

## 食品添加物規格檢驗方法-D-甘露醇修正總說明

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」，已於九十九年十月二十日訂定「食品添加物規格檢驗方法-D-甘露醇」，惟經測試「薄層層析法」中呈色液無法完全溶解，爰參考 JECFA 修正「食品添加物規格檢驗方法-D-甘露醇」，其修正要點如下：

- 一、修正「薄層層析法」、「鎳」、「鉛」、「熾灼殘渣」及「含量測定」。
- 二、增列「參考文獻」。
- 三、增修訂部分文字。

## 食品添加物規格檢驗方法—D-甘露醇修正對照表

修正規定	現行規定	說明
<p><b>§07090</b> <b>§11-1-006</b></p>  <p>分子式：<math>C_6H_{14}O_6</math> 分子量：182.17</p> <p>1.含量：本品所含<math>C_6H_{14}O_6</math>按乾品計算，應為96.0~102.0%。</p> <p>2.外觀及性狀：本品為白色結晶粉末，無臭，具清涼甜味。</p> <p>3.溶解度：本品溶於水，極微溶於乙醇，幾不溶於乙醚。</p> <p>4.熔融溫度：本品按照熔融溫度測定法(附錄A-12)測定之，其熔融溫度應為164~169°C。</p> <p>5.薄層層析法：取本品50 mg溶於水20 mL，供作檢品溶液。另取甘露醇標準品50 mg溶於水20 mL，供作標準溶液。分別取檢品溶液及標準溶液各10 <math>\mu</math>L，點於矽膠(silica gel)薄層層析板上，風乾後，以<u>丙醇：乙酸乙酯：水(70:20:10, v/v/v)</u>溶液為展開液，進行薄層層析。展開至高度17 cm後，取出層析板，風乾，先噴以4-氨基苯甲酸試液(4-aminobenzoic acid T. S.) [取4-氨基苯甲酸 (<math>C_7H_7NO_2</math>) 1 g溶於乙酸18 mL、水20 mL及磷酸1 mL之溶液中，臨用時配製]；丙酮(2:3, v/v)溶液，於100°C加熱15分鐘，再噴以0.2% (w/v)過碘酸鈉溶液，並於100°C加熱15分鐘，就檢品溶液在層析板上所得主要斑點之位置、顏色及大小，與標準溶液比較鑑別之。</p> <p>6. pH值：取本品10% (w/v)水溶液10 mL，加入氯化鉀飽和溶液0.5 mL，其pH值應為5~8。</p> <p>7.比旋光度：取本品2.0 g，精確稱定，加入四硼酸鈉(disodium tetraborate) 2.6 g，溶於30°C水20</p>	<p><b>§07090</b> <b>§11-1-006</b></p>  <p>分子式：<math>C_6H_{14}O_6</math> 分子量：182.17</p> <p>1.含量：本品所含<math>C_6H_{14}O_6</math>按乾品計算，應為96.0~102.0%。</p> <p>2.外觀及性狀：本品為白色結晶粉末，無臭，具清涼甜味。</p> <p>3.溶解度：本品溶於水，極微溶於乙醇，幾不溶於乙醚。</p> <p>4.熔融溫度：本品按照熔融溫度測定法(附錄A-12)測定之，其熔融溫度應為164~169°C。</p> <p>5.薄層層析法：取本品50 mg溶於水20 mL，供作檢品溶液。另取甘露醇標準品50 mg溶於水20 mL，供作標準溶液。分別取檢品溶液及標準溶液各5 <math>\mu</math>L，點於矽膠(silica gel G)薄層層析板上，風乾後，以<u>氯仿：丙酮：5N氨水(10:80:10, v/v/v)</u>溶液為展開液，進行薄層層析。展開後，取出層析板，風乾，噴以1%醋酸鉛之甲苯溶液，於110°C加熱5分鐘，與標準溶液比較鑑別之，棕色背景上應呈白點狀。</p> <p>6. pH值：取本品10%水溶液10 mL，加入氯化鉀飽和溶液0.5 mL，其pH值應為5~8。</p> <p>7.比旋光度：取本2.0 g，精確稱定，加入四硼酸鈉(disodium tetraborate) 2.6 g，溶於30°C水20 mL中，持續振搖15~30分鐘，以水稀釋至25 mL，按照旋光度測定法(附錄A-11)測定之，其比旋光度應為<math>[\alpha]_D^{20} = +23 \sim +25^\circ</math>。</p> <p>8.氯化物：取本品10 g，按照氯化物檢查法(附錄A-1)檢查之，如起混濁，不得較0.01 N鹽酸液2 mL之對照試驗所起者為濃(以Cl計，</p>	<p>一、修正「薄層層析法」、「鎳」、「鉛」、「熾灼殘渣」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>

mL中，持續振搖15~30分鐘，以水稀釋至25 mL，按照旋光度測定法(附錄A-11)測定之，其比旋光度應為 $[\alpha]_D^{20} = +23 \sim +25^\circ$ 。

**8.氯化物：**取本品 10 g，按照氯化物檢查法(附錄 A-1)檢查之，如起混濁，不得較 0.01 N 鹽酸液 2 mL 之對照試驗所起者為濃(以 Cl 計，70 mg/kg 以下)。

**9.硫酸鹽：**取本品 10 g，按照硫酸鹽檢查法(附錄 A-2)檢查之，如起混濁，不得較 0.01 N 硫酸液 2 mL 之對照試驗所起者為濃(以  $SO_4$  計，100 mg/kg 以下)。

**10.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 2 mg/kg 以下。

**11.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。

**12.還原糖：**取本品 7 g 溶於水 35 mL，置於 400 mL 燒杯中，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各 25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於 4 分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加熱正好 2 分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥 30 分鐘之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇 10 mL 及乙醚 10 mL 清洗，最後於 100°C 乾燥 30 分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過 50 mg (以葡萄糖計，其量應在 0.3% 以下)。

**13.醣類：**取本品 2.1 g，置於 250 mL 燒瓶中，加 0.1 N 鹽酸溶液 40 mL，接上冷凝管，迴流加熱 4 小時，將溶液移入 400 mL 燒杯中，以水 10 mL 潤洗燒瓶，合併洗液，以 6 N 氫氧化鈉溶液中和後，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各 25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於 4 分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加

70 mg/kg 以下)。

**9.硫酸鹽：**取本品 10 g，按照硫酸鹽檢查法(附錄 A-2)檢查之，如起混濁，不得較 0.01 N 硫酸液 2 mL 之對照試驗所起者為濃(以  $SO_4$  計，100 mg/kg 以下)。

**10.鎳：**取本品 2.5 g，按照鎳試驗法(附錄 A-55)試驗之，其所含鎳(Ni)應在 2 mg/kg 以下。

**11.鉛：**取本品 1.0 g，按照鉛試驗法(附錄 A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在 1 mg/kg 以下。

**12.還原糖：**取本品 7 g 溶於水 35 mL，置於 400 mL 燒杯中，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各 25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於 4 分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加熱正好 2 分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥 30 分鐘之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇 10 mL 及乙醚 10 mL 清洗，最後於 100°C 乾燥 30 分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過 50 mg (以葡萄糖計，其量應在 0.3% 以下)。

**13.醣類：**取本品 2.1 g，置於 250 mL 燒瓶中，加 0.1 N 鹽酸溶液 40 mL，接上冷凝管，迴流加熱 4 小時，將溶液移入 400 mL 燒杯中，以水 10 mL 潤洗燒瓶，合併洗液，以 6 N 氫氧化鈉溶液中和後，加硫酸銅試液及鹼性酒石酸銅試液各 25 mL，蓋上玻蓋，加熱使溶液約於 4 分鐘時開始沸騰，繼續沸騰加熱正好 2 分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥 30 分鐘之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇 10 mL 及乙醚 10 mL 清洗，最後於 100°C 乾燥 30 分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過 50 mg (以葡萄糖計，其量應在 1.0% 以下)。

**14.乾燥減重：**取本品 1.0 g，按照

熱正好 2 分鐘，所生成之氧化亞銅沉澱，以預經熱水、乙醇及乙醚清洗並於 100°C 乾燥 30 分鐘之已知重量古氏坩鍋過濾，再依序以熱水、乙醇 10 mL 及乙醚 10 mL 清洗，最後於 100°C 乾燥 30 分鐘，所得之氧化亞銅重量不得超過 50 mg (以葡萄糖計，其量應在 1.0% 以下)。

**14. 乾燥減重：**取本品 1.0 g，按照乾燥減重檢查法(附錄 A-3)檢查之，於 105°C，乾燥 4 小時，其減失重量應在 0.3% 以下。

**15. 熾灼殘渣(硫酸化灰分)：**取本品 2 g，置於已知重量之 50~100 mL 白金皿中，按照熾灼殘渣檢查法(附錄 A-4)檢查之，但熾灼溫度為 800 ± 25°C，其遺留殘渣不得超過 0.1%。

**16. 含量測定：**取本品 1 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 50 mL，經 0.45 μm 濾膜過濾，供作檢品溶液。另取 D-甘露醇標準品 100 mg，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 10 mL，供作標準溶液。精確量取檢品溶液及標準溶液各 20 μL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析，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 D-甘露醇之含量(%)。

$$\text{檢品中甘露醇之含量(\%)} = C \times \frac{R_u \times 5}{R_s \times M \times (1-W)}$$

C：標準溶液中 D-甘露醇之濃度 (mg/mL)

R<sub>u</sub>：檢品溶液中 D-甘露醇之波峰面積

R<sub>s</sub>：標準溶液中 D-甘露醇之波峰面積

M：檢品之採取量(g)

W：乾燥減重

高效液相層析測定條件<sup>(註)</sup>：

檢出器：折射率檢出器(refractive index detector)。

乾燥減重檢查法(附錄 A-3)檢查之，於 105°C，乾燥 4 小時，其減失重量應在 0.3% 以下。

**15. 熾灼殘渣(硫酸化灰分)：**取本品 1.5 g，置於已知重量之 50~100 mL 白金皿中，按照熾灼殘渣檢查法(附錄 A-4)檢查之，但熾灼溫度為 800 ± 25°C，其遺留殘渣不得超過 0.1%。

**16. 含量測定：**取本品 1.5 g，精確稱定，以水溶解並定容至 100 mL，供作檢品溶液。取甘露醇標準品 0.5、1.0、1.5 及 2.0 g，以水溶解並定容至 100 mL，供作標準溶液。精確量取檢品溶液及標準溶液各 20 μL，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，並依下列計算式求出檢品中甘露醇之含量。

檢品中甘露醇之含量(%) =

$$\frac{C \times V}{M(1-W)} \times 100$$

C：由標準曲線求得檢品溶液中甘露醇之濃度(mg/mL)

V：檢品稀釋之體積(mL)

M：檢品之採取量(g)

W：乾燥減重

高效液相層析測定條件

層析管：Aminex HPX 87C (calcium form)，內徑 9 mm × 30 cm 或同級品

檢出器：折射率檢出器(RI detector)

層析管溫度：85°C

移動相溶液：去離子水

移動相流速：0.5 mL/min

<p>層析管：<u>AMINEX HPX 87 C</u>，內徑9 mm × 30 cm，或同級品。</p> <p>層析管溫度：<u>85 ± 0.5°C</u>。</p> <p>移動相溶液：<u>去離子水</u>。</p> <p>移動相流速：<u>0.5 mL/min</u>。</p> <p>註：<u>上述測定條件不適時，可依所使用之儀器設定適合之測定條件。</u></p> <p>參考文獻：</p> <p><u>FAO. 2006. Mannitol monograph 1. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives.</u></p> <p><u>[<a href="http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-275.pdf">http://www.fao.org/fileadmin/user_upload/jecfa_additives/docs/Monograph1/Additive-275.pdf</a>]</u></p>		
---	--	--