

食品中總有效氯之檢驗方法

Method of Test for Total Available Chlorine in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於生鮮即食蔬果表面總有效氯之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取及呈色後，以分光光度計(spectrophotometer)測定之方法。

2.1. 裝置：

2.1.1. 分光光度計：具可見光波長者。

- 2.2. 試藥：磷酸氫二鈉(Na_2HPO_4)、磷酸二氫鉀(KH_2PO_4)、乙二胺四乙酸二鈉(disodium ethylenediaminetetraacetate, EDTA- Na_2)、磷酸(85%)、二苯胺磺酸鉬(barium diphenylamine sulfonate, $(\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{-4-SO}_3)_2\text{Ba}$)、硫酸、N,N-二乙基-對-苯二胺硫酸鹽(N,N-diethyl-*p*-phenylenediamine sulfate, DPD)、硫酸亞鐵銨(ferrous ammonium sulfate, $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)、高錳酸鉀及碘化鉀均採用試藥特級；重鉻酸鉀($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)採用標準品級(99.9%以上)；去離子水(比電阻於25°C可達18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)。

2.3. 器具及材料：

- 2.3.1. 容量瓶：50 mL、100 mL、500 mL及1000 mL，Pyrex材質。
- 2.3.2. 三角燒瓶：250 mL。
- 2.3.3. 滴定管：25 mL，最小刻度為0.05 mL，褐色。
- 2.3.4. 離心管：15 mL及50 mL，PP材質。
- 2.3.5. 濾膜：孔徑0.45 μm ，Nylon材質。

2.4. 試劑之調製：

2.4.1. 0.8% EDTA- Na_2 溶液：

稱取EDTA- Na_2 0.8 g，加去離子水溶解使成100 mL。

2.4.2. 磷酸鹽緩衝溶液：

稱取磷酸氫二鈉24 g及磷酸二氫鉀46 g，以去離子水約500 mL溶解，加0.8% EDTA- Na_2 溶液100 mL混勻，再加去離子水使成1000 mL。

2.4.3. 0.1%二苯胺磺酸鉬指示劑：

稱取二苯胺磺酸鉬0.1 g，加去離子水溶解使成100 mL。

2.4.4. 25%硫酸溶液：

取硫酸25 mL，緩緩加入去離子水70 mL中，再加入去離子水使成100 mL。

2.4.5. 20%硫酸溶液：

取硫酸20 mL，緩緩加入去離子水70 mL中，再加入去離子水使成100 mL。

2.4.6. DPD呈色液：

稱取DPD 0.55 g，加25%硫酸溶液4 mL及EDTA- Na_2 100 mg，以去離子水溶解使成500 mL，貯存於褐色瓶。

2.4.7. 0.417 mM重鉻酸鉀溶液：

精確稱取重鉻酸鉀61.3 mg，以去離子水溶解並定容至500 mL。

2.4.8. 0.25 mM硫酸亞鐵銨溶液：

稱取硫酸亞鐵銨約97.5 mg，以25%硫酸溶液1 mL溶解，加去離子水定容至1000 mL。臨用時採下列方式測定其力價。

精確量取0.25 mM硫酸亞鐵銨溶液100 mL，加20%硫酸溶液10 mL、磷酸5 mL及0.1%二苯胺磺酸鉍指示劑1 mL，混合均勻，以0.417 mM重鉻酸鉀溶液滴定至所呈現之紫色保持30秒不褪為止。

$$\text{力價} = \frac{0.417 \times 0.417 \text{ mM重鉻酸鉀溶液之滴定體積(mL)}}{0.25 \times 100} \times 6$$

2.5. 標準溶液之配製：

稱取高錳酸鉀約891 mg，精確稱定，以去離子水溶解定容至1000 mL，再取10 mL，以去離子水稀釋至100 mL，作為標準原液，避光貯存。臨用時，取適量標準原液，以去離子水稀釋至0.04~2.5 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

2.6. 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各50 mL，依序加入磷酸鹽緩衝溶液2.5 mL及DPD呈色液2.5 mL，混合均勻，於波長515 nm測定其吸收值。將樣品槽之測定液倒回三角燒瓶中，立即以硫酸亞鐵銨溶液滴定至紅色消失為止，即為硫酸亞鐵銨溶液之滴定體積(mL)，依下列計算式求出相當於氯之濃度(mg/L)。就所得之吸收值與對應相當於氯之濃度製作標準曲線。

$$\text{相當於氯之濃度}(\mu\text{g/mL}) = \frac{C \times V}{50(\text{mL})} \times \frac{158}{5} \times \frac{1}{0.891} \times 1000$$

C：硫酸亞鐵銨溶液之濃度(M)

V：硫酸亞鐵銨溶液之滴定體積(mL)

2.7. 檢液之調製：

取檢體約3 g，精確稱定，置於50 mL離心管中，加入去離子水30 mL，輕搖30秒，上清液經濾膜過濾後，供作檢液。

2.8. 含量測定：

精確量取檢液10 mL，置於15 mL離心管中，依次加入磷酸鹽緩衝溶液0.5 mL、DPD呈色液0.5 mL及碘化鉀0.1 g，混合均勻，靜置2分鐘，經濾膜過濾後，於波長515 nm測定其吸收值，並依下列計算式求出檢體中總有效氯之含量：

$$\text{檢體中總有效氯之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中氯之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：萃取檢體之去離子水體積(30 mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為0.5 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. 行政院環境保護署。2006。水中餘氯檢測方法—分光光度計法(NIEA W408.51A)。95年08月08日環署檢字第0950063028號公告。
2. American Public Health Association, American Water Works Association & Water Environment Federation. 1998. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Ed., Method 4500-Cl A, F, G, pp. 4-53~4-55, 4-61~4-64, Washington, D.C., USA.
3. USEPA. 1983. Methods for Chemical Analysis of Water and Wastes, Method 330.5, Total Residual Chlorine. EPA/600/4-79/020.