

# 食品添加物規格檢驗

講師

行政院衛生署食品藥物管理局

陳石松 副研究員

# 食品添加物規格檢驗

陳石松  
行政院衛生署食品藥物管理局

1

## 大綱

- 前言
- 食品添加物規格標準
- 食品添加物規格標準檢驗方法
  - 鑑別-定性分析
  - 含量測定-定量分析
  - 純度試驗

2

# 食品衛生管理法

- 第三條
  - 本法所稱食品添加物，係指食品之製造、加工、調配、包裝、運送、貯存等過程中用以著色、調味、防腐、漂白、乳化、增加香味、安定品質、促進發酵、增加稠度、增加營養、防止氧化或其他用途而添加或接觸於食品之物質。
- 第十二條
  - 食品添加物之**品名、規格及其使用範圍、限量標準**，由中央主管機關定之。
- 第十四條
  - 食品、食品添加物、食品用洗潔劑、食品器具、食品容器及食品包裝，其製造、加工、調配、改裝、輸入或輸出，非經中央主管機關查驗登記並發給許可證，不得為之。

3

# 食品添加物之類別

- |   |  |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"><li>• 防腐劑</li><li>• 殺菌劑</li><li>• 抗氧化劑</li><li>• 漂白劑</li><li>• 保色劑</li><li>• 膨脹劑</li><li>• 食品品質改良用、釀造用及製造用劑</li><li>• 營養添加劑</li></ul> | <ul style="list-style-type: none"><li>• 著色劑</li><li>• 香料</li><li>• 調味劑</li><li>• 黏稠劑</li><li>• 結著劑</li><li>• 食品工業用化學藥品</li><li>• 溶劑</li><li>• 乳化劑</li><li>• 其他</li></ul> |
|---|--|

4

# 食品添加物規格標準

§ 01001

己二烯酸  
Sorbic Acid

分子式： $C_6H_8O_2$

分子量：112.13

1. 含量：99.0 %以上。
2. 外觀：無色針狀結晶或白色結晶性粉末，無臭或略具特異臭。
3. 鑑別：  
(1) 本品之丙酮溶液(本品 1 g 溶於丙酮 100 mL) 1 mL，加入水 1 mL 及溴試液 2 滴，振盪混合時，溶液之顏色立即消失。  
(2) 本品異丙醇溶液(本品 1 g 溶於異丙醇 400,000 mL) 之最大吸光帶在 252~256 nm。

5

4. 熔融溫度：132~135 °C。
5. 液色：本品 0.20 g 溶於丙酮 5 mL，其液色不得較標準顏色比合液 C 為深。
6. 氯化物：0.014 %以下(以 Cl 計)。
7. 硫酸鹽：0.048 %以下(以  $SO_4$  計)。
8. 砷：4 ppm 以下(以  $As_2O_3$  計)。
9. 重金屬：10 ppm 以下(以 Pb 計)。
10. 水分：0.5 %以下。
11. 熾灼殘渣：0.20 %以下。
12. 分類：食品添加物第(一)類。
13. 用途：防腐劑。

6

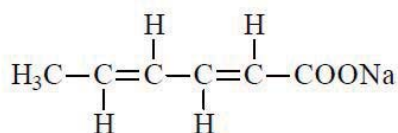
# 食品添加物規格標準檢驗方法

- 正文
  - 各論
  - 17類，450品目
- 附錄A 一般試驗法
- 附錄B 試藥、試液等

7

§01003

## 己二烯酸鈉 Sodium Sorbate



分子式：C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>Na

分子量：134.11

1. 含量：本品所含 C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>Na 按乾品計算，應為 98.0~102.0%。
2. 外觀：本品為白色~淡黃褐色鱗片結狀晶或結晶性粉末，無臭或略有臭。
3. 鑑別：
  - (1) 本品之水溶液 (1:100) 1 mL，加入丙酮 1 mL，並滴加稀鹽酸使呈弱酸性後，加溴試液 2 滴振搖時，液色應迅速消退。
  - (2) 本品應呈現一般鑑別試驗法 (附錄 A-17) 中，鈉鹽之反應。
4. 己二烯酸鈉：本品 0.5 g 溶於水 10 mL，加稀鹽酸 1.5 mL，濾取所生成之沈澱，以水充分洗滌，乾燥後測定其熔融溫度，應為 130~135° (附錄 A-12)。
5. 溶狀：本品 0.2 g 溶於水 5 mL，其液色不得較比合液 F (附錄 B-3) 為濃。
6. 游離鹼：本品 1.0 g 溶於新煮沸冷卻水 20 mL，加酚酞試液 2 滴時，雖呈紅色，但加 0.1 N 硫酸液 0.4 mL 時，紅色應即時消失。
7. 氯化物：取本品 1.0 g 溶於水約 30 mL，充分振搖下滴加稀硝酸 11 mL 過濾，水洗，洗液合併濾液，再加水使成 50 mL，作為檢品溶液，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 0.5 mL 之對照試驗所起為濃 (以 Cl 計 0.015 % 以下)。

8

8. **硫酸鹽**：取本品 0.5 g 溶於水約 30 mL，充分振搖下滴加稀酸鹽 3 mL，過濾，水洗，洗液合併濾液，再加水使成 50 mL，作為檢品溶液，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 0.4 mL 之對照試驗所起者為濃 (以 SO<sub>4</sub> 計 0.04% 以下)。
9. **砷**：取本品 0.25 g，按照**砷檢查第 I-1 法 (附錄 A-8)** 檢查之，所含砷 (以 As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 計) 應在 4 ppm 以下。
10. **重金屬**：取本品 1.0g，按照**重金屬檢查第 II 法 (附錄 A-7)** 檢查之，其所含重金屬 (以 Pb 計) 應在 20 ppm 以下。
11. **乾燥減重**：本品於硫酸減壓乾燥器，乾燥 4 小時，其減失重量不得超過 1% (**附錄 A-3**)。
12. **熾灼殘渣**：取本品 1.0 g，按照**熾灼殘渣法 (附錄 A-4)** 檢查之，其遺留殘渣應為 52.0~53.5 %。
13. **含量測定**：取經硫酸乾燥減壓器乾燥 4 小時之本品約 0.25 g，精確稱定，溶於醋酸 40 mL，必要時加溫溶解，放冷至室溫，以結晶紫試液為指示劑，用 0.1 N 過氧酸滴定，另作一空白試驗校正之。每 mL 之 0.1 N 過氧酸液相當於 13.41 mg 之 C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>Na。

9

## 食品添加物規格標準檢驗方法

- 鑑別-定性分析

- 化學法
- 光學法

- 含量測定-定量分析

- 滴定法
- 微生物測定法
- 重量法
- 氣相層析法
- 液相層析法 等

- 純度試驗

- 重量法
- 物性法
- 元素分析
- 特殊檢驗 等

10

# 鑑別-定性分析

## 3. 鑑別：

- (1) **化學法**：本品之丙酮溶液（本品 1 g 溶於丙酮 100 mL）1 mL，加入水 1 mL 及溴試液 2 滴，振盪混合時，溶液之顏色立即消失。
- (2) **光學法**：本品異丙醇溶液（本品 1 g 溶於異丙酮 400,000 mL）之最大吸光帶在 252~256 nm。

11

# 附錄A17. 一般鑑別試驗法

- 下列各項試驗法，係供本檢驗法中**單純食品添加物**鑑別之用
- 除另有規定外，試料溶液之濃度約為 %
- 如檢品係屬數種混合物，則除另有規定外，均不適用。

12

## 附錄A17. 一般鑑別試驗法

- 亞硝酸鹽
- 亞硫酸鹽及亞硫氫鹽
- 鋁鹽
- 鋅鹽
- 苯甲酸鹽
- 銨鹽
- 氯化物
- 過氧化物
- 鉀鹽
- 鈣鹽
- 檸檬酸鹽
- 甘油磷酸鹽
- 琥珀酸鹽
- 醋酸鹽
- 水楊酸鹽
- 溴化物
- 溴酸鹽
- 酒石酸鹽
- 硝酸鹽
- 碳酸鹽
- 硫氰酸鹽
- 硫代硫酸鹽
- 亞鐵鹽
- 鐵鹽
- 銅鹽
- 鈉鹽
- 乳酸鹽
- 鎂鹽
- 硫酸鹽
- 磷酸鹽(正磷酸鹽)

13

## 附錄A17. 一般鑑別試驗法

- 亞硝酸鹽：
  - (1) 取亞硝酸鹽溶液(1：20)加稀硫酸(1：20)使成酸性時，發生具有特異臭之黃棕色氣體，繼加硫酸亞鐵結晶少許，則液呈暗棕色。
  - (2) 取亞硝酸鹽溶液加碘化鉀試液 2~3 滴，並滴加稀鹽酸(1：3)，則液呈黃棕色，次生成黑紫色沉澱，繼加澱粉試液即呈深藍色。
- 銨鹽：
  - 取銨鹽，加過量之氫氧化鈉試液，即分解而放出氨之特臭，熱之則分解更速，其放出之氣體能使潤濕之紅色石蕊試紙變藍。

14



# 含量測定-定量分析

- 酸鹼滴定法
- 氧化還原滴定法
- 非水滴定法
- 螯合滴定法
- 微生物測定法
- 重量法
- 氣相層析法
- 液相層析法

15

# 酸鹼滴定法

基本原理：



可得反應物的物質的量關係：

$$n(\text{H}^+) = n(\text{OH}^-)$$

$$\text{即 } c(\text{H}^+) \times V_a = c(\text{OH}^-) \times V_b$$

$$\text{可得到計算式 } c(\text{H}^+) = c(\text{OH}^-) \times \frac{V_b}{V_a}$$

16

# 酸鹼滴定法

## ● 己二烯酸

- 含量：本品所含  $C_6H_8O_2$  應在 99.0 % 以上。
- 含量測定：
  - 取本品約 0.25 g，精確稱定，溶於預先以 0.1 N 氫氧化鈉溶液中中和之乙醇 25 mL 中，以酚酞試液為指示劑，用 0.1 N 氫氧化鈉液滴定之。
  - 每 mL 之 0.1 N 氫氧化鈉液相當於 11.213 mg 之  $C_6H_8O_2$ 。

17

# 氯化銨 Ammonium Chloride

- 含量：本品所含  $NH_4Cl$  按乾品計算，應在 99.0 % 以上。
- 含量測定：
  - 取預經矽膠乾燥器乾燥 4 小時之本品粉末約 3 g，精確稱定，加水溶解，定容至 250 mL，量取此液 25.0 mL 於蒸餾瓶中，加氫氧化鈉溶液(2→5) 10 mL，立即與預盛 0.2 N 硫酸液 40 mL 之接受瓶連接於蒸餾裝置，加熱蒸餾，蒸餾出之氨經硫酸吸收後，以甲基紅試液 2 滴為指示劑，用 0.2 N 氫氧化鈉液滴定過量之酸，另作空白試驗校正之。
  - 每 mL 之 0.2 N 硫酸液相當於 10.698 mg 之  $NH_4Cl$ 。

18

## 磷酸二氫鈉（無水） Sodium Phosphate, Monobasic, Anhydrous

- 含量：本品所含  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  按乾品計算應為 98.0 ~ 103.0 %。
- 含量測定：
  - 取預經 105 °C 乾燥 4 小時之本品約 5g，精確稱定，置於 250 mL 燒杯中，加水 100 mL 及 1 N 鹽酸 50 mL 並攪拌直至完全溶解。
  - 於溶液中放置酸鹼電極，以 1 N 氫氧化鈉液滴定過量的酸直至約在 pH 4 會出現轉折點(inflection point)，記錄此時氫氧化鈉液已滴定量(A)。
  - 繼續以 1 N 氫氧化鈉液滴定，約在 pH 8.8. 時會出現轉折點，記錄此時氫氧化鈉液已滴定量(B)。
  - 每 mL(B) – (A) 之 1 N 氫氧化鈉液相當於 120.0 mg 之  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 。

19

## 氧化還原滴定法

- 利用滴定劑與檢品之成分間發生氧化還原反應而進行之定量方法。
  - 氧化，即一物質失去電子的反應
  - 還原，則是物質獲得電子之反應
  - 二者必相伴進行，故氧化還原平衡方程式中，兩側電荷之代數和相等。

20

# 氧化還原滴定法

- 一、高錳酸鉀滴定法：滴定劑為高錳酸鉀標準液，無需使用指示劑，此法用於過氧化氫等之定量。
- 二、硫酸鈾滴定法：滴定劑是以硝酸鈾加硫酸、水配製而成，常用之指示劑為二苯胺試液，或用電位差法。本法用於維生素E等之定量。
- 三、碘量法：滴定劑為碘標準液，由碘及碘化鉀製備。本法有直接滴定及配合使用硫代硫酸鈉標準液所做的殘量滴定，指示劑用澱粉試液。用於L-抗壞血酸鈉等之定量。

21

- 四、碘滴定法：用硫代硫酸鈉標準液為滴定劑，滴定由檢品成分與碘化鉀生成之碘，用於L-抗壞血酸硬脂酸酯等之定量。
- 五、溴-碘滴定法：檢品與已知量之溴作用後，過量之溴使碘化鉀放出等當量之碘，再以硫代硫酸鈉滴定碘，則可推算檢品之含量。本法用於酚、間-苯二酚等之定量。
- 六、亞硝酸鹽滴定法：滴定劑為亞硝酸鈉標準液，利用低溫時一級芳香胺與亞硝酸發生重氮化反應之定量法，用於磺胺藥等之定量。

22

## 氧化還原滴定法-高錳酸鉀滴定法

### ● 過氧化氫（雙氧水） **Hydrogen Peroxide**

- 含量：不低於標示濃度。
- 含量測定：
  - 取本品約 1 g，精確稱定，加水溶解並定容至 250 mL，取 25 mL 加稀硫酸(1→20) 10 mL，用 0.1 N 高錳酸鉀液滴定之
  - 每 mL 之 0.1 N 高錳酸鉀液相當於 1.7007 mg 之  $H_2O_2$ 。

23

## 氧化還原滴定法-高錳酸鉀滴定法

### ● 亞硝酸鈉 **Sodium Nitrite**

- 含量：本品所含  $NaNO_2$  按乾品計算應在 97.0 % 以上。
- 含量測定：
  - 取預經  $100^\circ C$  乾燥 5 小時之本品約 1 g，精確稱定，加水溶解，定容至 100 mL
  - 量取此液 10.0 mL 加於 0.1 N 過錳酸鉀液 40.0 mL 與水 100 mL 及硫酸 5 mL 之混合液中，加入時應將移液管之下端沒入混合液之液面下，放置數分鐘後，加 0.1 N 草酸液 25.0 mL，加熱至約  $80^\circ C$
  - 用 0.1 N 過錳酸鉀液滴定，另作一空白試驗校正之。
  - 每 mL 之 0.1 N 過錳酸鉀液相當於 3.4498 mg 之  $NaNO_2$

24

# 氧化還原滴定法-硫酸銻滴定法

## ● 生育醇 (維生素E)

- 含量：本品所含  $C_{29}H_{50}O_2$  應在 96.0% 以上。
- 含量測定：
  - 取本品約 0.1 g，精確稱定，溶於乙醇·硫酸混合液 (200:3) 使成 200 mL
  - 正確量取此液 100 mL，加水 20 mL，以二苯胺試液 2 滴為指示劑，用 0.01 N 硫酸銻液滴定 (滴加速度為 10 秒鐘約 25 滴) 至液呈持續 10 秒鐘之藍紫色為止，另做一空白試驗校正之。
  - 每 mL 之 0.01 N 硫酸銻液相當於 2.1536 mg 之  $C_{29}H_{50}O_2$ 。

25

# 氧化還原滴定法-碘量法

## ● L-抗壞血酸鈉

- 含量：本品所含  $C_6H_7O_6Na$  按乾品計算應在 99.0% 以上。
- 含量測定：
  - 取預經矽膠減壓乾燥器乾燥 24 小時之本品約 0.2 g，精確稱定，溶於偏磷酸溶液 (1→50) 50 mL，以澱粉試液為指示劑，用 0.1 N 碘液滴定之。
  - 每 mL 之 0.1 N 碘液相當於 9.905 mg 之  $C_6H_7O_6Na$ 。

26

# 氧化還原滴定法-碘滴定法

- L-抗壞血酸硬脂酸酯

- 含量：本品所含  $C_{24}H_{42}O_7$  應在 95.0 % 以上。
- 含量測定：
  - 取本品約 0.2 g，精確稱定，加乙醇 30 mL，必要時加溫溶解，加偏磷酸溶液 (1→5) 15 mL 及稀硫酸 (1→2) 10 mL，再加碘酸鉀試液 10.0 mL，充分搖勻後置暗處 10 分鐘。
  - 加碘化鉀試液 10 mL 及水 100 mL，再置暗處 5 分鐘
  - 以澱粉試液 10 mL 為指示劑，用 0.1 N 硫代硫酸鈉液滴定，另作一空白試驗校正之。
  - 每 mL 之 0.1 N 硫代硫酸鈉液相當於 22.013 mg 之  $C_{24}H_{42}O_7$ 。

27

# 無水滴定法(非水滴定法)

- 在水以外之溶媒(冰醋酸)中進行中和滴定，滴定劑與被滴定液殆不含水，故稱此法為無水滴定法。
- 在水溶液中為弱酸或弱鹼之物質，不能於水溶液中滴定或滴定不易，在非水溶液中或能呈現強酸或強鹼性，使滴定可以進行。

28

# 無水滴定法

## ● 己二烯酸鉀

- 含量：本品所含  $C_6H_7O_2K$  應為 98.0~102.0%。
- 含量測定：
  - 取經 105° 乾燥 3 小時之本品約 0.25 g，精確稱定，溶於冰醋酸 50 mL，以結晶紫為指示劑，用 0.1 N 過氯酸液(溶於冰醋酸中) 滴定之
  - 每 mL 之 0.1 N 過氯酸液相當於 15.002 mg 之  $C_6H_7O_2K$ 。

29

# 螯合滴定法

## (Complexometric titration)

## ● 乙烯二胺四醋酸二鈉鈣 (EDTA $CaNa_2$ )

- 含量：本品所含  $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$  按乾品計算，應為 97.0~102.0%。
- 含量測定：
  - 取本品約 1 g，精確稱定，加水溶解並定容至 250 mL，正確量取 25 mL，以硝酸 (1→10) 調整 pH 值約為 2，以二甲苯酚橙試液 (xylene orange T.S.) 3 滴為指示劑，用 0.01 M 硝酸鈹液 滴定溶液變為紅色為止。
  - 每 mL 之 0.01 M 硝酸鈹液相當於 3.7427 mg 之 乙烯二胺四醋酸二鈉鈣 ( $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$ )。

30



## ● 硫酸鎂 **Magnesium Sulfate**

- 含量：本品所含  $\text{MgSO}_4$  按乾品計算，應在 99.0% 以上。
- 含量測定：
  - 取預經  $100^\circ\text{C}$  乾燥 2 小時，再於  $300 \sim 400^\circ\text{C}$  熾灼至恆量之本品約 0.6 g，精確稱量，加稀鹽酸( 1→4 ) mL 及水溶解並定容至 100 mL，量取此液 25.0 mL，加水 50 mL 及氨·氯化銨緩衝液(pH 10.7 ) 5mL，以愛麗黑T 試液 2 滴為指示劑，用 0.05 M 四乙酸乙二胺二鈉液滴定至紅紫色變藍色為止，另作一空白試驗校正之。
  - 每 mL 之 0.05 M 四乙酸乙二胺二鈉液相當於 6.018 mg 之  $\text{MgSO}_4$ 。

31

## 電位差法

### ● 二醋酸鈉 **Sodium Diacetate**

- 含量：本品應含醋酸 ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) 39.0 ~ 41.0 % ；醋酸鈉 ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ) 58.0 ~ 60.0 % 。
- 含量測定：
  - (1) 醋酸：取本品約 4g，精確稱定，溶於水 50 mL，以酚酞試液為指示劑，用 1N 氫氧化鈉滴定之。
    - 每 mL 之 1N 氫氧化鈉液相當於 60.05 mg 之  $\text{CH}_3\text{COOH}$ 。
  - (2) 醋酸鈉：取本品約 500 mg，精確稱定，溶於醋酸 50 mL，用 0.1 N 過氯酸液滴定，並用電位差法確定其終點。
    - 每 1 mL 之 0.1 N 過氯酸液相當於 8.203 mg 之  $\text{CH}_3\text{COONa}$ 。

32

# 微生物測定法

## ● 乳酸鏈球菌素

- 含量：本品所含 Nisin 乳酸鏈球菌素之力價應在 900 IU/mg 以上。
- 含量測定：
  - (1) 測試菌株之製備：培養於無菌牛乳培養液之 *Streptococcus cremoris*. 1P5 (NCDO 495)
  - (2) 標準溶液及檢品溶液之配製
  - (3) 石蕊牛乳培養液之配製
  - (4) 刃天青溶液 (Resazurin solution) 之配製
  - (5) 定量：……將檢品溶液試管系列中顯現出最清晰之顏色差異的最高濃度試管 (藍色~紫紅色) 與標準溶液試管系列中顏色最近者比對，再選二個次低濃度的檢品溶液與顏色最近似的標準溶液比對，並以其比對之標準溶液之已知單位計算檢品溶液之乳酸鏈球菌素 (Nisin) 含量，結果取其三個濃度之平均值。

33

# 重量法

## ● 沒食子酸丙酯

- 含量：本品所含  $C_{10}H_{12}O_5$  按乾品計算，應為 98.0~102.0%。
- 含量測定：
  - 取預經  $105^{\circ}C$  乾燥 2 小時之本品約 0.2 g，精確稱定，加水 150 mL 煮沸之，並一邊充分攪拌一邊加硝酸鉍試液 50 mL 後，繼續攪拌數分鐘，沈澱後以預經乾燥已知重量之 1 G 4 玻璃過濾器過濾，各以冰硝酸試液 (1→300) 5 mL 洗 2 次，再以冰水洗到洗液不使藍色石蕊試紙變成紅色為止，於  $110^{\circ}$  乾燥 3 小時，冷後稱重，依下式計算：

$$\text{Propyl Gallate (C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_5\text{) 之含量 (\%)} \\ = \frac{\text{沈澱之重量 (g)} \times 0.4865}{\text{檢品之採取量 (g)}}$$

34

# 吸光度法

## ● 偏磷酸鉀 **Potassium Metaphosphate**

- 含量：本品所含  $P_2O_5$  (分子量 = 144.94) 按乾品計算應為 56~80%。
- 含量測定：
  - 取預經硫酸乾燥及在  $110^\circ C$  乾燥 4 小時之本品約 0.2 g，精確稱定，加硝酸 5 mL 及水 25 mL 溶解，煮沸 30 分鐘並時時補充蒸發減失之水量，冷後，加水定容至 500 mL，必要時以乾燥濾紙過濾，供作檢品溶液。

35

- 精確量取檢品溶液 5 mL，加釩酸·鉬酸試液 20 mL 及適量水使成 100 mL，充分振搖混合後放置 30 分鐘，於波長 400 nm 處測定其吸光度
- 並以水 5 mL 按檢品溶液同法操作，作為對照試驗。
- 另精確量取磷酸二氫鉀標準溶液 10 mL，加稀硝酸(1→25) 20 mL，再加水定容至 250 mL，分別量取此液 10 mL、15 mL 及 20 mL，按檢品溶液同樣操作，測定其吸光度並製成檢量線，由檢量線與檢品溶液所得之吸光度求出檢品溶液 5 mL 中含磷量(mg)，再按下式計算五氧化二磷( $P_2O_5$ ) 之含量。

$$\text{五氧化二磷 (P}_2\text{O}_5\text{) 之含量} = \frac{\text{檢品溶液 5 mL 中含磷量 (mg)} \times 2.2914 \times 100}{\text{檢品之採取量 (mg)}} \times 100(\%)$$

36

# 氣相層析法

- 混合濃縮生育醇

- 含量：

- 高阿爾發類 (high- $\alpha$ -type) 者：

- 總生育醇含量不得低於 50.0%
- 且其中d- $\alpha$ -生育醇 ( $C_{29}H_{50}O_2$ ) 含量不得低於總生育醇量之 50.0%
- d- $\beta$ -，d- $\gamma$ - ( $C_{28}H_{48}O_2$ ) 與d- $\delta$ -生育醇 ( $C_{27}H_{46}O_2$ ) 量之總和不得低於總生育醇量之20.0%

- 低阿爾發類 (low- $\alpha$  type) 者

- 總生育醇含量不得低於 50.0%
- 且其中d- $\beta$ -，d- $\gamma$ -與d- $\delta$ -生育醇之總和不得低於總生育醇之80.0%。

37

- 氣相層析條件：

- 檢出器：氫燄離子化檢出器
- 層析管：內徑 4 mm，長度 2 m之硼矽玻璃管柱
- 層析管用填充劑：酸鹼洗過之矽化矽土 (80~100 mesh) 上覆被有 2~5% 之methyl polysiloxane
- 層析管溫度：260~280 °C
- 注入器溫度：290 °C
- 檢出器溫度：300 °C
- 移動相氣體流速：調整 hexadecyl hexadecanoate波峰出現在12~14分鐘。

註：定量前先進行氣相層析系統相適性分析；將檢品溶液注入適當的次數作層析，以確定當內部標準品波峰之相對滯留時間為1.00時， $\delta$ -生育醇酯之波峰滯留時間約 0.5， $\beta$ -和 $\gamma$ -生育醇酯之波峰滯留時間約在 0.63，其分離係數 R不得低於 2.5。

38

# 液相層析法

- 鏈黴菌素 **Natamycin (Pimaricin)**

- 含量：本品所含  $C_{33}H_{47}NO_{13}$  以無水基準計應為 97.0 ~ 102.0%。
- 含量測定：利用高效液相層析法測定檢品中 natamycin 之含量。
- 高效液相層析條件：
  - 層析管：Supelcosil LC18 (octadecylsilanized silica)，內徑 4.6 mm× 25cm，或同級品
  - 紫外光檢出器：波長 303 nm
  - 移動相溶液：
  - 移動相流速：3 mL/min

39

- 測定法：

- 精確量取檢品溶液與標準溶液各 20  $\mu$ L，分別注入高效液相層析儀中，就檢品溶液所得波峰滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並依下列計算式求得檢品中 natamycin 之含量(%)：

- 檢品中 natamycin 之含量(%) =  $0.1 (W_s P_s / W_u)(r_u / r_s)$

$W_s$ ：natamycin 標準品之稱重量(mg)

$P_s$ ：natamycin 標準品之純度( $\mu$ g/mg)

$W_u$ ：檢品之採取量(mg)

$r_u$ ：檢品溶液中 natamycin 之波峰面積

$r_s$ ：標準溶液中 natamycin 之波峰面積

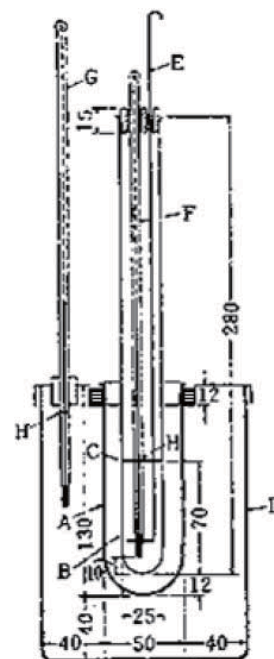
40

# 凝固溫度測定法

- 二丁基羥基甲苯 **Dibutyl Hydroxy Toluene**
  - 含量：本品所含  $C_{15}H_{24}O$  應在 99.0% 以上。
  - 含量測定：
    - 本品按照凝固溫度測定法(附錄A-26)測定之，其凝固溫度應不得低於  $69.2^{\circ}C$ ，則表示其所含在 99.0 % 以上。

41

- A：玻璃製圓筒(內外壁均勻塗矽油)。
- B：檢品容器(硬質玻璃製試管，管之兩壁均勻塗矽油，但與檢品接觸之部份除外，插入A中，以軟木塞固定)。
- C：標線。
- D：玻璃製或塑膠製冷卻水浴。
- E：玻璃製或塑膠製攪拌棒(直徑 mm，下端為外徑 mm 之環狀者)。
- F：附浸線之棒狀溫度計。
- G：補助溫度計。
- H：浸線。



42

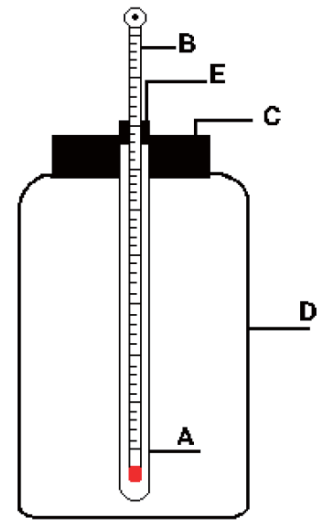
# 結晶溫度測定法

## ● 桉葉精油 **Eucalyptol (Cincol)**

● 含量：本品所含  $C_{10}H_{16}O$  應在 85% 以上。

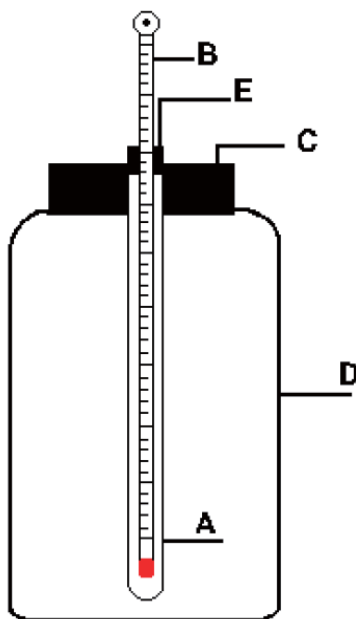
● 含量測定：

- 於直徑 15 mm，長約 80 ~ 160mm 之試管(A)，取本品 3.0 g 溶於對甲酚(先加溫溶解) 2.1 g 中，溫度計(B)之水銀球放在前述溶液之液面下，以試管塞(E)固定，不時輕輕轉動溫度計，讀取開始生成結晶之溫度。試管(A)加熱使始結晶完全溶解後，以廣口瓶塞(C)固定於廣口瓶(D)內，溫度徐徐下降。紀錄開始再生成結晶之溫度，以溫度計摩擦管壁，溫度徐徐上升暫停至一定溫度，讀取此時溫度計之溫度。對照下表得知桉葉精油含量。



含量測定裝置圖

43



含量測定裝置圖

桉葉精油 %

溫度	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
47	80.0	80.2	80.4	80.6	80.8	81.1	81.3	81.5	81.7	81.9
48	82.1	82.3	82.5	82.7	82.9	83.2	83.4	83.5	83.8	84.0
49	84.2	84.4	84.6	84.8	85.0	85.3	85.5	85.7	85.9	86.0
50	86.3	86.6	86.8	87.1	87.3	87.6	87.8	88.1	88.3	88.6
51	88.8	89.1	89.3	89.6	89.8	90.1	90.3	90.6	90.8	91.1
52	91.3	91.6	91.8	92.1	92.3	92.6	92.8	93.1	93.3	93.6
53	93.8	94.1	94.3	94.6	94.8	95.1	95.3	95.6	95.8	96.1
54	96.3	96.6	96.9	97.2	97.5	97.8	98.1	98.4	98.7	99.0
55	99.3	99.7	100.0							

44

# 附錄A 一般試驗法(56項)

1. 氯化物檢查法
2. 硫酸鹽檢查法
3. 乾燥減重檢查法
4. 熾灼殘渣檢查法
5. 熾灼減重檢查法
6. 易碳化物檢查法
7. **重金屬檢查法**
8. **砷檢查法**
9. 比重測定法
10. 折光率測定法
11. 旋光度測定法
12. 熔融溫度測定法
13. 吸光度測定法
14. 費氏水分測定法
15. 鐵檢查法
16. 氣體發生量測定法
17. 一般鑑別試驗法
18. 煤焦色素試驗法
19. 煤焦色素鋁麗基試驗法
20. 鈣鹽定量法
21. 油脂類試驗法
22. 氮測定法
23. 甲氧基測定法
24. **鉛試驗法(原子吸光分光光度法)**
25. 不溶物檢查法
26. 凝固溫度測定法

45

27. 沸騰溫度及蒸餾範圍測定法
28. 香料試驗法
29. 紅外線吸收光譜定法
30. 羧甲基纖維素鈉粘度測定法
31. 羥丙基測定法
32. 甲基纖維素粘度測定法
33. 硒檢查法
34. 氟化物檢查法
35. 醇類測定法
36. 揮發性酸測定法
37. 甲醇測定法
38. **1,4- 二氧雜環己烷測定法**
39. 海藻酸定量法
40. 糖醇測定法
41. 還原糖測定法
42. 軟化溫度試驗法
43. 膠強度測定法
44. 粗脂肪測定法
45. 二氧化硫測定法
46. 乙醯基(**acetyl groups**) 測定法
47. 丙氯仲醇(**propylene chlorohydrin**) 測定法
48. 錳測定法
49. 磷測定法
50. 非皂化物測定法
51. 銅試驗法 (原子吸光分光光度法)
52. **Dimethylpolysiloxane** 黏度測定法
53. 鐵試驗法(原子吸光分光光度法)
54. 鎳試驗法(原子吸光分光光度法)
55. 鎳試驗法(原子吸光分光光度法)
56. 鋅試驗法(原子吸光分光光度法)

46



# 純度(附錄A 一般試驗法)

- 光學試驗法
  - 比色法
    - 氯化物檢查法
    - 硫酸鹽檢查法
    - 易碳化物檢查法
    - 重金屬檢查法
    - 砷檢查法
    - 鐵檢查法
    - 硒檢查法
    - 氟化物檢查法
  - 原子吸光分光光度法
    - 鉛試驗法
    - 銅試驗法
    - 鋅試驗法
    - 鎘試驗法
    - 鎳試驗法
    - 鐵試驗法
    - 錳測定法

47

# 比色法

- 氯化物檢查法
  - 本法係檢查檢品中所含氯化物是否超過其規定之限量。此限量通常以Cl計算，並以其重量百分率(%)表示之。
- 硫酸鹽檢查法
  - 本法係檢查檢品中所含硫酸鹽是否超過其規定之限量。此限量通常以SO計算，並以其重量百分率(%)表示之。
- 易碳化物檢查法
  - 本法係檢查檢品中所含易為硫酸所碳化而呈色之微量不純物是否超過其規定之限量。常與規定比合液比較之。
- 鐵檢查法
  - 本法係檢查檢品中所含鐵化合物是否超過其規定之限量，此限量通常以Fe計算，並以重量百萬分率(ppm)表示之。
- 硒檢查法
  - 本法係檢查檢品中所含硒是否超過其規定之限量。此限量通常以Se計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

48

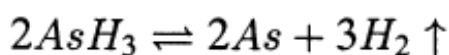
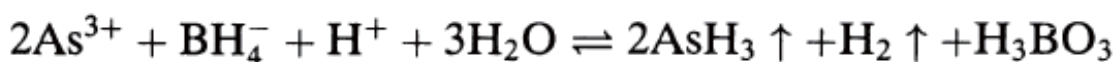
# 砷檢查法

## 砷限量標準：

- 砷：取本品0.25 g，加入定容至10 mL，量取此液1 mL加水5 mL，作為檢品溶液，按照**砷檢查第I-1法** (附錄A-8) 檢查之，以所含砷 (以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 計) 應在4 ppm以下。
- 砷：取本品0.25 g，按照**砷檢查第I-2法** (附錄A-8) 檢查之，其所含砷 ( $\text{As}_2\text{O}_3$ 計) 應在4 ppm以下。
- 砷：取本品1.0 g，按照**砷檢查第II-1法** (附錄A-8) 檢查之，其所含砷 (以As計) 應在1 ppm以下。
- 砷：取本品 .0 g，按照**砷檢查第II-2法** (附錄A-8) 檢查之，其所含砷 (以As計) 應在 ppm 以下。

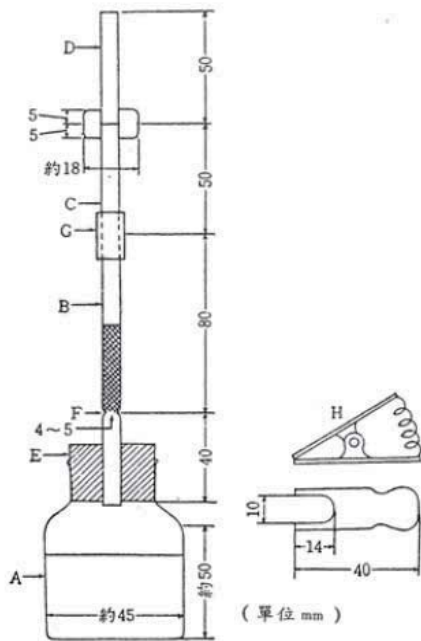
49

- 第一法：本法係基於砷化氫遇溴化汞試紙作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。
- 此限量通常以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。



50

# 裝置



- A：氣體發生瓶，內容量約 60 mL，有 40 mL 之標線。
- B：內徑約 6.5 mm 之玻璃管。
- C 及 D：均為內徑 6.5 mm 之玻璃管，連接部內徑 6.5 mm，外徑約 18 mm，其內緣及外緣為同心圓，二管連接處為磨砂面。臨用前將溴化汞試紙夾入接觸層中。
- E：橡皮塞。
- F：玻璃管 B 之狹細部，用以填塞約 30 mm 高之玻璃棉，臨用前以醋酸鉛試液與水之等容量混液均勻潤濕後，自下端輕吸除去過量混液。
- G：橡皮管。
- H：夾子。

51

## ● 砷標準溶液：Arsenic Standard Solution

- 適用於砷檢查其含量以  $\text{As}_2\text{O}_3$  計之砷標準液之調製。
- 取經硫酸乾燥器內乾燥之三氧化二砷細粉 100.0 mg，置於 1000 mL 容量瓶中，加氫氧化鈉溶液 (1 : 5) 5 mL 溶解之，以稀硫酸中和後，再加稀硫酸 10 mL 及適量新煮沸冷卻之水定容至 1000 mL，供作標準原液。
- 量取此原液 10 mL，置於 1000 mL 容量瓶中，加稀硫酸 10 mL 及適量新煮沸卻之水定容至 1000 mL，混合均勻。
- 本液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  之三氧化二砷，應貯於玻璃瓶中，於 3 日內使用之。

52

# 試液

- 溴酚藍試液
- 氨試液：Ammonia T.S.
  - 取氨水(NH<sub>4</sub>OH, 28%) 400 mL，加水使成1000 mL。
- 稀鹽酸(10%)：Hydrochloric Acid, Diluted (10%)
  - 取鹽酸(HCl) 23.6 mL，加水使成 100 mL。
- 2% 硝酸鎂乙醇溶液
- 稀鹽酸 (1 : 2)
- 酸性氯化亞錫試液
- 溴化汞試紙

53

## I -1法(直接溶解法)

### (1)檢品溶液及對照溶液之調製：

- 檢品溶液
  - 取正文規定量之檢品，加水5 mL，必要時加溫溶解供作檢品溶液。
  - 除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴(指示劑)，以鉍試液或稀鹽酸(10%)中和之。
- 對照溶液
  - 另精確量取砷標準溶液(As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

54

## I -2法(乾式灰化法)：

### (1)檢品溶液及對照溶液之調製

- 檢品溶液
  - 取正文規定量之檢品，置白金、石英或瓷製坩鍋中，加**2% 硝酸鎂乙醇溶液 10 mL**，點火將乙醇燃盡後，於**450~550°C**徐徐加熱灰化，如有碳化物殘留，加少量硝酸潤濕，再以**450~550°C**熾灼灰化。
  - 冷後，殘渣加鹽酸**3 mL**，置水浴上加溫溶解，供作檢品溶液
  - 除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加**溴酚藍試液1滴**，以氨試液或稀鹽酸(10%)中和之。
- 對照溶液
  - 另精確量取砷標準溶液( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) **1.0 mL**供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

55

### (2)檢查法：

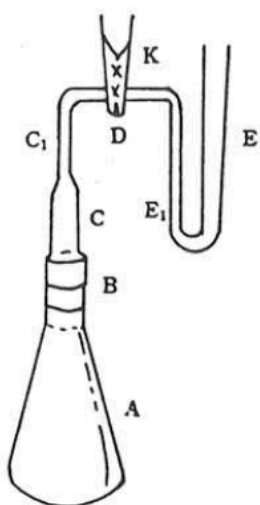
- 於檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀鹽酸(1:2) **5 mL**及**碘化鉀試液 5 mL**，放置**2~3分鐘**後
- 加酸性**氯化亞錫試液5 mL**，靜置**10分鐘**，再加水**40 mL**，加**無砷鋅粒(20號篩) 2 g**投入後，立即將以連接並夾有**溴化汞試紙**之**C、D管**與**B管**之橡皮塞**E**接裝氣體發生瓶**A**上，再浸入**25°**水中置瓶肩部，放置**1小時**後
- 取出溴化汞試紙，儘速觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為深。

56

- 第Ⅱ法：本法係基於**砷化氫與二乙基二硫代氨基甲酸銀**作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。
- 此限量通常以**As**計算，並以其重量百萬分率 (ppm)表示之。

57

## 裝置



- A：氣體發生瓶，內容量 125 mL 錐形燒瓶。  
 B：磨砂標準接頭 24 / 40。  
 C：氣體洗淨管，內徑 25 mm，臨用前置入預以飽和醋酸鉛溶液浸濕經再擠乾之精製棉二團，期間留空隙，置於室溫減壓乾燥器內乾燥之。  
 C<sub>1</sub>及E<sub>1</sub>：玻璃管，內徑 2 mm、外徑 8 mm。  
 A：球形接頭。  
 E：吸收管，形狀似 15 mL 標準離心管。  
 K：固定夾，夾唇呈叉狀，以套入C<sub>1</sub>及E<sub>1</sub>而固定D。

58

## ● 砷標準溶液：Arsenic Standard Solution

- 適用於砷檢查其含量以As計之砷標準液之調製。
- 取經硫酸乾燥器內乾燥之三氧化砷細粉132.0 mg，置於1000 mL容量瓶中，加氫氧化鈉溶液(1：5) 5 mL溶解之，以稀硫酸中和後，再加稀硫酸10 mL及適量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，供作標準原液。
- 量取此原液10 mL，置於1000 mL容量瓶中，加稀硫酸10 mL及稀硫酸10 mL及適量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，混合均勻。
- 本液1 mL含1  $\mu$ g之砷，應貯於玻璃瓶中，於3日內使用之。

59

## II-1法(直接溶解法)：

### (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

- 檢品溶液
  - 除另有規定外，按正文規定方法配製之檢液，移入氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作檢品溶液。
- 對照溶液
  - 另精確量取砷標準溶液(As) 3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作對照溶液。

60

## II-2法(濕式消化法)：

### (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

- 檢品溶液
  - 除另有規定外，取檢品**1.0 g**置於氣體發生瓶中，加硫酸**5 mL**及玻璃小珠數粒，於排氣櫥內加熱至開始碳化，碳化前先加熱至**120°C**。必要時再加少量硫酸，使檢品潤濕，但所用硫酸之總量不得超過**10 mL**。殆與硫酸反應完成後，放冷，小心滴加**30%**過氧化氫**1**滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，搖勻，再繼續滴加第**2**滴，如此小心反覆操作，在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，又若發生過多泡沫時，應暫停加熱，在此分解過程中，須時時搖動，以防止未反應物質形成結塊附著於瓶壁或瓶底。若混合液顏色變深或呈棕色，則滴加過氧化氫，繼續分解，直至檢品全部分解而放出大量三氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色為止。放冷，小心加水**10 mL**，蒸發至再生濃煙，必要時，重覆此操作，以完全除去殘留之過氧化氫，放冷，小心加水**10 mL**，混合均勻，用極少量之水沖洗瓶壁，並加水使成**35 mL**，供作檢品溶液。
- 對照溶液
  - 另精確量取砷標準溶液**3.0 mL**，移入另一氣體發生瓶中，加水使成**35 mL**，供作對照溶液。

61

### (2) 檢查法：

- 於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀硫酸(1：5) **20 mL**、碘化鉀試液**2 mL**及氯化亞錫鹽酸試液**0.5 mL**混勻，靜置**30**分鐘。
- 於吸收管內置入二乙基二硫代胺基甲酸銀試液**3.0 mL**為吸收液。於氣體發生瓶內加入鋅粒**3.0 g** (20號篩)，並立即連接氣體發生瓶、洗淨管及吸收管。
- 將氣體發生瓶置於**25±3°C**之水浴中，每隔**10**分鐘輕搖之 (加異丙醇**1 mL**於氣體發生瓶內可使氣體均勻逸出)。
- 經**45**分鐘後，將吸收液移入**1 cm**貯液管，於波長**525 nm**測定其吸光度，以二乙基二硫代胺基甲酸銀試液為空白對照液。檢品溶液所呈之吸光度不得較對照溶液所得者為大。

[註]：干擾物質：金屬或其鹽類如鉻、鈷、銅、汞、鉬、鎳、鈮及銀可能干擾砷化氫之發生，銻則形成銻化氫，而與二乙基二硫代胺基甲酸銀試液作用呈色，但此呈色於波長**525 nm**處之吸光度無明顯影響，致可略而不計。

62



# 重金屬檢查法

- 限量標準：

- 重金屬：取本品1.0 g，按照重金屬檢查第Ⅱ法(附錄A-7)檢查之，其所含重金屬(以Pb計)應在20 ppm以下。

63

## (總)重金屬檢查法(比色法)

- 本法係指在規定的試驗條件下，檢品所含金屬離子與硫化物離子反應顯色後，與標準鉛溶液目視比較，以確定其重金屬雜質含量不超過正文規定限量(以百萬分中含鉛的之量表示之)。

- 對本試驗有反應的典型物質有鉛、汞、鉍、砷、銻、錫、鎘、銀、銅和鉅等。
- 其限量可由檢品溶液與標準鉛溶液作對照試驗以測得之。



64

# 第一法

- 為**直接溶解法**，適用於在規定試驗條件下，能產生澄清、無色溶液的物質。
- 檢品溶液及對照溶液之調製：
  - **檢品溶液：**
    - 除另有規定外，取正文規定量之檢品，置50 mL鈉氏比色管中，加水溶解使成25 mL，用氨試液或稀醋酸(1→20)調整pH值至3.0~4.0之間，加水稀釋至50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。
  - **對照溶液：**
    - 另精確量取鉛標準溶液2.0 mL，置另一鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水至50 mL，混合均勻，供作對照溶液。

65

# 第二法

- 為**乾式消化法**，適用於有色物質、固定油、揮發性油及生成重金屬硫化物反應時，易受干擾之物質。
- 檢品溶液及對照溶液之調製：
  - **檢品溶液：**
    - 除另有規定外，取正文規定量之檢品，置石英或瓷製坩堝中，加適量硫酸使檢品潤濕，用小火熾灼至充分碳化，冷後，加硝酸2 mL及硫酸5滴，小心加熱至不再發生白煙，於450~500°C熾灼灰化。冷後，加鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物以鹽酸3滴潤濕，熱水10 mL加溫浸漬2分鐘，冷後，加酚酞試液1滴，滴加氨試液至呈微紅色為止，再加水稀釋至25 mL。必要時過濾，以水10 mL清洗，合併濾液與洗液，移入鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。
  - **對照溶液：**
    - 另取同材質坩堝，加硝酸2 mL，硫酸5滴及鹽酸 2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物加鹽酸3滴，以下按照檢品溶液調製法同樣操作，加鉛標準溶液2.0 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作對照溶液。

66

- 檢查法

- ▶ 於分置檢品溶液與對照溶液之鈉氏比色管中，分別各加硫化鈉試液2滴混合。
- ▶ 放置5分鐘後，襯以白色背景，由上方及側面觀察比較之。
- ▶ 檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為濃。

67

## 總重金屬檢查法（比色法）

- 優點

- 設備簡單，操作容易。

- 缺點

- 易受檢體基質之干擾。

68

# 原子吸光分光光度法

- 鉛試驗法
- 銅試驗法
- 鋅試驗法
- 鎘試驗法
- 鎳試驗法
- 鐵試驗法
- 錳測定法

69

## 鉛試驗法：

- 限量標準：
  - 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2 ppm以下。

70

# 第 I 法 (原子吸光分光光度法) :

本品係檢查檢品中所含鉛是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

## (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

- 除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。
- 檢品溶液：
  - 取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再發生硫酸白煙，移入電器爐以450~550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。
- 對照溶液：
  - 除另有規定外，另取鉛標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

71

## (2) 試驗：

- 除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

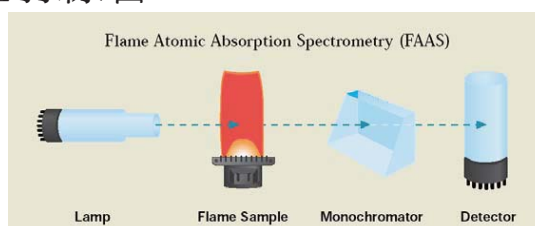
操作條件：

光源燈管：鉛中空陰極射線管。

分析波長：283.3 nm。

助燃氣體：空氣。

可燃氣體：乙炔。



72

## 第Ⅱ法(比色法)：

以下所選擇之試劑均含極低濃度之鉛含量，且均貯藏在矽酸硼材質之玻璃容器內。所有玻璃容器經水洗後浸泡在燒熱的稀硝酸中(1→2)。

### (1) 檢品溶液之調製：

- 除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。
- 取檢品1.0 g於適當的燒瓶中，加硫酸5 mL及少量玻璃珠，於不超過120°C下進行消化直至焦黑開始(硫酸量不能超過10 mL)，小心滴加30%過氧化氫1滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，再繼續滴加第2滴。
- 在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，若發生過多泡沫時，應暫停加熱，在此分解過程中，須時時搖動，以防止未反應物質形成結塊附著於瓶壁或瓶底。
- 若混合液有顏色時，則滴加過氧化氫，繼續分解，並逐漸升溫至250-300°C，直至檢品全部分解而釋出大量二氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色，放冷，小心加水10 mL，再加熱至冒出大量的煙，放冷，再加少量的水溶解，轉移至分液漏斗，供作檢品溶液。

73

### (2) 試驗法：

- 除另有規定外，將檢品溶液移入分液漏斗，加檸檬酸銨試液6 mL及羥胺試液2 mL (若檢驗鐵鹽中鉛限量時，則加檸檬酸試液10 mL)，加酚紅試液2滴，再以較強的氨試液滴定至剛呈鹼性(紅色)，放冷或用自來水沖冷，再加氰化鉀試液2 mL，立刻以每次5 mL的二苯硫脲萃取液萃取，直至二苯硫脲溶液維持其綠色，合併二苯硫脲萃取液，加稀硝酸(1→100) 20mL，振搖30秒，去除氯仿層，再加二苯硫脲標準液5.0 mL及銨·氰化鉀試液4 mL，振搖30秒。
- 若有任何二苯硫脲鉛存在，則氯仿層溶液會呈紫色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液按照同法操作所呈者為深。

74

- 分光光度法
  - 磷測定法
  - 吸光度測定法
- 吸光度測定法
- 折光率測定法
- 紅外線吸收光譜法
- 旋光度測定法

75

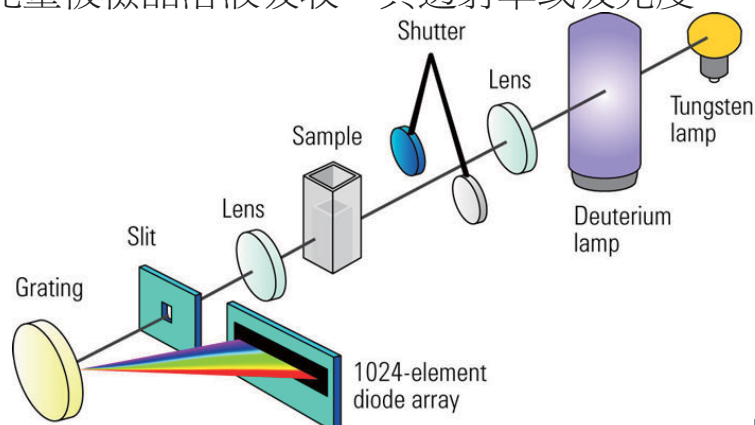
## 吸光度測定法

- 吸光度測定法係測定物質對某一特定波長光波之吸收程度。單色光通過物質之溶液時，透射光強度(I) 與入射光強度(I<sub>0</sub>) 之比值稱為透射率(T)，透射率倒數之常用對數則稱為吸光度(A)。
- 採用**分光光度計**。



76

- 基本原理為使用單色光通過檢品溶液，測定透射光之強度。
- 裝置包括光源、單色光器、貯液管及光度計或其他測定裝置
- 光源產生之光線，經單色光器而得單色光，此單色光通過貯有檢品溶液貯液管時，部份能量被檢品溶液吸收，其透射率或吸光度可由光度計測定之。



77

## 折光率測定法

- 物質之折光率，係指光線在真空中之速度與在該物質中速度之比，亦等於光線對物質之射入角之正弦與其折角之正弦之比，通常折光率受光線之波長及溫度之不同而有所改變。
- 測定法：  
折光率之測定，除另有規定外，通常用之儀器為阿培(Abbe)氏折射計(或具有同等精確度之他種類型儀器)，於正文規定溫度之 $\pm 0.2$  °C 範圍內測定之。測定時至少量測三次，求其平均值。

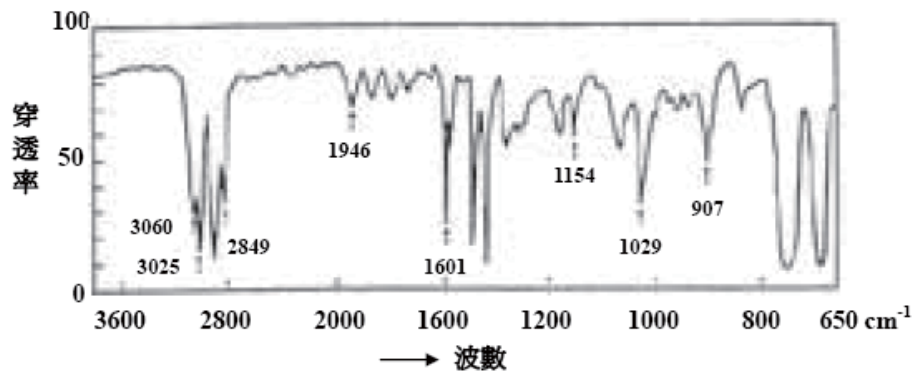


78



# 紅外線吸收光譜測定法

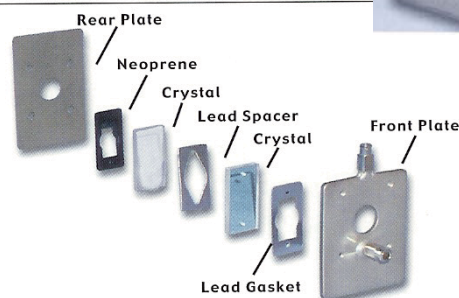
- 紅外線光譜測定法係利用物質化學構造上一定之性質，使檢品於波數  $4000 \sim 667 \text{ cm}^{-1}$  紅外線通過時，依據各波數所測定之吸收能量予以鑑別。
- 紅外線吸收光譜是以橫軸為波數，縱軸為穿透率或吸光度所繪製之圖譜。



79

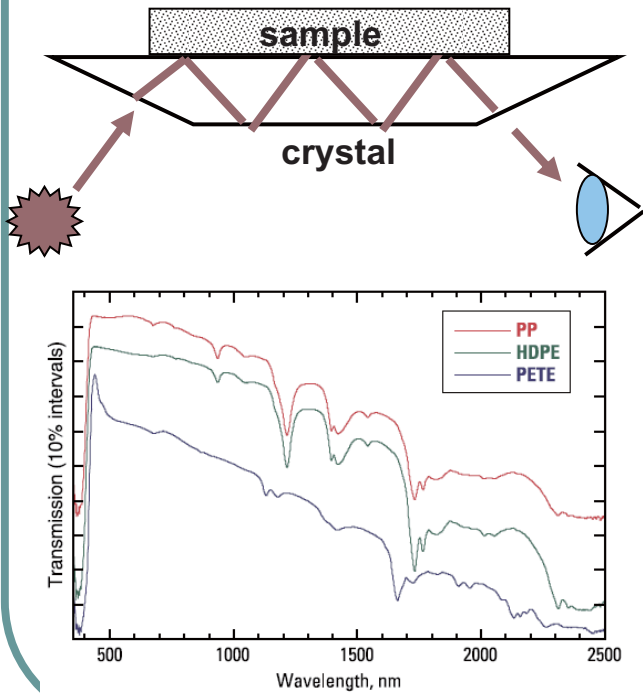
# 紅外線吸收光譜測定法

- (1) 溴化鉀錠劑法
- (2) 溶液法
- (3) 糊狀(Paste) 法
- (4) 液膜法
- (5) 薄膜法
- (6) 氣體檢品測定法



80

# 紅外線吸收光譜測定法



81

# 旋光度測定法

- 多數化學物質或其溶液能使偏極光之平面向左或旋轉，此種性質稱為該物質之旋光性。
- 凡具有旋光性者稱為光活性物質，反之則稱為非光活性物質。
- 其旋光性之強弱以度數表示之，稱為該物質之旋光度。旋光之方向以「+」及「-」分別表示右旋及左旋。在一定情況下，物質之旋光度應不變，故可用於鑑別檢品之真偽純雜，或測定其含量。
- 測定法：
  - 按正文規定調製之檢品溶液，於規定溫度下，滿置貯液管內，於暗室中，除另有規定外，用鈉燈為光源，觀察其旋光度。至少測定次，求其平均值。

82



83

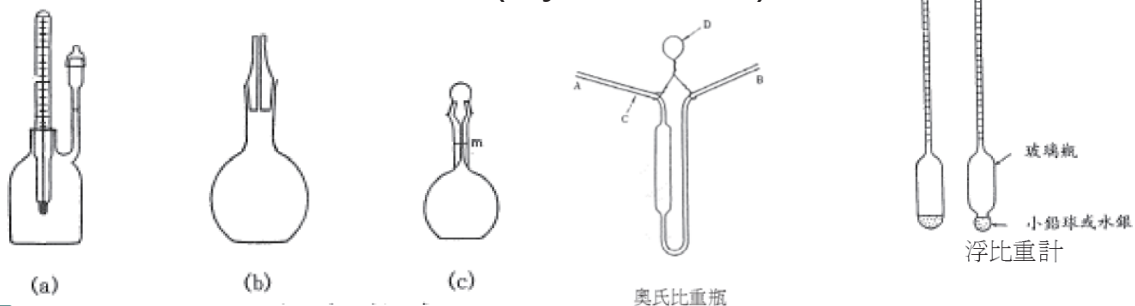
## ● 重量法

- 不溶物檢查法
- 比重測定法
- 乾燥減重檢查法
- 粗脂肪測定法
- 熾灼殘渣檢查法
- 熾灼減重檢查法

84

## ● 比重測定法

- 比重及物質之質量與其同體積標準之質量比
- 第 I 法－比重瓶(Pycnometer) 法
- 第 II 法－奧氏比重瓶(Sprengel Ostwald Pycnometer) 法
- 第 III 法－浮比重計(Hydrometer) 法



85

## 重量法

### ● 乾燥減重檢查法

本法係測定檢品在規定條件下乾燥時，所減失水分及揮發性物質之重量，並以其重量百分率(%) 表示之。

### ● 熾灼殘渣檢查法

本法係測定檢品在加硫酸熾灼後，所殘留物質之重量，並以其重量百分率(%) 表示之。

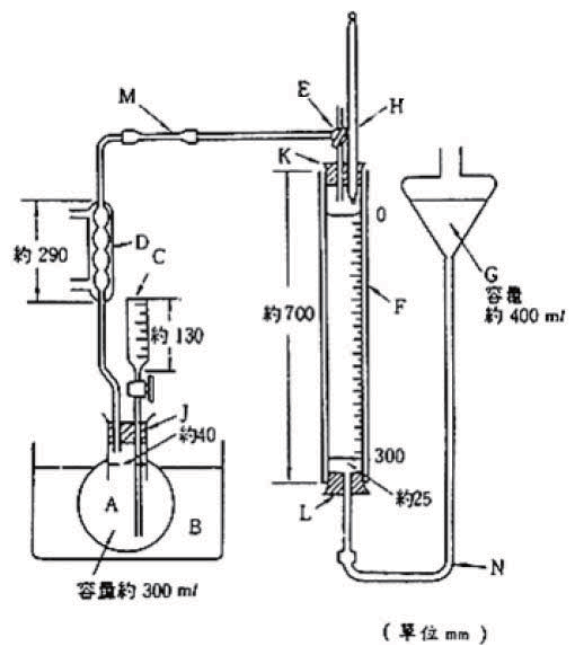
### ● 熾灼減重檢查法

本法係測定檢品在規定條件下熾灼時，所減失水分及其他不純物之重量，並以其重量百分率(%) 表示之。

86

# 容量法 - 氣體發生量測定法

- 本法係測定合成膨脹劑所發生氣體量是否符合規定。
- 此規定通常以檢品 2 g，應發生氣體量在 70 mL 以上。



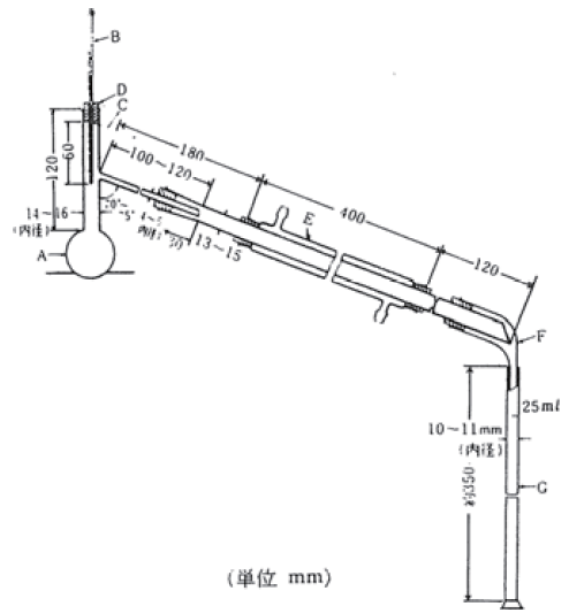
87

- 溫度法
  - 沸騰溫度及蒸餾範圍測定法
  - 軟化溫度試驗法
  - 熔融溫度測定法
  - 凝固溫度測定法

88

# 沸騰溫度及蒸餾範圍測定法

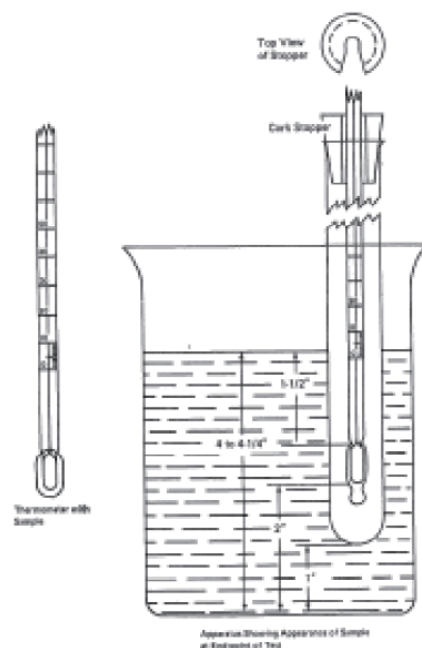
- 其測定法除另有規定外，按照下述第 I 法及第 II 法檢查之。
- 除另有規定外，沸騰溫度之**下限溫度**乃是**最初第 5 滴**餾出液餾出時之溫度，**上限溫度**乃是**最後 1 滴**液體從蒸餾瓶底蒸發時之溫度。
- 蒸餾範圍係指於**規定之溫度範圍內**所蒸餾出之容量。



89

# 軟化溫度試驗法

- 本法係將松香或松香衍生物置於特定溫度計球底端，而此溫度計架於恆溫浴中之試管內，偵測其於球底端形成延長欲滴狀時之溫度。



90

# 熔融溫度測定法

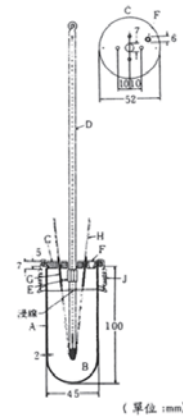
- 固體再溫度增高至某一定溫度時，便融化成液體，此種現象稱為熔融。
- 各種純固體物質熔融時之溫度各有一定，**熔融時之溫度稱為該物質之熔融溫度**。
- 該溫度係指自**始熔至全熔間之溫度範圍**而言。
- 測定法依檢品之性質可分為下列二種。

## 第 I 法：

- 適用於檢品易磨成粉末者

## 第 II 法：

- 適用於檢品不易磨成粉末者，如脂肪、脂肪酸、石蠟及蠟等。
- 本法所用傳熱液可用水，硬質玻璃毛細管之尺寸規格與第 I 法相同。

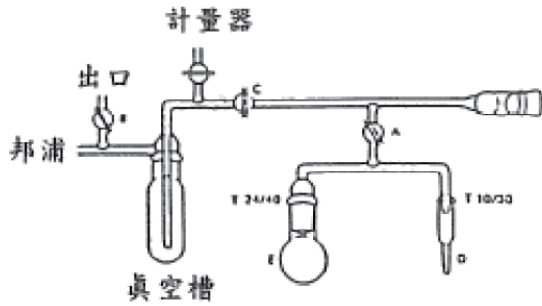


91

- 氣相層析法
  - 1,4-二氧雜環己烷測定法
  - 丙氯仲醇(propylene chlorohydrin)測定法
  - 甲醇測定法
  - 醇類測定法
- 高效液相層析法
  - 糖醇測定法
- 離子選擇電極法
  - 氟化物檢查法

92

# 1,4- 二氧雜環己烷測定法



密閉式真空濃縮裝置

氣相層析條件：

- 檢出器：火燄離子化檢出器 (flame ionization detector)
- 層析管：內徑 4 mm，長度 6 尺之玻璃管
- 層析管用填充劑：Chromosorb 104 ( 80/ 100 或 100/ 120 mesh)
- 層析管溫度：140°C
- 注入器溫度：200°C
- 檢出器溫度：250°C
- 移動相氣體N 流量：35 mL/min

93

# 丙氯仲醇(propylene chlorohydrin) 測定法

$$\text{丙氯仲醇含量 (ppm)} = (C \times a) / A$$

C：對照溶液之丙氯仲醇濃度 (ppm)

a：檢品溶液中丙氯仲醇之波峰面積總和

A：對照品溶液中丙氯仲醇之波峰面積總和

氣相層析條件：

檢出器：火焰離子化檢出器 (flame ionization detector)。

層析管：內徑 3.2 mm，長度 3 m 之不銹鋼管柱。

層柱管用填充劑：

固定相擔體：Gas Chrom 2 (80 ~ 100 mesh)，或具相似性質之擔體。

固定相：10% Carbowax 20 M。

層析管溫度：110°C。

注入器溫度：210°C。

檢出器溫度：240°C。

移動相氣體流量：He, 25 mL/min；H<sub>2</sub>, 30 mL/min；air, 350 mL/min。

94



# 甲醇測定法

- 本法係利用氣相層析法對甲醇之定性及定量。

## 氣相層析條件

- 檢出器：火燄離子化檢出器(flame ionization detector)。
- 層析管：內徑 3~4 mm，長度 150 ~ 300 cm 之不銹鋼或玻璃管柱。
- 層析管用填充劑：固定相之擔體：Chromosorb W, Shimalite TPA ( 60~80 mesh)，或同級品。
- 固定相液體：
  1. 10 ~ 25 % PEG 400。
  2. 10% PEG 1500。
  3. 10 ~ 25 % Silicone DC 550。
  4. 10 ~ 20% Dilaurylphthalate。
- 層析管溫度：50~ 70°C
- 注入器溫度：200°C
- 檢出器溫度：150~ 170°C
- 移動相氣體流量：N 或He，20 ~ 40mL/min。

95

# 醇類測定法

- 醇類中之揮發性物質可由氣相層析法加以分離及鑑別。此方法可作為含量測定及純度試驗之用。
- 第 I 法：本法適用於正丁醇、正丙醇及異丙醇之測定。

## 氣相層吸條件：

- 層析管：Chromosorb W ( 60/80 mesh)上附被有10% P.E.G. 400，內徑 6.4 mm，長度 1.8 m 之玻璃管柱或相似之層析管。
- 檢出器：火焰離子檢出器
- 層析管溫度：90°C
- 檢出器溫度：150°C
- 注入器溫度：150°C
- 移動相氣體氮氣流速：45 mL/min

96

# 糖醇測定法

- 本法係以高效液相層析法測定乳糖醇製造時所得的乳糖醇及其他糖醇副產品
- 主要其他糖醇副產品包括有sorbitol, mannitol, galactitol (dulcitol), 其他 hexitol 及glycitol 等

高效液相層析條件：

- 層析管：Aminex HPX 87 (calcium form), 0.45 ~ 90  $\mu\text{m}$ , 7.8 ID $\times$  300 mm, 或其他適合糖類分析的層析管
- 層析管溫度：85 $^{\circ}\text{C}$
- 標準品：lactitol、sorbitol 及 mannitol 等
- 檢出器：折射率檢出器 (RI 檢出器)
- 移動相：水(經脫氣處理者)
- 流速：0.6 mL/min

97

# 氟化物檢查法

## 第 I 法( 硝酸鈦比色分析法)

- 本法係檢查檢品中所含氟化物是否超過其規定之限量。此限量通常以 F 計算，並以其重量百萬分率 (ppm) 表示之。

## 第 II 法 ( 離子選擇電極A 法)

## 第 III 法 ( 離子選擇性電極B 法)

## 第 IV 法 ( 離子選擇性電極C 法)



98

- 滴定法
  - 乙醯基(acetyl groups) 測定法
  - 二氧化硫測定法
  - 甲氧基測定法
  - 非皂化物測定法
  - 海藻酸定量法
  - 揮發性酸測定法
  - 氮測定法
  - 費氏水分測定法
  - 鈣鹽定量法
  - 羥丙基測定法
  - 還原糖測定法
- 其他
  - Dimethylpolysiloxane 黏度測定法
  - 一般鑑別試驗法
  - 甲基纖維素粘度測定法
  - 油脂類試驗法
  - 香料試驗法
  - 煤焦色素試驗法
  - 煤焦色素鋁麗基試驗法
  - 羧甲基纖維素鈉粘度測定法
  - 膠強度測定法

99

## 費氏水分測定法

- 本法係應用費氏試劑滴定檢品中所含之水分。
  - 測定法
    - 如檢品為無色物質，則滴定至終點時，其色即由棕黃變為琥珀色，可由視覺法判定其終點。
    - 如檢品為有色物質或滴定終點不明顯時，則需以電位法判定其終點。
- (1) 直接滴定法
  - (2) 逆滴定法



100

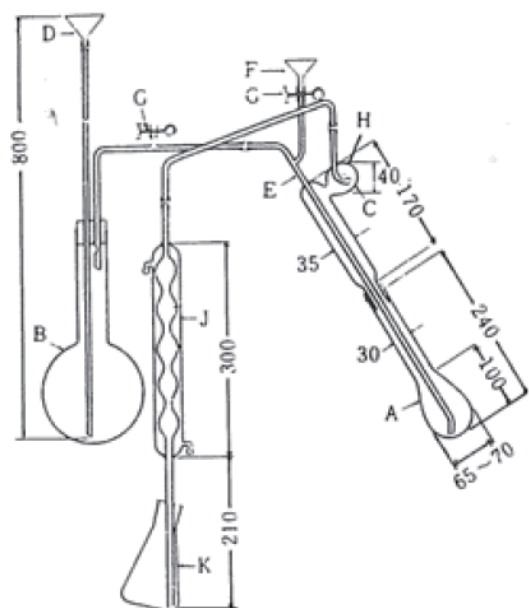
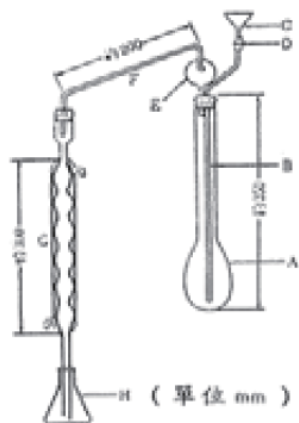
## ● 鈣鹽定量法

- 本法係採用四乙酸乙二胺二鈉(EDTA) 定量鈣含量之方法，分爲以 EDTA 之直接滴定法(第 I 法) 及加過量之 EDTA 後用醋酸鋅之逆滴定法(第 II 法)。

101

## 氮測定法

- 下列二法均屬凱氏(Kjeldahl) 法，用於有機物中氮含量之測定。

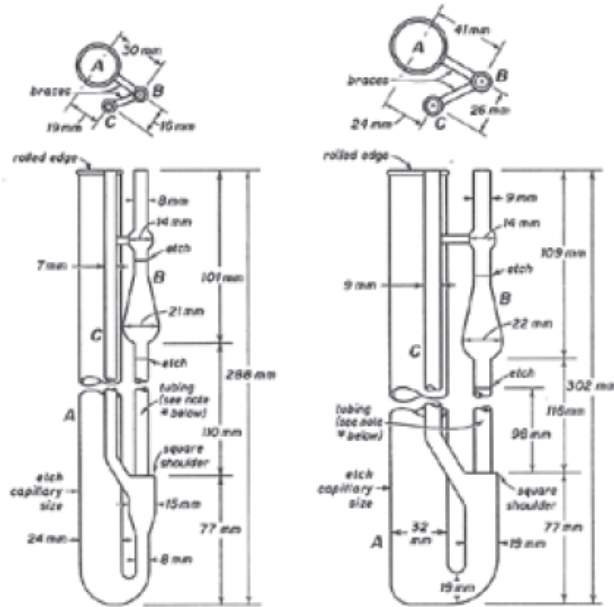


102



# 甲基纖維素粘度測定法

(1) 低粘度粘度計 (2) 高粘度粘度計



105

# Dimethylpolysiloxane 黏度測定法

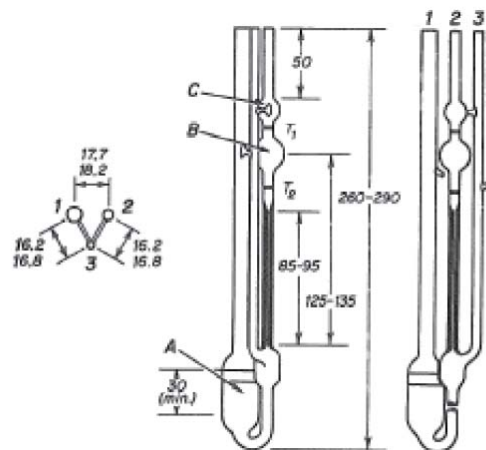
Dimethylpolysiloxane 黏度測定：

黏度測定依上述校正方法，測定檢品流出時間，並依下式計算 dimethylpolysiloxane 之黏度。

$$\text{Dimethylpolysiloxane 之黏度} = C \times t_2$$

C：黏度計黏度常數

$t_2$ ：檢品流出時間

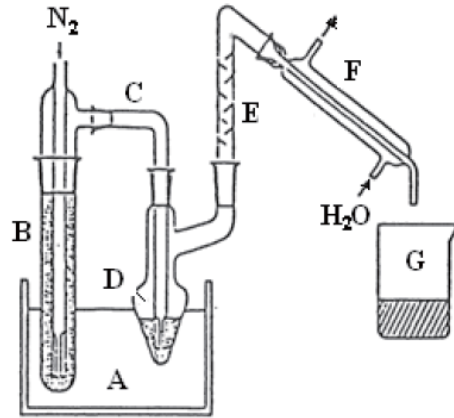


圖、Ubbelohde 黏度計 (單位：mm)

106

# 脛丙基測定法

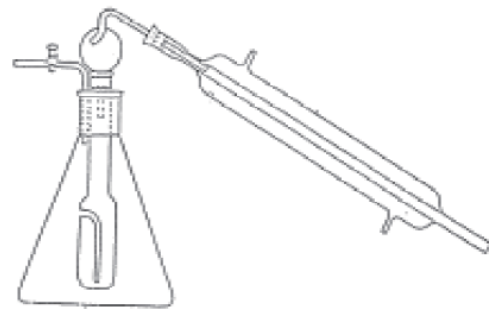
- A: 油浴，具溫度調節器，溫度可達 $155^{\circ}\text{C}$ 及可控制加熱速度
- B: 蒸氣發生器，浸於油浴中
- C: Bleeder 管，將由B之氮氣與蒸氣導至
- D: 底部
- D: 三角燒瓶，浸於油浴中，具側臂與E相連
- E: Vigreux 管柱
- F: 冷凝管
- G: 150 mL 燒杯



107

# 揮發性酸測定法

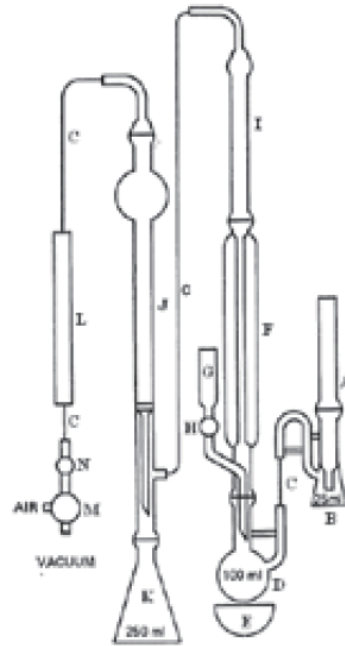
- 裝置：改良式 **Hortvet-Sellier** 蒸餾器
- U 形內管尺寸：38 x 203 mm



108

# 海藻酸定量法

- 用0.25 N 氫氧化鈉液為吸收液。
- 用 0.1 N 鹽酸液滴定
- 每 mL之 0.25 N 氫氧化鈉液之消耗量相當於 5.5 mg 之二氧化碳 (CO<sub>2</sub>)，結果以乾重計。



109

# 還原糖測定法

取銅試劑 25 mL 及乳糖醇 15 g 於 300 mL 之燒瓶中，加水 25 mL 使其溶解，加數粒沸石，以手持瓶，於火上加熱約於 2 分鐘內開始沸騰，將燒瓶置於石綿網上，接上迴流裝置，加熱煮沸正好 10 分鐘，立刻以水沖冷，5 分鐘後，加碘化鉀 3 g，再加 25% 鹽酸 20 mL 酸化之，並振搖直到停止產生氣體，剩餘泡沫，可加數滴乙醚去除。

加 2% 澱粉 1 mL 當指示劑，以 0.1N 硫代硫酸鈉液滴定直至藍色消失及沈澱物變成乳白色，另以銅試劑 25 mL 及水 25 mL 作一空白試驗校正之，對照下表以計算還原糖量（以乳糖計）。

0.1 N 硫代硫酸鈉液 (mL)	乳糖 (mg)
1	3.6
2	7.3
3	11.0
4	14.7
5	18.4
6	22.1
7	25.8
8	29.5
9	33.2
10	37.0
11	40.8
12	44.6
13	48.4
14	52.2
15	56.0
16	59.9
17	63.8
18	67.7
19	71.7
20	75.7
21	79.8
22	83.9
23	88.0

110



# 膠強度測定法

- 取本品 200 mg，精確稱定，置於瓷製均質機內，加水 10 mL，在 3500 rpm 攪拌均質 5 分鐘，移入直徑 15mm 試管中，在 10 mmHg 以下，抽出空氣後，在沸騰水浴中，精確加熱 10 分鐘，使形成膠狀，試管立即用流水冷卻 10 分鐘後於室溫放置 30 分鐘，從試管取出膠物，除去雙邊，切成 30 mm 長度切片，用**膠強度測定器(Curd Meter)**測定



$$\text{膠強度 (g/cm}^2\text{)} = \frac{W}{S} \times \frac{a}{100}$$

W：掛在彈簧之重量 (g)

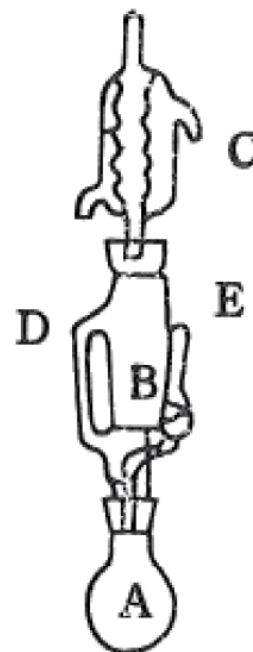
S：切片之切面面積 (cm<sup>2</sup>)

a：膠裂開點

111

# 粗脂肪測定法

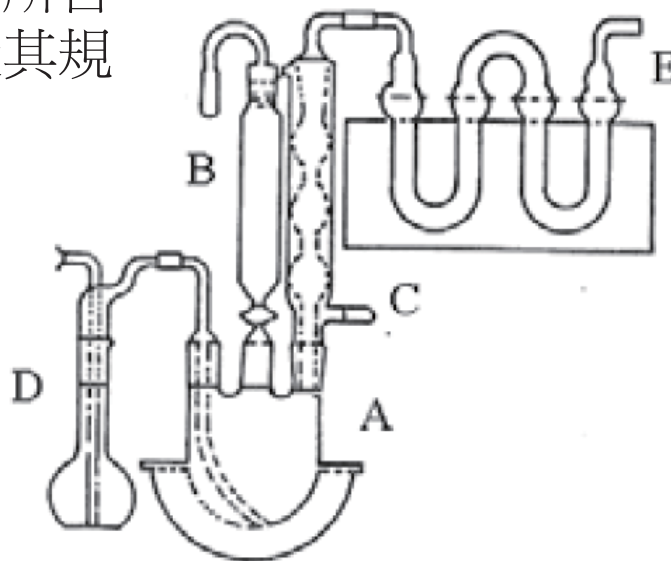
- 索氏脂肪抽出器 (Soxhlet Apparatus)



112

## 二氧化硫測定法

- 本法係檢查檢品中所含二氧化硫是否超過其規定限量。



113

## 乙醯基(acetyl groups) 測定法

取檢品約 5 g，精確稱定，置於圓底燒瓶中，加水 50 mL 溶解，再加數滴酚酞試液，並以 0.1N 氫氧化鈉液滴定至呈永久粉紅色。加 0.45N 氫氧化鈉溶液 25 mL，塞住瓶口，激烈振盪 30 分鐘後，去除瓶塞，以少許水清洗瓶塞及瓶壁，以 0.2N 鹽酸溶液滴定多餘鹼液至粉紅色消失，記錄 0.2 N 鹽酸之消耗量為 S mL。另作一空白試驗校正之，記錄 0.2 N 鹽酸之消耗量為 B mL。依下列公式計算乙醯基含量百分比：

$$\text{乙醯基 (\%)} = (B - S) \times N \times 0.043 \times 100/W$$

N：鹽酸溶液之正確當量濃度 (normality)

W：檢品重量 (g)

114

## 附錄A18. 煤焦色素試驗法

- (1) 水不溶物
- (2) 氯化物及硫酸鹽
- (3) 砷
- (4) 重金屬
- (5) 其他色素
- (6) 含量測定法
  - ① 三氯化鈦法
  - ② 重量法

115

## 附錄A19. 煤焦色素鋁麗基試驗法

- (1) 鹽酸及氨水不溶物
- (2) 水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽
- (3) 砷
- (4) 重金屬
- (5) 鋇
- (6) 其他色素
- (7) 含量測定法

116

## 附錄A21. 油脂類試驗法

(1) 酸價測定法

酸價為中和檢品 1 g 所需氫氧化鉀之 mg 數。

(2) 皂化價測定法

皂化價為中和及皂化檢品 1 g 中之游離酸及酯所需氫氧化鉀之 mg 數。

(3) 酯價測定法：

酯價係指皂化檢品 1 g 中酯所需氫氧化鉀之 mg 數。

(4) 羥基價測定法

將檢品 1 g 乙醯化時，與羥基結合之醋酸中和所需氫氧化鉀之 mg 數。

(5) 氧乙烯含量測定法

(6) 游離脂肪酸測定法

(7) 碘價測定法 (Wijs 法)

(8) 非皂化物測定法

117

## 附錄A 28. 香料試驗法

(1) 醇類含量定量法

(2) 醛類或酮類含量定量法

(3) 酯價測定法

(4) 酯含量定量法

(5) 氮化合物檢查法

(6) 皂化價測定法

(7) 酸價測定法

(8) 酚類含量定量法

118

# 食品添加物規格檢驗方法



行政院衛生署食品藥物管理局 機關介紹 食品添加物規格檢驗方法 - Mozilla Firefox

www.fda.gov.tw/itemize\_list.aspx?site\_content\_sn=1798

行政院衛生署 食品藥物管理局  
Food and Drug Administration, Department of Health, Executive Yuan.

您現在的位置於 首頁 > 業務專區 > 研究檢驗 > 食品添加物規格檢驗方法

食品添加物規格檢驗方法 字體大小 適中 放大 網頁更新日期: 2012-04-10

請選擇分類 全部 區域檢索 搜尋

序號	標題	發布日期
1	01001 己二胺酸	1996-08-14
2	01002 己二胺酸鈣	1996-08-14
3	01003 己二胺酸鈉	1990-06-18
4	01004 丙酸鈣	1996-08-14
5	01005 丙酸鈉	1996-08-14
6	01006 去水蘋果酸	1996-08-14
7	01007 去水蘋果酸鈉	1996-08-14
8	01008 苯甲酸	1996-08-14
9	01009 苯甲酸鈉	1990-06-18
10	01010 對羥基苯甲酸乙酯	1996-08-14
11	01011 對羥基苯甲酸丙酯	1996-08-14
12	01012 對羥基苯甲酸丁酯	1996-08-14

[http://www.fda.gov.tw/itemize\\_list.aspx?site\\_content\\_sn=1798](http://www.fda.gov.tw/itemize_list.aspx?site_content_sn=1798)