

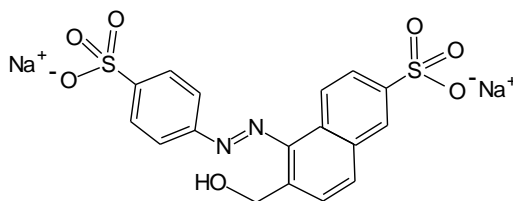
食品添加物規格檢驗方法－食用黃色五號

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

§ 09006

食用黃色五號

Sunset Yellow FCF (Food Yellow No. 5)



分子式： $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$

分子量：452.38

- 含 量**：本品之色素總量應在85%以上。
- 外 觀**：本品係由 disodium 6-hydroxy-5-(4-sulfonatophenylazo)-2-naphthalenesulfonate、其他色素，混合非呈色物質氯化鈉及(或)硫酸鈉所組成。本品為橙紅色粉末或顆粒。
- 鑑 別**：取本品0.1 g，溶於0.04 N醋酸銨溶液，測定此溶液之吸收光譜時，在波長484 nm處應有最大吸收，比吸光值為0.054 L/(mg.cm)。
- 溶 解 度**：本品可溶於水，微溶於乙醇。
- 乾 燥 減 重**：(1)乾燥減重：取本品2.0~3.0 g，精確稱定，置於已知重量之坩鍋內，於烘箱內以135°C乾燥至恆重，計算其減失重量(%)。
(2)氯化物及硫酸鹽：取本品約2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法『氯化物及硫酸鹽』檢查法(附錄A-18)檢查之。
乾燥減重、氯化物及硫酸鹽(以鈉鹽計)之合計應在15%以下。
- 水 不 溶 物**：取本品約2 g，精確稱定，按照煤焦色素試驗法『水不溶物檢查法』(附錄A-18)檢查之，其所含水不溶物應在0.2%以下。
- 其 他 色 素**：利用濾紙層析法測定檢品中「其他色素」之含量，應在5%以下。
 - (1)檢品溶液之配製
取檢品約1.0 g，精確稱定，加水溶解使成100 mL，供作檢品溶液。
 - (2)標準溶液之配製
量取檢品溶液5 mL，加水稀釋使成100 mL，供作標準溶液。
 - (3) Trisodium 2-hydroxy-1-(4-sulfonatophenylazo)naphthalene-

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

3,6-disulfonate標準溶液之配製

取trisodium 2-hydroxy-1-(4-sulfonatophenylazo)naphthalene-3,6-disulfonate標準品1.0 g，加水溶解使成100 mL，供作標準溶液。

(4)展開液之配製

2-丁酮、丙酮、水及氨水(比重0.880)以700：300：300：2之比例混合，振搖2分鐘，取上層作為展開液。

(5)測定法

a. 將檢品溶液0.1 mL點於濾紙層析用濾紙上(Whatman No. 1, 20 cm × 20 cm)，室溫乾燥1~2小時或置於50°C乾燥箱乾燥5分鐘，再置於室溫15分鐘後，進行濾紙層析分析，另取一濾紙層析用濾紙作空白試驗。同時用展開溶媒，以上昇法展開至17公分。取出濾紙，於50~60°C乾燥箱乾燥10~15分鐘後，將各副色素斑點處，分別剪成濾紙條，分置於試管中，各加水：丙酮(1:1, v/v)混合溶液5 mL，搖動2~3分鐘，再加0.05 N碳酸氫鈉溶液15 mL，振搖混合後，分別以9公分粗孔隙濾紙過濾至乾淨試管，濾液供作色素萃取液。另取水：丙酮(1:1, v/v)混合溶液5 mL及0.05 N碳酸氫鈉溶液15 mL，經過濾後作為對照溶液。檢品之色素萃取液對應對照溶液，置於40-mm密閉吸光槽，於最大吸收波長處測吸光度。檢品色素萃取液所測得吸光度再以空白試驗之色素萃取液所測得吸光度校正之。另將標準溶液0.1 mL點於濾紙層析用濾紙上，依前述檢品溶液相同步驟操作，並測定總吸光度(A_s)，以下列計算式求得檢品中其他色素之含量(%)，其量應在5%以下。

檢品中其他色素之含量(%)

$$= 100 \times L \times D \times (A_a + A_b + A_c \dots A_n) / A_s$$

L：檢品「其他色素」之限量

D：檢品之色素總量(%)

$A_a + A_b + A_c \dots A_n$ ：檢品溶液之所有其他色素吸光度之和

A_s ：標準溶液之吸光度

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

b. 將Trisodium 2-hydroxy-1-(4-sulfonatophenylazo)naphthalene-3,6-disulfonate標準溶液0.1 mL點於濾紙層析用濾紙上，以前述檢品溶液相同步驟操作，確認斑點位置。Trisodium 2-hydroxy-1-(4-sulfonatophenylazo)naphthalene-3,6-disulfonate不予計入時，檢品中其他色素之含量應在2%以下。

8. 色素以外之有機化合物

：利用高效液相層析法測定檢品中
4-amino-1-benzenesulfonic acid、
3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、
6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid、
7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、
4,4'-diazaminodibzenesulfonic acid及
6,6'-oxydi-2-naphthalenesulfonic acid之含量，
總量應在0.5%以下。

(1) 檢品溶液之配製

取檢品約0.5 g，精確稱定，溶解於0.02 M醋酸銨溶液100 g中，供作檢品溶液。

(2) 標準溶液之配製

取4-amino-1-benzenesulfonic acid、
3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、
6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid、
7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、
4,4'-diazaminodibzenesulfonic acid及
6,6'-oxydi-2-naphthalenesulfonic acid標準品各約10 mg，精確稱定，加醋酸銨溶液(7.7→1000)使成100 mL，精確量取10 mL，加醋酸銨溶液(7.7→1000)使成100 mL，作為標準原液。各量取1.0、1.5、2.0、2.5及3.0 mL分別置於100 mL容量瓶，各加醋酸銨溶液(7.7→1000)定容，供作標準溶液。

(3) 移動相溶液之調製

移動相溶液A：0.2 N醋酸銨溶液

移動相溶液B：甲醇

(4) 測定法

精確量取檢品溶液及各標準溶液20 μ L，分別依下列條件進

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

行高效液相層析，就檢品溶液所得波峰滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並以下列計算式求得檢品中

4-amino-1-benzenesulfonic acid、
3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、
6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid、
7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、
4,4'-diazoaminodibenzenesulfonic acid及
6,6'-oxydi-2-naphthalenesulfonic acid含量。

檢品中4-amino-1-benzenesulfonic acid、
3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、
6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid、
7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、
4,4'-diazoaminodibenzenesulfonic acid及
6,6'-oxydi-2-naphthalenesulfonic acid之含量(%)

$$= \frac{C \times V}{M} \times 100$$

C：由標準曲線求出檢品溶液中

4-amino-1-benzenesulfonic acid、
3-hydroxy-2,7-naphthalenedisulfonic acid、
6-hydroxy-2-naphthalenesulfonic acid、
7-hydroxy-1,3-naphthalenedisulfonic acid、
4,4'-diazoaminodibenzenesulfonic acid及
6,6'-oxydi-2-naphthalenesulfonic acid之濃度(mg/mL)

V：檢品定容之體積(mL)

M：檢品之採取量(mg)

高效液相層析條件：

層析管：C-18 on silica gel，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm

前置管：C-18 on silica gel，5 μm，內徑4.6 mm × 15 cm

可見光檢出器：波長435 nm

移動相溶液：A液與B液採線性梯度遞變(linear gradient)，2~100 % (4 %/min)

移動相流速：1.0 mL/min

9. 未磺酸化一：(1)苯胺(aniline)標準溶液之配製

級芳香族胺

於小燒杯中稱取預經蒸餾之苯胺標準品0.1 g，再移至100

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

mL容量瓶，以水洗燒杯數次，合併洗液，於室溫下加3 N鹽酸溶液30 mL，以水定容。取10 mL，以水稀釋至100 mL (0.0001 g/mL)，供作標準溶液，臨用時配製。

(2)標準曲線之製作

量取標準溶液5、10、15、20及25 mL，分別置於100 mL容量瓶，以1 N鹽酸溶液定容，量取10 mL至乾淨之乾燥試管，浸於裝有冰水之燒杯內冷卻。各試管分別加50%溴化鉀溶液1 mL及0.5 N硝酸鈉溶液0.05 mL，混勻，於冰水浴中靜置10分鐘，進行重氮化反應(diazotization)，再將試管內重氮化之標準溶液移入內含0.05 N R鹽(2-naphthol-3,6-disulfonic acid, disodium salt)溶液1 mL及2 N碳酸鈉溶液10 mL之25 mL容量瓶，以水數滴洗試管，併入容量瓶中，再以水定容，蓋上瓶蓋，混勻，於暗處靜置15分鐘，供作偶化(coupled)之標準溶液。另取1 N鹽酸溶液10 mL、碳酸鈉溶液10 mL及R鹽溶液2 mL，以水定容至25 mL之混合溶液作為對照溶液。將各偶化之標準溶液及對照溶液，置於40-mm吸光槽，於波長510 nm處測吸光度。以吸光度對應標準溶液每100 mL之苯胺含量(g)製作標準曲線。

(3)測定法

取檢品約2.0 g，精確稱定，置於內含水100 mL之分液漏斗，以水50 mL洗分液漏斗內壁，搖動以溶解檢品，再加1 N氫氧化鈉溶液5 mL。以每次甲苯50 mL萃取2次，合併萃取液，加1 N氫氧化鈉溶液10 mL洗萃取液，再以每次3 N鹽酸溶液10 mL萃取3次，合併萃取液，以水定容至100 mL (T試液)。取T試液10 mL至乾淨之乾燥試管，浸於裝有冰水之燒杯內冷卻。加溴化鉀溶液1 mL及硝酸鈉溶液0.05 mL，混勻，置於冰水浴中靜置10分鐘，進行重氮化反應(diazotization)，再將試管內重氮化之檢品溶液移入內含R鹽溶液1 mL及碳酸鈉溶液10 mL之25 mL容量瓶，以水數滴洗試管，併入容量瓶中，再以水定容，蓋上瓶蓋，混勻，於暗處靜置15分鐘，供作偶化(coupled)之檢品溶液。另取T試液10 mL、碳酸鈉溶液10 mL及R鹽溶液2 mL，以水定

79年6月18日署授食字第879718號公告訂定
99年10月20日署授食字第0991903645號公告修正
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
109年9月1日衛授食字第1091901590號公告修正

容至25 mL作為對照溶液。將偶化之檢品溶液及對照溶液，置於40-mm吸光槽，於波長510 nm處測吸光度，以下列計算式求得檢品中未磺酸化一級芳香族胺之含量(%)，其量應在0.01%以下(以苯胺計)。

檢品中未磺酸化一級芳香族胺之含量(%) = $100 \times W_A / W$

W_A ：由標準曲線求出檢品中苯胺含量(g)

W ：檢品之採取量(g)

10. 醚萃出物：(1)乙醚之純化

乙醚經蒸餾後，以氧化鋁管柱淨化，去除過氧化物。量取純化後之乙醚10 mL，加入硫氰酸亞鐵溶液(0.1 N硫酸亞鐵溶液與0.1 N硫氰化鉍溶液以1：1 (v/v)之比例混合) 50 mL，不應有紅色產生。

(2)測定法

懸掛一銅線於索氏萃取器(Soxhlet Extractor)之冷凝管，另置銅線圈0.5 g於蒸餾燒瓶。取本品約2 g，精確稱定(W_s)，置於索氏萃取器，以新鮮純化之乙醚150 mL迴流萃取5小時後，於水浴上將乙醚濃縮至約5 mL，置於已知重量之蒸發皿(W_1)，於水浴上蒸乾，再於105°C乾燥至恆量(W_2)，以下列計算式求得醚萃出物(%)，其量應在0.2%以下。

醚萃出物(%) = $100 \times (W_2 - W_1) / W_s$

11. 鉛：取本品1.0 g，精確稱定，按照鉛試驗法(附錄A-24)試驗之，其所含鉛(Pb)應在2 mg/kg以下。
12. 砷：取本品1.5 g，精確稱定，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2 mg/kg以下。
13. 含量測定：取本品約1.5 g，精確稱定，加水溶解並定容至250 mL，精確量取此液50 mL作為檢品溶液，按照煤焦色素試驗法(6)『含量測定』①三氯化鈦法A(附錄A-18)定量之，每mL之0.1 N三氯化鈦液相當於11.31 mg之 $C_{16}H_{10}N_2Na_2O_7S_2$ 。

參考文獻：

厚生労働省。2018。食用黄色5号。第9版食品添加物公定書。693-695頁。東京，日本。