

食品用洗潔劑檢驗方法 Methods of Test for Food Use Detergents

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品、食品器具、容器及包裝使用之洗潔劑之檢驗，但不適用於固態肥皂、供餐具自動洗淨機使用之洗潔劑、酸液、鹼液及漂白水等。

2. 砷之檢驗：

- 2.1. 檢驗方法：比色法(colorimetry)

- 2.1.1. 裝置

砷檢驗裝置：如圖一

A：反應瓶，內容量約60 mL，於40 mL處有刻度。

B：玻璃管，內徑約6.5 mm。

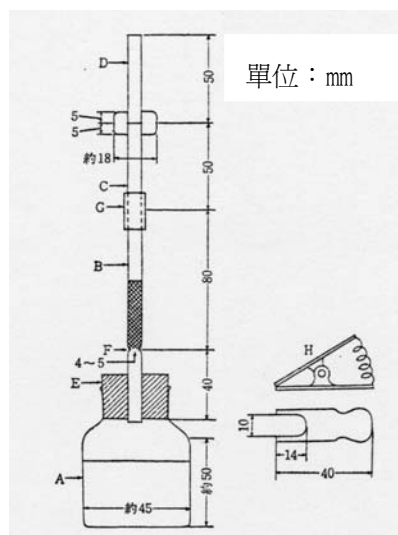
C、D：玻璃管，內徑約6.5 mm，連接外徑約18 mm，其內緣及外緣為同心圓，接觸面為磨砂玻璃。操作時，將溴化汞試紙夾入接觸管中。

E：橡皮塞。

F：玻璃管B及凹部塞有醋酸鉛玻璃棉。

G：橡皮管。

H：夾子。



圖一、砷之檢驗裝置

- 2.1.2. 器具及材料：

- 2.1.2.1. 分解瓶：500 mL。

- 2.1.2.2. 醋酸鉛玻璃棉：取玻璃棉2~5 mm，浸於9.5%醋酸鉛溶液(取醋酸鉛9.5 g，溶於已滴加醋酸一滴之水100 mL)中，取出後除去過量浸

液，乾燥後備用。

- 2.1.2.3. 溴化汞試紙：將層析用濾紙剪成直徑約18 mm之圓形，浸於5%溴化汞酒精溶液(取溴化汞5 g，溶於95%乙醇100 mL)中，置暗處時時振搖一小時後取出，平放於濾紙上，令其自然乾燥後，貯存於褐色共栓瓶中，取用時不得用手接觸反應部份。
- 2.1.3. 試藥：乙醇、三氧化二砷、碘化鉀、氯化亞錫、硝酸、鹽酸、醋酸鉛、醋酸及溴化汞均採用試藥特級，氫氧化鈉、硫酸、醋酸銨、氨水及草酸銨均採用試藥級，鋅粒(無砷，600～850 μm 或20～30 mesh)。
- 2.1.4. 試劑之調製：
- 2.1.4.1. 碘化鉀溶液：
稱取碘化鉀16.5 g，以水溶解使成100 mL，貯存於暗處。
- 2.1.4.2. 氯化亞錫溶液：
稱取氯化亞錫4 g，溶於鹽酸250 mL，再加水250 mL，貯存於共栓玻璃瓶中，其使用期限3個月。
- 2.1.5. 標準溶液之配製：
取三氧化二砷於研钵中磨成微細粉末，置硫酸乾燥器內乾燥，精確稱取0.100 g，置於燒杯中，以20%氫氧化鈉溶液5 mL溶解，加不含二氧化碳之水400 mL，以10%硫酸溶液中和至呈中性(以石蕊試紙測試)後，再加10%硫酸溶液10 mL，以不含二氧化碳之水定容至1000 mL，作為標準原液。使用時，精確量取標準原液10 mL，加10%硫酸溶液10 mL，以不含二氧化碳之水定容至1000 mL，供作標準溶液，其三氧化二砷濃度為1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 2.1.6. 檢液之調製：
檢體有標示使用濃度者，稱取配製200 mL溶液所需之量，無標示使用濃度者，則取0.4 g，精確稱定，置於分解瓶中，加硝酸30 mL混合均勻後，徐徐加熱，俟劇烈反應終止，冷卻後，加硫酸10 mL，徐徐加熱至冒出白煙為止，檢液仍呈褐色者，則待冷後再加硝酸5 mL繼續加熱，反覆操作至呈無色～淡黃色，放冷後加水30 mL及飽和草酸銨溶液20 mL，再加熱至冒出白煙，放冷後加水定容至200 mL，供作檢液。
- 2.1.7. 測定：
精確量取檢液20 mL及標準溶液1 mL，分別置於砷檢驗裝置反應瓶中，以氨水中和後，加鹽酸：水(1:1, v/v)溶液5 mL，碘化鉀溶液5 mL及氯化亞錫5 mL，搖勻，放置10分鐘後，加水至40 mL，將鋅粒2 g投入，迅速將已連接夾有溴化汞試紙之C、D管與B管之橡皮塞E加蓋於反應瓶上，於室溫放置1小時後，取出溴化汞試紙觀察，檢液之呈色不得較標

準溶液之呈色為深。

3. 重金屬之檢驗：

3.1. 檢驗方法：比色法(colorimetry)

3.1.1. 裝置：

3.1.1.1. 水浴：溫差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以內者。

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

3.1.2. 器具及材料：

3.1.2.1. 分解瓶：250 mL。

3.1.2.2. 納氏比色管(Nessler tube)：50 mL，內徑為20 mm，並附有刻度者。

3.1.3. 試藥：冰醋酸及硝酸鉛均採用試藥特級，硝酸、硫酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級。

3.1.4. 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 $\mu\text{g/mL}$)^(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 $\mu\text{g/mL}$)。

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。

3.1.5. 硫化鈉溶液之配製：

稱取硫化鈉5 g，溶於水10 mL，加甘油30 mL混合，密封貯存於避光處，使用期限3個月。

3.1.6. 檢液之調製：

檢體有標示使用濃度者，稱取配製200 mL溶液所需之量，無標示使用濃度者，則取0.4 g，精確稱定，置於分解瓶中，加硝酸30 mL混合均勻後，徐徐加熱，俟劇烈反應終止，冷卻後，加硫酸10 mL，徐徐加熱至冒出白煙為止，檢液仍呈褐色者，則待冷後再加硝酸5 mL繼續加熱，反覆操作至呈無色～淡黃色，放冷後加水30 mL及飽和草酸銨溶液20 mL，再加熱至冒出白煙，放冷後加水定容至200 mL，供作檢液。

3.1.7. 測定：

精確量取檢液20 mL，置於納氏比色管中，以氨水中和後，加10%醋酸溶液2 mL並加水至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10%醋酸溶液2 mL並加水至50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液兩滴，振搖混合，放置兩分鐘，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. 甲醇

4.1. 檢驗方法：氣相層析法 (gas chromatography, GC)。

4.1.1. 裝置：

4.1.1.1. 氣相層析儀

4.1.1.1.1. 檢出器：火燄離子檢出器 (flame ionization detector, FID)。

4.1.1.1.2. 層析管：Stabilwax，內膜厚度 2 μm ，內徑 0.53 mm $\times$ 30 m，兩支串聯，或同級品。

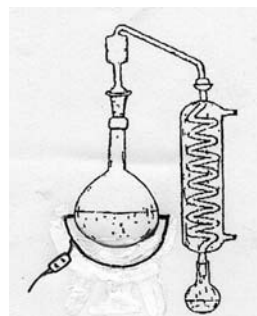
4.1.1.1.2 蒸餾裝置(如圖二)。

4.1.2. 器具及材料：

4.1.2.1. 加熱套(Heating mantle)。

4.1.2.2. 容量瓶：50 mL、100 mL。

4.1.2.3. 溫度計。



圖二、蒸餾裝置

4.1.3. 試藥：甲醇及正丁醇採用化學試藥特級，矽油 (silicone oil) 採用化學試藥級。

4.1.4. 標準溶液之配製：

4.1.4.1. 內部標準品溶液：

取正丁醇 1 g，精確稱定，以水定容至 100 mL，供作正丁醇內部標準品溶液。

4.1.4.2. 含內部標準品之甲醇標準溶液：

取甲醇 1 g，精確稱定，以水定容至 100 mL，作為甲醇標準原液。

使用時，精確量取內部標準品溶液 2 mL 及甲醇標準原液 0.1~5 mL，置入 100 mL 容量瓶，以水定容至 100 mL 混勻，使濃度為 0.01~0.5 mg/mL，供作標準溶液。

4.1.5. 標準曲線之製作：

精確量取 4.1.4.2.節之含內部標準品之甲醇標準溶液各 1 μL ，參照下述層析條件進行氣相層析，就甲醇與正丁醇波峰高度比，與對應之甲醇濃度，製作標準曲線。

氣相層析測定條件：

層析管溫度：初溫：40 $^{\circ}\text{C}$ ，8 min

升溫速率：40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$

中溫：120 $^{\circ}\text{C}$ ，5 min

升溫速率：40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$

終溫：180 $^{\circ}\text{C}$ ，5 min

檢出器溫度：180 $^{\circ}\text{C}$

注入器溫度：180 $^{\circ}\text{C}$

移動相氮氣流速：20 mL/min

4.1.6. 檢液之調製：

精確量取檢體 10 mL，置於蒸餾瓶中蒸餾，加水 20 mL，矽油 1 滴，蒸餾，以 50 mL 容量瓶接收，收集餾出液約 15 mL，以水將冷凝管底端殘液洗至接收瓶中，並精確加入內部標準品溶液 1 mL，以水定容至 50 mL，供作檢液。

4.1.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 1 μ L，分別注入氣相層析儀中，參照 4.1.5 節層析條件進行氣相層析，就檢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體中甲醇之含量(mg/mL)。

$$\text{檢體中甲醇之含量(mg/mL)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲醇之濃度(mg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之體積(mL)

5. 螢光增白劑：

5.1. 檢驗方法：

5.1.1. 直接觀察法(Direct observation)：

5.1.1.1. 裝置：

紫外燈：具波長365 nm。

5.1.1.2. 測定：

將檢體置於波長365 nm之紫外燈下觀察，檢體表面發出紫－藍白色之螢光時，則繼續進行染色法。

5.1.2. 染色法(Dyeing method)：

5.1.2.1. 裝置：

紫外燈：具波長365 nm。

5.1.2.2. 器具及材料：

5.1.2.2.1. 紗布：無螢光者。

5.1.2.2.2. 玻璃棉。

5.1.2.3. 試藥：氨水及鹽酸均採用試藥級。

5.1.2.4. 氨水溶液：

取0.1%氨水1.5 mL，加水使成2000 mL，pH值為7.5～9.0。

5.1.2.5. 檢液之調製：

檢體如無使用說明者，稱取0.4 g，有使用說明者則稱取配製200 mL 溶液所需之量，置於燒杯中，加氨水200 mL混合均勻後，供作檢液。

5.1.2.6. 測定：

取檢液100 mL，加10%鹽酸溶液1～2滴，使呈弱酸性(pH值為3～5)，放入紗布(5 ×5 cm)浸漬，於水浴中加熱30分鐘，取出紗布，以水洗淨並擰乾，置於波長365 nm之紫外燈下觀察。紗布發出紫－藍白色之螢光，則有螢光增白劑之檢出；另取氨水溶液100 mL，加10%鹽酸溶液1～2滴，使呈弱酸性(pH值為3～5)，放入紗布(5 ×5 cm)浸漬，同樣操作，作空白試驗。

附註：本檢驗方法之最低檢出限量甲醇為0.005 mg/mL。