

食品器具、容器、包裝檢驗方法—聚對苯二甲酸乙二酯塑膠類之檢驗修正總說明

為加強食品器具、容器、包裝之管理，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，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰擬具「食品器具、容器、包裝檢驗方法—聚對苯二甲酸乙二酯塑膠類之檢驗」，其修正要點如下：

- 一、修正英文標題。
- 二、鉛及鎘之檢驗(材質試驗)：增列儲存瓶、0.1 N 硝酸溶液之調製，修正試藥、標準溶液之配製濃度範圍及含量測定。
- 三、高錳酸鉀消耗量之檢驗(溶出試驗)：增列容量瓶及試劑之調製(硫酸：水溶液、0.01 N 高錳酸鉀溶液及 0.01 N 草酸鈉溶液)，修正測定。
- 四、重金屬之檢驗(溶出試驗)：增列試劑之調製(0.1 N 硝酸溶液及 4% 醋酸溶液)，修正試藥、鉛標準溶液之配製及可盛裝液體容器類之檢液之調製。
- 五、蒸發殘渣之檢驗(溶出試驗)：增列試劑之調製(4% 醋酸溶液及 20% 乙醇溶液)，修正含量測定。
- 六、銻、鍺之檢驗(溶出試驗)：因應檢測裝置由「石墨爐式原子吸收光譜儀」修正為「感應耦合電漿質譜儀」，故檢驗方法、裝置、試藥、器具及材料、試劑之調製、標準溶液之配製、檢液之調製、標準曲線之製作及含量測定一併修正。
- 七、修正鉛、鎘、銻及鍺之定量極限。
- 八、增列附註二及三。
- 九、增列參考文獻。

食品器具、容器、包裝檢驗方法－聚對苯二甲酸 乙二酯塑膠類之檢驗修正對照表

修正規定	現行規定	說明
Methods of Test for Food Utensils, Containers and Packages - Test of Polyethylene Terephthalate Plastic Products 1. 適用範圍：本檢驗方法適用於塑膠類聚對苯二甲酸乙二酯食品器具、容器、包裝之檢驗。 2. 材質鑑別：依「食品器具、容器、包裝檢驗方法－塑膠類之檢驗」進行鑑別。 3. 材質試驗： 3.1. 鉛之檢驗： 3.1.1. 檢驗方法：<u>檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。</u> 3.1.1.1. 裝置： 3.1.1.1.1. 原子吸收光譜儀：具波長 283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管者。 3.1.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$以內者。 3.1.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。 3.1.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達$18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$以上)；鉛對照用標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 3.1.1.3. 器具及材料： 3.1.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.1.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、<u>50 mL</u>及100 mL，Pyrex材質。 3.1.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.1.1.4. <u>0.1 N硝酸溶液之調製：</u> <u>取硝酸7 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。</u> 3.1.1.5. 標準溶液之配製： 精確量取鉛對照用標準品<u>1 mL</u>，置於	Method of Test for Food Utensils, Containers and Packages - Test of Polyethylene Terephthalate Plastic Products 1. 適用範圍：本檢驗方法適用於塑膠類聚對苯二甲酸乙二酯食品器具、容器、包裝之檢驗。 2. 材質鑑別：依「食品器具、容器、包裝檢驗方法－塑膠類之檢驗」進行鑑別。 3. 材質試驗： 3.1. 鉛之檢驗： 3.1.1 檢驗方法：原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS) 3.1.1.1 裝置： 3.1.1.1.1 原子吸收光譜儀 (<u>Atomic absorption spectrophotometer</u>)：具波長 283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管者。 3.1.1.1.2 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$以內者。 3.1.1.1.3 加熱板(Hot plate)。 3.1.1.1.4 <u>去離子水製造器(Deionized water generator)：製造去離子水之電阻係數可達 $18\text{ m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上。</u> 3.1.1.2 器具及材料： 3.1.1.2.1 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.1.1.2.2 容量瓶^(註)：10 mL、100 mL，pyrex 材質。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.1.1.3 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級，鉛標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 3.1.1.4 標準溶液之配製：	一、修正英文標題。 二、鉛及鎘之檢驗(材質試驗)：增列儲存瓶、0.1 N 硝酸溶液之調製，修正試藥、標準溶液之配製濃度範圍及含量測定。 三、高錳酸鉀消耗量之檢驗(溶出試驗)：增列容量瓶及試劑之調製(硫酸：水溶液、0.01 N 高錳酸鉀溶液及 0.01 N 草酸鈉溶液)，修正測定。 四、重金屬之檢驗(溶出試驗)：增列試劑之調製(0.1 N 硝酸溶液及 4% 醋酸溶液)，修正試藥、鉛標準溶液之配製及可盛裝液體容器類之檢液之調製。 五、蒸發殘渣之檢驗(溶出試

50 mL容量瓶中，以0.1 N硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。<u>臨用時精確量取適量標準原液，以0.1 N硝酸溶液稀釋至0.5~10.0 µg/mL，供作標準溶液。</u> 3.1.1.6. 檢液之調製： 將檢體細切成5 mm以下之小塊，取約1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸10滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以450℃灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一空白坩堝，滴加硫酸10滴，<u>依上述步驟</u>同樣操作，供作空白檢液。 3.1.1.7. 含量測定： 將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長283.3 nm處測定其吸光值，就檢液及空白檢液之吸光值依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)： $\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(µg/mL) <u>C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(µg/mL)</u> V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 3.2. 鎘之檢驗： 3.2.1. 檢驗方法：<u>檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。</u> 3.2.1.1. 裝置： 3.2.1.1.1. 原子吸收光譜儀：具波長228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管者。 3.2.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在±1.5℃以內者。 3.2.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。 3.2.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25℃可達18	精確量取<u>適量</u>鉛標準品，以0.1 N硝酸溶液稀釋至2.0~10.0 µg/mL，供作標準溶液。 3.1.1.5 檢液之調製： 將檢體細切成5 mm以下之小塊，取約1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸10滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以450℃灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸10滴，同樣操作，供作空白檢液。 3.1.1.6 含量測定： 將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長283.3 nm處測定其吸光度，就檢液扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)。 $\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(µg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 3.2 鎘之檢驗： 3.2.1 檢驗方法：<u>原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS)</u> 3.2.1.1 裝置： 3.2.1.1.1 原子吸收光譜儀 (<u>Atomic absorption spectrophotometer</u>)：具波長228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管者。 3.2.1.1.2 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在±1.5℃以內者。 3.2.1.1.3 加熱板(Hot plate)。 3.2.1.1.4 去離子水製造器(Deionized	驗)：增列試劑之調製(4%醋酸溶液及20%乙醇溶液)，修正含量測定。 六、銻、鍺之檢驗(溶出試驗)：因應檢測裝置由「石墨爐式原子吸收光譜儀」修正為「感應耦合電漿質譜儀」，故檢驗方法、裝置、試藥、器具及材料、試劑之調製、標準溶液之配製、檢液之調製、標準曲線之製作及含量測定一併修正。 七、修正鉛、鎘、銻及鍺之定量極限。 八、增列附註二及三。 九、增列參考文獻。 十、增修訂部分文字。
--	--	--

MΩ·cm以上)；<u>鎘對照用標準品(1000 μg/mL)</u>採用原子吸光分析級。 3.2.1.3. 器具及材料： 3.2.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.2.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、<u>50 mL</u>及100 mL，Pyrex材質。 3.2.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.2.1.4. 0.1 N硝酸溶液之調製： <u>取硝酸7 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。</u> 3.2.1.5. 標準溶液之配製： <u>精確量取鎘對照用標準品1 mL，置於50 mL容量瓶中，以0.1 N硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。</u> <u>臨用時精確量取適量標準原液，以0.1 N硝酸溶液稀釋至0.05~1.0 μg/mL，供作標準溶液。</u> 3.2.1.6. 檢液之調製： 將檢體細切成5 mm以下之小塊，取約1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸10滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以450℃灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一<u>空白坩堝</u>，滴加硫酸10滴，<u>依上述步驟</u>同樣操作，供作空白檢液。 3.2.1.7. 含量測定： 將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長228.8 nm處測定其吸光值，就檢液及空白檢液之吸光值依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)： $\text{檢體中鎘之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL)	<u>water generator)：製造去離子水之電阻係數可達 18 mΩ/cm 以上。</u> 3.2.1.2. 器具及材料： 3.2.1.2.1 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.2.1.2.2 容量瓶^(註)：10 mL、100 mL，pyrex 材質。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.2.1.3 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級，<u>鎘標準品(1000 μg/mL)</u>採用原子吸光分析級。 3.2.1.4 標準溶液之配製： 精確量取<u>適量鎘標準品</u>，以0.1 N硝酸溶液稀釋至<u>0.2~1.0 μg/mL</u>，供作標準溶液。 3.2.1.5 檢液之調製： 將檢體細切成5 mm以下之小塊，取約1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸10滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以450℃灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸10滴，同樣操作，供作空白檢液。 3.2.1.6 含量測定： 將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長228.8 nm處測定其吸光度，就檢液<u>扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之</u>，依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)。 $\text{檢體中鎘之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL)	
---	---	--

C_0 ：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

4. 溶出試驗：

4.1. 高錳酸鉀消耗量之檢驗：

4.1.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以滴定分析之方法。

4.1.1.1. 裝置：

4.1.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.2. 試藥：高錳酸鉀及草酸鈉均採用試藥特級；硫酸採用試藥級。

4.1.1.3. 器具及材料：

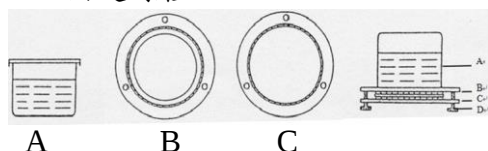
4.1.1.3.1. 單面溶出器具：依圖一各部分組成：

A：移行槽，玻璃製，內徑 9 cm(表面積為 63.62 cm^2)，外徑 11.5 cm，瓶高 7 cm。

B：圓環，貼有橡膠墊圈，鐵弗龍製或不銹鋼製。內徑 9 cm，外徑 15 cm，高 1.8 cm。

C：圓盤，貼有橡膠墊圈，鐵弗龍製或不銹鋼製。直徑 15 cm，高 1.8 cm。

D：固定螺栓。



4.1.1.3.2. 三角燒瓶：250 mL。

4.1.1.3.3. 滴定管：25 mL，最小刻度為 0.05 mL，褐色。

4.1.1.3.4. 容量瓶：1000 mL，Pyrex材質。

4.1.1.4. 試劑之調製：

4.1.1.4.1. 硫酸：水(1:2, v/v)溶液：

取硫酸與去離子水以1：2 (v/v)比例混勻。

4.1.1.4.2. 0.01 N 高錳酸鉀溶液：

稱取高錳酸鉀0.33 g，置於1000 mL容量瓶中，以水溶解並定容，使用時以0.01 N草酸鈉溶液標定其力價。

4.1.1.4.3. 0.01 N草酸鈉溶液：

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

4. 溶出試驗：

4.1 高錳酸鉀消耗量之檢驗：

4.1.1 檢驗方法：滴定法(titrimetry)

4.1.1.1 裝置：

4.1.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.2 器具及材料：

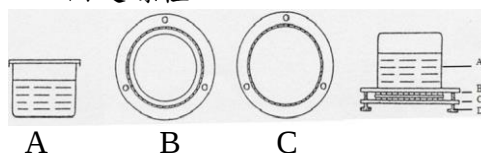
4.1.1.2.1 單面溶出器具：依圖一各部分組成：

A：移行槽，玻璃製，內徑 9 cm(表面積為 63.62 cm^2)，外徑 11.5 cm，瓶高 7 cm。

B：圓環，貼有橡膠墊圈，鐵弗龍製或不銹鋼製。內徑 9 cm，外徑 15 cm，高 1.8 cm。

C：圓盤，貼有橡膠墊圈，鐵弗龍製或不銹鋼製。直徑 15 cm，高 1.8 cm。

D：固定螺栓。



4.1.1.3 試藥：高錳酸鉀及草酸鈉均採用試藥特級，硫酸採用試藥級。

4.1.1.2.2 三角燒瓶：250 mL。

4.1.1.2.3 滴定管：25 mL，最小刻度為 0.05 mL，褐色。

稱取草酸鈉 0.67 g，置於 1000 mL 容量瓶中，以水溶解並定容。

4.1.1.5. 檢液之調製：

4.1.1.5.1. 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之水，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之水 2 mL，用鋁箔覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

4.1.1.5.2. 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之水 2 mL，以下同 4.1.1.5.1. 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表一所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之水 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與水接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。表一、高錳酸鉀消耗量溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者
95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者

4.1.1.6. 測定：

取水 100 mL 置三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液 5 mL 及 0.01 N 高錳酸鉀溶液 10 mL，加熱煮沸 5 分鐘，去除此液，以水洗淨三角燒瓶。精確量取檢液 100 mL 置於三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液 5 mL，並以褐色滴定管滴入 0.01 N 高錳酸鉀溶液

4.1.1.4 檢液之調製：

4.1.1.4.1 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之水，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之水 2 mL，用鋁箔覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

4.1.1.4.2 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之水 2 mL，以下同 4.1.1.4.1 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表一所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之水 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與水接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。表一、高錳酸鉀消耗量溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者
95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者

4.1.1.5 測定：

取水 100 mL 置三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液 5 mL 及 0.01 N 高錳酸鉀溶液 10 mL，加熱煮沸 5 分鐘，去除此液，以水洗淨三角燒瓶。精確量取檢液 100 mL 置於三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液 5 mL，並以褐色滴定管滴入 0.01 N 高錳酸鉀溶液 10

10 mL，加熱煮沸 5 分鐘或於沸水浴中加熱 15 分鐘，停止加熱後，立即以另一支滴定管滴入 0.01 N 草酸鈉溶液 10 mL 脫色，並立即滴加 0.01 N 高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為 0.01 N 高錳酸鉀溶液之滴定量(mL)。另取水 100 mL 同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出溶出液中高錳酸鉀消耗量(ppm)： 溶出液中高錳酸鉀消耗量 (ppm) $= \frac{(a-b) \times f \times 1000 \times 0.316 \times V}{100 \times 2 \times A}$ a：檢液之 0.01 N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) b：空白試驗之 0.01 N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) f：0.01 N 高錳酸鉀溶液之力價 V：溶出液體積(mL) A：檢體與溶液接觸之面積(cm²) 4.2. 重金屬之檢驗： 4.2.1. 檢驗方法：<u>檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。</u> 4.2.1.1. 裝置： 4.2.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。 4.2.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。 4.2.1.2. 試藥：<u>冰醋酸採用試藥特級；硝酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級；去離子水(比電阻於25℃可達18 MΩ·cm以上)；鉛對照用標準品(1000 µg/mL)採用原子吸光分析級。</u> 4.2.1.3. 器具及材料： 4.2.1.3.1. 單面溶出器具：同 4.1.1.3.1. 節。 4.2.1.3.2. 納氏比色管(Nessler tube)：50 mL，內徑為 20 mm，並附有刻度者。 4.2.1.4. 試劑之調製： 4.2.1.4.1. 0.1 N硝酸溶液：<u>取硝酸0.7 mL，緩緩加入去離子水60 mL中，再加去離子水使成100 mL。</u> 4.2.1.4.2. 硫化鈉溶液：<u>稱取硫化鈉 5 g，溶於去離子水 10</u>	mL，加熱煮沸 5 分鐘或於沸水浴中加熱 15 分鐘，停止加熱後，立即以另一支滴定管滴入 0.01 N 草酸鈉溶液 10 mL 脫色，並立即滴加 0.01 N 高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為 0.01 N 高錳酸鉀溶液之滴定量(mL)。另取水 100 mL 同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出溶出液中高錳酸鉀消耗量(ppm)。 溶出液中高錳酸鉀消耗量 (ppm) $= \frac{(a-b) \times f \times 1000}{100} \times 0.316$ a：檢液之 0.01 N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) b：空白試驗之 0.01 N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) f：0.01 N 高錳酸鉀溶液之力價 4.2 重金屬之檢驗： 4.2.1 檢驗方法：比色法(colorimetry) 4.2.1.1 裝置： 4.2.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。 4.2.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。 4.2.1.2 器具及材料： 4.2.1.2.1 單面溶出器具：同 4.1.1.2.1 節。 4.2.1.2.2 納氏比色管(Nessler tube)：50 mL，內徑為 20 mm，並附有刻度者。 4.2.1.3 試藥：<u>冰醋酸及硝酸鉛均採用試藥特級，硝酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級。</u> 4.2.1.5.2 硫化鈉溶液之配製：<u>稱取硫化鈉 5 g，溶於水 10 mL，加甘</u>	
--	--	--

mL，加甘油 30 mL 混合，密封貯存於避光處，使用期限 3 個月。

4.2.1.4.3. 4%醋酸溶液：

取冰醋酸40 mL，加去離子水使成1000 mL。

4.2.1.5. 鉛標準溶液之配製：

精確量取適量鉛對照用標準品，以0.1 N硝酸溶液稀釋至10.0 µg/mL，供作標準溶液。

4.2.1.6. 檢液之調製：

4.2.1.6.1. 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，先經容器表面積每 cm^2 ，加入溶出用溶劑 2 mL 之換算後，供作檢液。

4.2.1.6.2. 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，以下同 4.2.1.6.1 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表二所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與 4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表二、重金屬溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
------	----

油 30 mL 混合，密封貯存於避光處，使用期限 3 個月。

4.2.1.4 鉛標準溶液之配製：

精確稱取硝酸鉛159.8 mg，溶於10%硝酸溶液10 mL，再加水並定容至1000 mL，作為標準原液(含鉛100 µg/mL)^(註)。使用時，精確量取標準原液10 mL，加水定容至100 mL，供作標準溶液(含鉛10 µg/mL)。

註：本溶液之調製及保存均須使用不含可溶性鉛鹽之玻璃器具。

4.2.1.6 檢液之調製：

4.2.1.6.1 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

4.2.1.6.2 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，以下同 4.2.1.6.1 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表二所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與 4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表二、重金屬溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
------	----

60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者	60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者	
95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者	95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者	
4.2.1.7. 測定： 精確量取規定量之檢液，置於納氏比色管中，加水至 50 mL。精確量取鉛標準溶液 2 mL 置於另一支納氏比色管中，加 4%醋酸溶液 20 mL 並加水至 50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液 <u>2</u> 滴，振搖混合，放置 <u>2</u> 分鐘，在白色背景下由上方觀察時，檢液之呈色不得較標準溶液之呈色為深。 4.3. 蒸發殘渣之檢驗： 4.3.1. 檢驗方法：<u>檢體經溶出，其溶出液蒸發後稱重之方法。</u> 4.3.1.1. 裝置： 4.3.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在±1°C 以內者。 4.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1°C 以內者。 4.3.1.2. 試藥：乙醇(95%)；冰醋酸及正庚烷均採用試藥特級。 4.3.1.3. 器具及材料： 4.3.1.3.1. 單面溶出器具：同 4.1.1.3.1. 節。 4.3.1.3.2. 蒸發皿：材質為石英或白金製。 4.3.1.4. 試劑之調製： 4.3.1.4.1. 4%醋酸溶液：<u>取冰醋酸40 mL，加水使成1000 mL。</u> 4.3.1.4.2. 20%乙醇溶液：<u>取乙醇210 mL，加水使成1000 mL。</u> 4.3.1.5. 檢液之調製： 4.3.1.5.1. 可盛裝液體容器類： 檢體用水洗淨乾燥後，依表三所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 2 mL，用鋁箔(4%醋酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之		4.2.1.7. 測定： 精確量取規定量之檢液，置於納氏比色管中，加水至 50 mL。精確量取鉛標準溶液 2 mL 置於另一支納氏比色管中，加 4%醋酸溶液 20 mL 並加水至 50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液<u>兩</u>滴，振搖混合，放置<u>兩</u>分鐘，在白色背景下由上方觀察時，檢液之呈色不得較標準溶液之呈色為深。 4.3 蒸發殘渣之檢驗： 4.3.1 檢驗方法：<u>重量法(gravimetry)</u> 4.3.1.1 裝置： 4.3.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在±1°C 以內者。 4.3.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1°C 以內者。 4.3.1.2 器具及材料： 4.3.1.2.1 單面溶出器具：同 4.1.1.2.1 節。 4.3.1.2.2 蒸發皿：材質為石英或白金製。 4.3.1.3 試藥：乙醇、冰醋酸及正庚烷均採用試藥特級。 4.3.1.4 檢液之調製： 4.3.1.4.1 可盛裝液體容器類： 檢體用水洗淨乾燥後，依表三所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 2 mL，用鋁箔(4%醋酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之水		

水浴中，並時時輕搖，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。

4.3.1.5.2. 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，依表三所列溶出條件，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 2 mL，以下同 4.3.1.5.1. 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表三所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與溶出用溶劑接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。

表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝	水	60°C，30 分鐘 ^a
		95°C，30 分鐘 ^b
pH 5 以下(含 pH 5)之食品用器具、容器、包裝	4%醋酸溶液	60°C，30 分鐘 ^a
		95°C，30 分鐘 ^b
油脂及脂肪性食品用器具、容器、包裝	正庚烷	25°C，1 小時
酒類用器具、容器、包裝	20%乙醇溶液	60°C，30 分鐘

^a 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者。

^b 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者。

浴中，並時時輕搖，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。

4.3.1.4.2 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，依表三所列溶出條件，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 2 mL，以下同 4.3.1.4.1 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表三所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與溶出用溶劑接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。

表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝	水	60°C，30 分鐘 ^a
		95°C，30 分鐘 ^b
pH 5 以下(含 pH 5)之食品用器具、容器、包裝	4%醋酸	60°C，30 分鐘 ^a
		95°C，30 分鐘 ^b
油脂及脂肪性食品用器具、容器、包裝	正庚烷	25°C，1 小時
酒類用器具、容器、包裝	20%酒精	60°C，30 分鐘

^a 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者。

^b 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者。

4.3.1.6. 含量測定：

精確量取檢液 200~300 mL，置於預先在 105℃ 乾燥至恆量之蒸發皿中，於水浴中蒸發至乾後，移入烘箱，於 105℃ 乾燥 2 小時後，取出，移入乾燥器內，冷卻至室溫時迅速稱重，另取等量之相對溶出用溶劑同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出溶出液中蒸發殘渣量(ppm)：

$$\text{溶出液中蒸發殘渣量 (ppm)} = \frac{(a - b) \times 1000 \times V}{M \times 2 \times A}$$

a：檢液經乾燥後之重量(mg)

b：空白試驗之溶出用溶劑經乾燥後之重量(mg)

M：檢液之取量(mL)

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積(cm²)

4.4. 銻之檢驗：

4.4.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。

4.4.1.1. 裝置：

4.4.1.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。

4.4.1.1.2. 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。

4.4.1.1.3. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。

4.4.1.2. 試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；冰醋酸採用試藥特級；去離子水(比電阻於25℃可達18 MΩ·cm以上)；銻標準品(1000 µg/mL)及銻(rhodium)內部標準品(10 µg/mL)均採用ICP分析級。

4.4.1.3. 器具及材料：

4.4.1.3.1. 單面溶出器具：同4.1.1.3.1.節。

4.3.1.5 含量測定：

精確量取檢液(200~300 mL)，置於預先在 105℃ 乾燥至恆量之蒸發皿中，於水浴中蒸發乾涸後，移入烘箱，於 105℃ 乾燥 2 小時後，取出，移入乾燥器內，冷卻至室溫時迅速稱重，另取等量之相對溶出用溶劑同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出溶出液中蒸發殘渣量(ppm)。

$$\text{溶出液中蒸發殘渣量 (ppm)} = \frac{(a - b) \times 1000}{V}$$

a：檢液經乾燥後之重量(mg)

b：空白試驗之溶出用溶劑經乾燥後之重量(mg)

V：檢液之取量(mL)

4.4 銻之檢驗：

4.4.1 檢驗方法：石墨爐式原子吸收光譜法(graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)

4.4.1.1 裝置：

4.4.1.1.1 石墨爐式原子吸收光譜儀(Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer)：具有波長217.6 nm，並附有銻之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器。

4.4.1.1.2 加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。

4.4.1.1.3 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。

4.4.1.1.4 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。

4.4.1.1.5 去離子水製造器(Deionized water generator)：製造去離子水之電阻係數可達18 mΩ/cm以上。

4.4.1.2 器具及材料：

4.4.1.2.1 單面溶出器具：同4.1.1.2.1節。

4.4.1.2.2 容量瓶：50 mL及100 mL，pyrex材質。

4.4.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。

4.4.1.3.2. 容量瓶^(註)：<u>10 mL、50 mL及100 mL，Pyrex材質。</u> 4.4.1.3.3. 儲存瓶：<u>50 mL，PP材質。</u> <u>註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。</u> 4.4.1.4. 試劑之調製： 4.4.1.4.1. <u>4%醋酸溶液：</u> <u>取冰醋酸40 mL，加去離子水使成1000 mL。</u> 4.4.1.4.2. <u>1%硝酸溶液：</u> <u>取硝酸(超純級) 15 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加去離子水使成1000 mL。</u> 4.4.1.5. <u>內部標準溶液之配製：</u> <u>精確量取銨內部標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL後，移入儲存瓶中，供作內部標準溶液。</u> 4.4.1.6. <u>標準溶液之配製：</u> <u>精確量取銻標準品100 µL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，加入內部標準溶液，以1%硝酸溶液稀釋至0.1~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。</u> 4.4.1.7. 檢液之調製： 4.4.1.7.1. <u>可盛裝液體容器類：</u> <u>檢體用水洗淨乾燥後，依表四所列溶出條件，加入約容器80%容積量之預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液，或以表面積每cm²為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30分鐘後取出溶出液20 mL，加入10 µg/mL內部標準品</u>	4.4.1.2.3 <u>石墨管。</u> 4.4.1.2.4 <u>分解燒瓶。</u> 4.4.1.2.5 <u>分液漏斗。</u> <u>註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。</u> 4.4.1.3 <u>試藥：鹽酸、硫酸及過氧化氫(約30%)均採用重金屬超微量級，冰醋酸、碘化鉀、L-抗壞血酸及三正辛基氧化磷(tri-n-octylphosphine oxide)均採用試藥特級，甲基異丁基酮(methyl isobutyl ketone)採用試藥級，銻標準品(1000 µg/mL)採用ICP分析級。</u> 4.4.1.4 試劑之調製： 4.4.1.4.1 <u>碘化鉀·L-抗壞血酸溶液之配製：</u> <u>稱取碘化鉀30 g及L-抗壞血酸10 g，溶於鹽酸10 mL，加去離子水使成100 mL，每次使用時配製。</u> 4.4.1.4.2 <u>三正辛基氧化磷·甲基異丁基酮溶液：</u> <u>稱取三正辛基氧化磷1 g，以甲基異丁基酮溶解使成100 mL。</u> 4.4.1.5 <u>標準溶液之配製：</u> <u>精確量取適量銻標準品，以6N硫酸溶液稀釋至0.5~3 µg/mL，供作標準溶液。</u> 4.4.1.6 檢液之調製： 4.4.1.6.1 <u>可盛裝液體容器類：</u> <u>檢體用水洗淨乾燥後，依表四所列溶出條件，加入約容器80%容積量之預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液，或以表面積每cm²為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30分鐘後取出溶出液。精確量取溶出液50 mL，置於分解燒瓶</u>	
---	---	--

0.02 mL (含內部標準品濃度 10 ng/mL)，供作檢液。另取4%醋酸溶液 20 mL加入10 µg/mL內部標準品0.02 mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，供作空白檢液。

4.4.1.7.2. 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，以下同 4.4.1.7.1.節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表四所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與 4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液 20 mL，加入 10 µg/mL 內部標準品 0.02 mL (含內部標準品濃度 10 ng/mL)，供作檢液。另取 4%醋酸溶液 20 mL 加入 10 µg/mL 內部標準品 0.02 mL (含內部標準品濃度 10 ng/mL)，供作空白檢液。

表四、銻溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60℃，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者
95℃，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者

中，加硫酸2 mL，加熱濃縮至白煙生成，冷卻後，逐滴加30%過氧化氫溶液，每次約0.5 mL，再繼續加熱濃縮至白煙發生，直至溶液呈無色透明為止。冷卻後，以少量去離子水移入20 mL容量瓶中，並加去離子水定容至20 mL。精確量取10 mL，置於分液漏斗中，加鹽酸10 mL及碘化鉀·L-抗壞血酸溶液10 mL，放置數分鐘後，加三正辛基氧化磷·甲基異丁基酮溶液10 mL，振搖30秒，取甲基異丁基酮層，供作檢液。另取4%醋酸溶液50 mL，置於分解燒瓶中，同樣操作，供作空白檢液。

4.4.1.6.2 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 2 mL，以下同 4.4.1.6.1 節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依表四所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液 127 mL 之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與 4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30 分鐘後取出溶出液。精確量取溶出液 50 mL，置於分解燒瓶中，以下同 4.4.1.6.1 節操作，供作檢液。另取 4%醋酸溶液 50 mL，置於分解燒瓶中，同樣操作，供作空白檢液。

表四、銻溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60℃，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者
95℃，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者

4.4.1.8. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速度注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就銻與銨信號強度比值，與對應之銻濃度，製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

感應耦合電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氬氣流速：17 L/min。

輔助氬氣流速：1.4 L/min。

霧化氬氣流速：0.96 L/min。

質量：

銻：121、123

銨：103

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

4.4.1.9. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速度分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依4.4.1.8.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中銻與銨信號強度比值依下列計算式求出溶出液中銻之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中銻之含量 (ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{2 \times A \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中銻之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中銻之濃度(ng/mL)

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積(cm²)

4.5. 銻之檢驗：

4.5.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。

4.5.1.1. 裝置：

4.4.1.7 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各10 mL，分別置於分液漏斗中，加鹽酸10 mL及碘化鉀·L-抗壞血酸溶液10 mL，放置數分鐘後，加三正辛基氧化磷·甲基異丁基酮溶液10 mL，振搖30秒，取甲基異丁基酮層。另取水10 mL，置於分液漏斗中，同樣操作，供作空白試液。精確量取標準溶液及空白試液各20 μL，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長217.6 nm處參照表五條件測定其吸光度，就標準溶液扣除空白試液測定值後，製作標準曲線。

表五、石墨爐式原子吸收光譜儀測定銻之條件^(註)：

步驟	條件	
	溫度(°C)	時間(sec)
乾燥	150	30
灰化	900	30
原子化	2100	8

註：無法依表內測定條件分析，則參照所使用儀器之適合條件設定。

4.4.1.8 含量測定：

精確量取檢液及空白檢液各20 μL，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長217.6 nm處參照表五條件測定其吸光度，就檢液扣除空白檢液測定值後，依下列計算式求出溶出液中銻之含量(ppm)。

$$\text{溶出液中銻之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中銻之濃度(μg/mL)

V：溶出液最後定容之體積(mL)

M：溶出液之取量(mL)

4.5 銻之檢驗：

4.5.1 檢驗方法：石墨爐式原子吸收光譜法(graphite furnace atomic absorption spectrophotometry, GFAAS)

4.5.1.1 裝置：

4.5.1.1.1. <u>感應耦合電漿質譜儀。</u> 4.5.1.1.2. <u>水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。</u> 4.5.1.1.3. <u>烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。</u> 4.5.1.2. <u>試藥：硝酸採用超純級及試藥特級；冰醋酸採用試藥特級；去離子水(比電阻於25℃可達18 MΩ·cm以上)；銻標準品(1000 μg/mL)及銻(rhodium)內部標準品(10 μg/mL)均採用ICP分析級。</u> 4.5.1.3. <u>器具及材料：</u> 4.5.1.3.1. <u>單面溶出器具：同4.1.1.3.1.節。</u> 4.5.1.3.2. <u>容量瓶^(註)：10 mL、50 mL及100 mL，Pyrex材質。</u> 4.5.1.3.3. <u>儲存瓶：50 mL，PP材質。</u> 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以前去離子水潤洗後，乾燥備用。 4.5.1.4. <u>試劑之調製：</u> 4.5.1.4.1. <u>4%醋酸溶液：</u> <u>取冰醋酸40 mL，加去離子水使成1000 mL。</u> 4.5.1.4.2. <u>1%硝酸溶液：</u> <u>取硝酸(超純級) 15 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加去離子水使成1000 mL。</u> 4.5.1.5. <u>內部標準溶液之配製：</u> <u>精確量取銻內部標準品10 mL，以1%硝酸溶液定容至100 mL後，移入儲存瓶中，供作內部標準溶液。</u> 4.5.1.6. <u>標準溶液之配製：</u>	4.5.1.1.1. <u>石墨爐式原子吸收光譜儀 (Graphite furnace atomic absorption spectrophotometer)：具有波長256.16 nm，並附有銻之中空陰極射線管(hollow cathode lamp)及自動注射器。</u> 4.5.1.1.2. <u>加熱板(Hot plate)：附有自動溫度調節器。</u> 4.5.1.1.3. <u>水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。</u> 4.5.1.1.4. <u>烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在±1℃以內者。</u> 4.5.1.1.5. <u>去離子水製造器(Deionized water generator)：製造去離子水之電阻係數可達18 mΩ/cm以上。</u> 4.5.1.2. <u>器具及材料：</u> 4.5.1.2.1. <u>單面溶出器具：同4.1.1.2.1節。</u> 4.5.1.2.2. <u>分解燒瓶</u> 4.5.1.2.3. <u>石墨管。</u> 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以前去離子水潤洗後，乾燥備用。 4.5.1.3. <u>試藥：鹽酸、硝酸級過氧化氫(約30%)均採用重金屬超微量級，冰醋酸及硝酸亞銻(cobaltous nitrate)均採用試藥特級，銻標準品(1000 μg/mL)採用ICP分析級。</u> 4.5.1.4. <u>硝酸亞銻溶液之配製：</u> <u>稱取硝酸亞銻14.6 g，以前去離子水溶解並使成100 mL。</u> 4.5.1.5. <u>標準溶液之配製：</u>	
--	---	--

精確量取鎘標準品100 µL，以1%硝酸溶液定容至100 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，加入內部標準溶液，以1%硝酸溶液稀釋至0.1~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

4.5.1.7. 檢液之調製：

4.5.1.7.1. 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表五所列溶出條件，加入約容器80%容積量之預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30分鐘後取出溶出液20 mL，加入10 µg/mL內部標準品0.02 mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，供作檢液。另取4%醋酸溶液20 mL加入10 µg/mL內部標準品0.02 mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，供作空白檢液。

4.5.1.7.2. 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，以下同4.5.1.7.1.節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依五所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液127 mL之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30分鐘後取出溶出液20 mL，加入10 µg/mL內部標準品0.02 mL (含內部標

精確量取適量鎘標準品，以去離子水稀釋至0.5~3.0 µg/mL，供作標準溶液。

4.5.1.6 檢液之調製：

4.5.1.6.1 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，依表六所列溶出條件，加入約容器80%容積量之預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液，或以表面積每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30分鐘後取出溶出液。精確量取溶出液200 mL，置於分解燒瓶中，加硝酸10 mL，加熱濃縮至二氧化氮氣體變淡時，加3%過氧化氫溶液1~2 mL，再繼續加熱濃縮至不再產生二氧化氮氣體，冷卻後，以少量去離子水移入25 mL容量瓶中，加硝酸亞鈷溶液2.5 mL，並加去離子水定容至25 mL，供作檢液。另取4%醋酸溶液200 mL，置於分解燒瓶中，同樣操作，供作空白檢液。

4.5.1.6.2 單層薄膜及薄板類：

表面與裡面由相同材質構成之檢體，將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積，以每 cm^2 為單位，加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL，以下同4.5.1.6.1節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體，將其實際與食品接觸之面，利用單面溶出器具製備檢液。依六所列溶出條件，將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液127 mL之移行槽口，與食品接觸之面朝移行槽底，將移行槽裝入圓環中，於其上加圓盤後，以固定螺栓夾緊，將單面溶出器具倒置，使檢體與4%醋酸溶液接觸，置於預先調整至規定溫度之烘箱中，30分鐘後取出溶出液。精確量取溶出液200 mL，置於分解燒瓶中，以下同4.5.1.6.1節操

準品濃度10 ng/mL)，供作檢液。另取4%醋酸溶液20 mL加入10 µg/mL內部標準品0.02 mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，供作空白檢液。

表五、銻溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者
95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以上者

4.5.1.8. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速度注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就銻與銻信號強度比值，與對應之銻濃度，製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

感應耦合電漿無線電頻功率：1500 W。

電漿氬氣流速：17 L/min。

輔助氬氣流速：1.4 L/min。

霧化氬氣流速：0.96 L/min。

質量：

銻：70、72、74

銻：103

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

4.5.1.9. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速度分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依4.5.1.8.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中銻與銻信號強度比值依下列計算式求出溶出液中銻之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中銻之含量 (ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{2 \times A \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中銻之濃度 (ng/mL)

作，供作檢液。另取4%醋酸溶液200 mL，置於分解燒瓶中，同樣操作，供作空白檢液。

表六、銻溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者
95°C，30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以上者

4.5.1.7 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各5 mL，分別置於25 mL容量瓶中，加硝酸亞銻溶液2.5 mL及硝酸10 mL，加去離子水定容至25 mL，另取去離子水5 mL同樣操作，供作空白試液。精確量取標準溶液及空白試液各20 µL，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長256.16 nm處參照表七條件測定其吸光度，就標準溶液扣除空白試液測定值後，製作標準曲線。

表七、石墨爐式原子吸收光譜儀測定銻之條件^(註)：

步驟	條件	
	溫度(°C)	時間(sec)
乾燥	150	30
灰化	900	30
原子化	2100	8

註：無法依表內測定條件分析，則參照所使用儀器之適合條件設定。

4.5.1.8 含量測定：

精確量取檢液及空白檢液各20 µL，分別注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長256.16 nm處參照表五條件測定其吸光度，就檢液扣除空白檢液測定值後，依下列計算式求出溶出液中銻之含量(ppm)。

$$\text{溶出液中銻之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中銻之濃度 (µg/mL)

V：溶出液最後定容之體積(mL)

<u>C₀：由標準曲線求得空白檢液中鍍之濃度(ng/mL)</u> <u>V：溶出液體積(mL)</u> <u>A：檢體與溶液接觸之面積(cm²)</u> <u>附註：1. 本檢驗方法之定量極限，鉛為5 ppm，鎘為0.5 ppm，銻為0.001 ppm，鍍為0.001 ppm。</u> <u>2. 溶出試驗之溶出液中待測物含量係以容器表面積每cm²為單位，加入溶出用溶劑2 mL為基準計算。</u> <u>3. 鉛、鎘、銻及鍍以其他儀器檢測時，應經適當驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)驗證，或方法確效。</u> <u>參考文獻：</u> <u>日本藥學會。2005。日本衛生試驗法・注解。金原出版株式會社。東京，日本。</u>	<u>M：溶出液之取量(mL)</u> <u>備註：本檢驗方法之最低檢出限量鉛為1 ppm，鎘0.1 ppm，銻0.002 ppm，鍍0.005 ppm。</u>	
--	---	--