『<u>砷</u>』項之檢品溶液10 mL，按照<u>鉛試驗法(附錄A-24)試驗之</u>，其所含鉛(Pb)應在10 ppm以下。 11.汞：<u>精確稱取氯化汞(HgCl₂) 1.353 g，加水使成1000 mL。取此液1.0 mL，加水使成100 mL。每μL汞標準溶液含0.01 μg之Hg。取汞標準溶液0.01，0.02及0.03 μg，於1×0.5×0.1cm之石棉片上，預先以800℃熾灼1小時後，置入汞蒸氣測定儀之燃燒管中，以細磨後之無汞無水碳酸鈉1～2 g，覆蓋於石棉片上，關閉入口端，1分鐘後以氮氣通入管中，並以汞分析儀偵測其最大反應值，紀錄後繪製成檢量線。取檢品約25 mg，精確稱定，置於石棉上，同前述步驟操作，所得檢測值與檢量線比較，其含量不得超過1 ppm。</u> 12.含量測定：<u>取預經105℃乾燥3小時之本品約300 mg，精確稱定，置入250 mL燒杯中，加硫酸20 mL及硫酸銨7～8 g，混勻，於電熱板上加熱至硫酸發煙，繼續強熱加熱至完全溶解或呈矽酸物狀。冷卻後以水100 mL小心攪拌溶解，並加熱至沸騰，待不溶物沈澱後過濾，殘渣以冷稀硫酸試液仔細清洗。濾液加水稀釋至200 mL，再小心地加氨水試液10 mL使硫酸濃度降至約5%(v/v)，供作檢品溶液。</u>	
--	--	--

	<u>鋅汞合金管柱之製備：</u> <u>取20～30 mesh之鋅粒100 g置入2%氯化汞溶液100 mL中，10分鐘後氯化汞溶液棄之，鋅粒以水洗之，為鋅汞合金。</u> <u>將鋅汞合金緊密填充於塞有玻璃棉之25 cm高Jones還原管中，每次以稀硫酸100 mL洗管柱，直至洗出液100 mL不使0.1N過錳酸鉀液1滴顏色消褪為止。</u> <u>將硫酸銨鐵試液50 mL置於500 mL抽氣瓶中，滴加0.1N過錳酸鉀液直至淡粉紅色持續5分鐘，將鋅汞合金管柱接於抽氣瓶口。倒入稀硫酸50 mL調整流速每分鐘30 mL洗管柱，將檢品溶液依相同流速倒入管柱，再依序以稀硫酸試液及水各100 mL沖提之，沖提時將沖提液先留在管柱上方，再逐漸打開抽氣開關，以沖洗管柱出口及接收瓶內壁，立刻以0.1N過錳酸鉀液滴定之。另以稀硫酸(1→20) 200 mL作空白試驗。每mL 0.1N過錳酸鉀液相當於7.988 mg之TiO₂。</u>	
--	---	--