

## 食品器具、容器、包裝檢驗方法—金屬罐之檢驗

### Method of Test for Food Utensils, Containers and Packages- Test of Metal Cans

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於油脂、脂肪性食品及非乾燥食品為內容物之金屬罐檢驗。

2. 溶出試驗：

2.1. 砷之檢驗：

2.1.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以石墨爐式原子吸收光譜儀 (graphite furnace atomic absorption spectrophotometer, GFAAS)分析之方法。

2.1.1.1. 裝置

2.1.1.1.1. 石墨爐式原子吸收光譜儀：具波長 193.7 nm，並附有砷之無電極放電管者。

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

2.1.1.2. 試藥：檸檬酸及氫氧化鈉均採用試藥特級；硝酸及基質修飾劑(matrix modifier，含鈮 1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  及硝酸鎂 600  $\mu\text{g}/\text{mL}$  之混合溶液)均採用重金屬超微量級；去離子水(比電阻於  $25^{\circ}\text{C}$  可達  $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上)；砷對照用標準品(1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ )採用 ICP 分析級。

2.1.1.3. 器具及材料：

2.1.1.3.1. 容量瓶<sup>(註)</sup>：10 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。

2.1.1.3.2. 石墨管。

2.1.1.3.3. 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。

2.1.1.4. 試劑之調製：

2.1.1.4.1. 1N 氫氧化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉 4 g，以去離子水溶解使成 100 mL。

2.1.1.4.2. 0.5% 檸檬酸溶液：

稱取檸檬酸 5 g，以去離子水溶解使成 1000 mL，以 1N 氫氧化鈉溶液調 pH 值至 3.5。

#### 2.1.1.4.3. 0.05N 硝酸溶液：

取硝酸 3.5 mL，緩緩加入去離子水 600 mL 中，再加去離子水使成 1000 mL。

#### 2.1.1.5. 標準溶液之配製：

精確量取砷對照用標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶中，以 0.05N 硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.05N 硝酸溶液稀釋至 0.02 ~ 0.10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作標準溶液。

#### 2.1.1.6. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列用途別選擇溶出用溶劑，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  $\text{cm}^2$  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(0.5%檸檬酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。另取相對溶出用溶劑，供作空白檢液。

表一、砷溶出試驗之溶出條件

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
pH 5 以上之食品用金屬罐	水	60°C，30分鐘 <sup>a</sup>
		95°C，30分鐘 <sup>b</sup>
pH 5 以下(含 pH 5)之食品用金屬罐	0.5%檸檬酸	60°C，30分鐘

<sup>a</sup> 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以下者。

<sup>b</sup> 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100°C 以上者。

#### 2.1.1.7. 含量測定：

精確量取空白檢液 20  $\mu\text{L}$  及基質修飾劑 2  $\mu\text{L}$ ，注入石墨爐式原子吸收光譜儀中，於波長 193.7 nm 處參照下列條件進行分析，檢液及標準溶液依序按上述空白檢液之操作進行分析，就檢液及空白檢液之吸光值，依下列計算式求出溶出液中砷

之含量(ppm，以  $\text{As}_2\text{O}_3$  計)：

$$\text{溶出液中砷之含量(ppm，以 } \text{As}_2\text{O}_3 \text{ 計)} = \frac{(C - C_0) \times V}{2 \times A} \times 1.32$$

C：由標準曲線求得檢液中砷之濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

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

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積( $\text{cm}^2$ )

1.32：三氧化二砷與三氧化二砷中砷之質量比值

石墨爐式原子吸收光譜儀測定條件<sup>(註)</sup>：

條件 步驟	溫度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	升溫時間 (sec)	持續時間 (sec)	氣體流量 (mL/min)	氣體 類別
乾燥	110	10	30	250	氫氣
	130	15	30	250	氫氣
灰化	400	10	20	250	氫氣
	1100	10	20	250	氫氣
原子化	2300	0	5	0	—
清除	2450	1	3	250	氫氣

註：若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。

## 2.2. 鉛之檢驗：

2.2.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。

### 2.2.1.1. 裝置：

2.2.1.1.1. 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。

2.2.1.1.2. 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。

2.2.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。

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

2.2.1.2. 試藥：檸檬酸、鹽酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電

阻於 25°C 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。

2.2.1.3. 器具及材料：

2.2.1.3.1. 容量瓶<sup>(註)</sup>：10 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。

2.2.1.3.2. 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，再的去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.2.1.4. 0.1N 硝酸溶液之調製：

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。

2.2.1.5. 標準溶液之配製：

精確量取適量鉛對照用標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶中，以 0.1N 硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 0.5~10.0 μg/mL，供作標準溶液。

2.2.1.6. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列用途別選擇溶出用溶劑，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 cm<sup>2</sup> 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(0.5%檸檬酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液。精確量取溶出液 100 mL (M)，以直火徐徐加熱至乾後，移入灰化爐中以 450°C 灰化，待冷後，徐徐加入鹽酸：去離子水(1:1, v/v)溶液 5 mL，使其溶解，在 100 °C 水浴上蒸發至乾，放冷後，以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL (V<sub>0</sub>)，供作檢液。另取相對溶出用溶劑 100 mL，以直火徐徐加熱至乾後，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

表二、鉛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 金屬罐	水	60°C，30分鐘 <sup>a</sup>
		95°C，30分鐘 <sup>b</sup>
pH 5以下(含pH 5)之 食品用金屬罐	0.5%檸檬酸	60°C，30分鐘

<sup>a</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者。

<sup>b</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以上者。

#### 2.2.1.7. 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283.3 nm處測定其吸光度，就檢液及空白檢液之吸光值，依下列計算式求出溶出液中鉛之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中鉛之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V_0 \times V}{M \times 2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(μg/mL)

C<sub>0</sub>：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(μg/mL)

V：溶出液體積(mL)

V<sub>0</sub>：溶出液最後定容之體積(mL)

M：溶出液之取量(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積(cm<sup>2</sup>)

#### 2.3. 鎘之檢驗：

2.3.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。

##### 2.3.1.1. 裝置：

2.3.1.1.1. 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。

2.3.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在±1.5°C以內者。

2.3.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。

2.3.1.1.4. 水浴(Water bath)：溫差在±1°C以內者。

2.3.1.2. 試藥：檸檬酸、鹽酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鎘對照用標準品(1000

µg/mL)採用原子吸光分析級。

2.3.1.3. 器具及材料：

2.3.1.3.1. 容量瓶<sup>(註)</sup>：10 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。

2.3.1.3.2. 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，再的去離子水潤洗後，乾燥備用。

2.3.1.4. 0.1N 硝酸溶液之調製：

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。

2.3.1.5. 標準溶液之配製：

精確量取適量鎘對照用標準品 1 mL，置於 50 mL 容量瓶中，以 0.1N 硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨時精確量取適量標準原液，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 0.1~1.0 µg/mL，供作標準溶液。

2.3.1.6. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表三所列用途別選擇溶出用溶劑，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 cm<sup>2</sup> 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(0.5%檸檬酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，精確量取溶出液 100 mL (M)，以直火徐徐加熱至乾後，移入灰化爐中以 450°C 灰化，待冷後，徐徐加入鹽酸：去離子水(1:1, v/v)溶液 5 mL，使其溶解，在 100 °C 水浴上蒸發至乾，放冷後，以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL (V<sub>0</sub>)，供作檢液。另取相對溶出用溶劑 100 mL，以直火徐徐加熱至乾後，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

表三、鎘溶出試驗之溶出條件

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
-----	-------	------

pH 5以上之食品用金屬罐	水	60°C，30分鐘 <sup>a</sup>
		95°C，30分鐘 <sup>b</sup>
pH 5以下(含pH 5)之食品用金屬罐	0.5%檸檬酸	60°C，30分鐘

<sup>a</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者。

<sup>b</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以上者。

#### 2.3.1.7. 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處測定其吸光度，就檢液及空白檢液之吸光值，依下列計算式求出溶出液中鎘之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中鎘之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V_0 \times V}{M \times 2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL)

C<sub>0</sub>：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度(μg/mL)

V：溶出液體積(mL)

V<sub>0</sub>：溶出液最後定容之體積(mL)

M：溶出液之取量(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積(cm<sup>2</sup>)

#### 2.4. 蒸發殘渣之檢驗：

2.4.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液蒸發後稱重之方法。

##### 2.4.1.1. 裝置：

2.4.1.1.1. 水浴：溫差在±1°C以內者。

2.4.1.1.2. 烘箱：附有自動溫度調節，其溫差在±1°C以內者。

2.4.1.2. 試藥：乙醇(95%)；正庚烷、氯仿及冰醋酸均採用試藥特級。

##### 2.4.1.3. 器具及材料：

2.4.1.3.1. 蒸發皿：石英製或白金製。

##### 2.4.1.4. 試劑之調製：

2.4.1.4.1. 4%醋酸溶液：

取冰醋酸40 mL，加水使成1000 mL。

#### 2.4.1.4.2. 20%乙醇溶液：

取乙醇210 mL，加水使成1000 mL。

#### 2.4.1.5. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表四所列用途別選擇溶出用溶劑，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 $\text{cm}^2$ 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，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。

表四、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以上之食品用金屬罐	水	60°C，30分鐘 <sup>a</sup>
		95°C，30分鐘 <sup>b</sup>
pH 5以下(含pH 5)之食品用金屬罐	4%醋酸	60°C，30分鐘 <sup>a</sup>
		95°C，30分鐘 <sup>b</sup>
酒類用金屬罐	20%乙醇	60°C，30分鐘
以天然油脂為主原料且其塗膜中氧化鋅含量在3%以上之塗料塗於金屬罐內面者	正庚烷	25°C，1 小時

<sup>a</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者。

<sup>b</sup>食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以上者。

#### 2.4.1.6. 含量測定：

##### 2.4.1.6.1. 蒸發殘渣：

精確量取檢液200~300 mL，置於預先在105°C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°C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(cm<sup>2</sup>)

#### 2.4.1.6.2. 氯仿可溶物<sup>(註)</sup>：

將2.4.1.6.1.節水溶出檢液之蒸發殘留物加氯仿50 mL，加溫溶解後過濾，濾液置於預先在105°C乾燥至恆量之蒸發皿中，再將殘留物以每次氯仿25 mL洗滌兩次，加溫後過濾，洗液合併濾液，於水浴上蒸發至乾後，移入烘箱，於105°C乾燥2小時後，取出，移入乾燥器內，冷卻至室溫時迅速稱重。另取氯仿50 mL同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出氯仿可溶物量(ppm)：

$$\text{氯仿可溶物量(ppm)} = \frac{(a - b) \times 1000 \times V}{M \times 2 \times A}$$

a：檢液氯仿可溶之殘渣重量(mg)

b：空白試驗之殘渣重量(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(cm<sup>2</sup>)

註：檢液依2.4.1.6.1.節操作之蒸發殘渣量超過30 ppm，則加作氯仿可溶物之測定。

#### 2.5. 酚之檢驗：

2.5.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。

##### 2.5.1.1. 裝置：

2.5.1.1.1. 分光光度計(Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。

2.5.1.1.2. 水浴：溫差在±1°C以內者。

2.5.1.2. 試藥：酚、硼酸(boric acid)、4-胺基安替比林(4-aminoantipyrine)

及鐵氰化鉀(potassium ferricyanide)均採用試藥特級~~一~~；  
氫氧化鈉及氨水(25%)均採用試藥級。

#### 2.5.1.3. 試劑之調製：

##### 2.5.1.3.1. 1N 氫氧化鈉溶液：

稱取氫氧化鈉 4 g，以水溶解使成 100 mL。

##### 2.5.1.3.2. 1M 硼酸溶液：

稱取硼酸 6.2 g，以水溶解使成 100 mL。

##### 2.5.1.3.3. 硼酸緩衝溶液：

取 1N 氫氧化鈉溶液與 1M 硼酸溶液以 9:10 (v/v) 之比例混合均勻。

##### 2.5.1.3.4. 4-胺基安替比林溶液：

稱取 4-胺基安替比林 1.36 g，以水溶解使成 1000 mL。

##### 2.5.1.3.5. 鐵氰化鉀溶液：

稱取鐵氰化鉀 8.6 g，溶於適量水中，加氨水 1.8 mL，再加水使成 1000 mL。

#### 2.5.1.4. 標準溶液之配製：

取酚約 1 g，精確稱定，以水溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時，再以水稀釋至 2~25 µg/mL，供作標準溶液。

#### 2.5.1.5. 檢液之調製：

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水，或以表面積每 cm<sup>2</sup> 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，並時時攪拌，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表五、酚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
-----------	---------------------------------

2.5.1.6. 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各10 mL，分別置於50 mL容量瓶中，加入硼酸緩衝溶液3 mL，振搖混合後，加4-胺基安替比林溶液5 mL及鐵氰化鉀溶液2.5 mL，再加水定容至50 mL，充分混勻後，於室溫下放置10分鐘。另取水10 mL同樣操作，作空白試驗，以分光光度計於波長510 nm處，測定其吸光度，製作標準曲線。

2.5.1.7. 含量測定：

精確量取檢液10 mL，置於50 mL容量瓶中，加硼酸緩衝溶液3 mL，以下同2.5.1.6.節操作。就檢液及標準溶液所得吸光值依下列計算式求出溶出液中酚之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中酚之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中酚之濃度(μg/mL)

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積(cm<sup>2</sup>)

2.6. 甲醛之檢驗：

2.6.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。

2.6.1.1. 裝置：

2.6.1.1.1. 分光光度計(Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。

2.6.1.1.2. 水蒸氣蒸餾裝置(Steam distiller)。

2.6.1.1.3. 水浴：溫差在±1°C以內者。

2.6.1.2. 試藥：碘化鉀、碘、硫代硫酸鈉(sodium thiosulfate)、無水碳酸鈉、醋酸及甲醛溶液(約37%)均採用試藥特級；鹽酸、醋酸銨、乙醯丙酮(acetylacetone)、氫氧化鉀、硫酸、澱粉及磷酸(85%)均採用試藥級。

2.6.1.3. 器具及材料：

2.6.1.3.1. 容量瓶：100 mL、200 mL、1000 mL。

2.6.1.3.2. 滴定管：25 mL，褐色。

2.6.1.3.3. 玻璃栓試管：內徑1.5 cm。

2.6.1.4. 試劑之調製：

2.6.1.4.1. 0.1N碘溶液：

稱取碘化鉀36 g，以水100 mL溶解，稱取碘14 g，迅速加入，溶解後，加鹽酸3滴，再加水使成1000 mL。

2.6.1.4.2. 1N氫氧化鉀溶液：

稱取氫氧化鉀5.6 g，以水溶解使成100 mL。

2.6.1.4.3. 10%硫酸溶液：

取硫酸5.7 mL，徐徐加入水10 mL中，冷卻後再加去離子水使成100 mL。

2.6.1.4.4. 0.1N硫代硫酸鈉溶液：

精確稱取硫代硫酸鈉 26 g 及無水碳酸鈉 0.2 g，以新煮沸冷卻之水溶解使成 1000 mL。

2.6.1.4.5. 澱粉試液：

取澱粉 1 g，加冷水 10 mL 研磨之，攪拌下徐徐加入沸水 200 mL 中，煮沸至形成稀薄透明液為止，放冷、靜置，使用時取上澄液，臨用時調製。

2.6.1.4.6. 乙醯丙酮溶液：

稱取醋酸銨 150 g，溶於水，加醋酸 3 mL 及乙醯丙酮 2 mL，再加水使成 1000 mL，臨用時調製。

2.6.1.4.7. 20%磷酸溶液：

取磷酸 23.5 mL，加水使成 100 mL。

2.6.1.5. 標準溶液之配製：

取甲醛溶液約 1 g，精確稱定，置於含有水 5 mL 之 100 mL 容量瓶中，以水溶解並定容。精確量取 10 mL，加 0.1N 碘溶液 50 mL 及 1N 氫氧化鉀溶液 20 mL，混合均勻，於室溫下放置 15 分鐘後，加入 10%硫酸溶液 15 mL，以 0.1N 硫代硫酸鈉溶液滴定(以澱粉試液為指示劑)。另取水 10 mL 同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出甲醛溶液中甲醛之含量

(%)：

$$\text{甲醛含量 } C (\%) = \frac{1.501 \times (V_0 - V) \times f}{W}$$

V：0.1N 硫代硫酸鈉溶液之滴定量(mL)

V<sub>0</sub>：空白試驗 0.1N 硫代硫酸鈉溶液之滴定量(mL)

f：0.1N 硫代硫酸鈉溶液之力價

W：甲醛溶液稱取量(g)

精確稱取甲醛溶液 200/C g，以水溶解並定容至 100 mL(相當於甲醛 20000 μg/mL)，再以水稀釋至 0.5~8.0 μg/mL，供作標準溶液。

#### 2.6.1.6. 檢液之調製：

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水，或以表面積每 cm<sup>2</sup> 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，精確量取溶出液 25 mL 於蒸餾瓶中，加 20%磷酸溶液 1 mL，進行水蒸氣蒸餾，其冷卻管末端須浸入盛有水 5~10 mL 之 200 mL 容量瓶液面下，蒸餾至餾出液約 190 mL，再加水定容至 200 mL，供作檢液。

表六、甲醛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

#### 2.6.1.7. 標準曲線之製作：

精確量取甲醛標準溶液各 5 mL，分別置於玻璃栓試管中，加乙醯丙酮溶液 5 mL，振搖後，於沸水浴中加熱 10 分鐘。另取水 10 mL 同樣操作，作空白試驗，以分光光度計在波長 415 nm 處測定其吸光度，製作標準曲線。

2.6.1.8. 含量測定：

精確量取檢液 5 mL，置於玻璃栓試管中，加乙醯丙酮溶液 5 mL，以下同 2.6.1.7.節操作。就檢液及標準溶液所得吸光值依下列計算式求出溶出液中甲醛之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中甲醛之含量(ppm)} = \frac{C \times 8 \times V}{2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲醛之濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積( $\text{cm}^2$ )

2.7. 氯甲代環氧丙烷單體之檢驗：

2.7.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)分析之方法。

2.7.1.1. 裝置：

2.7.1.1.1. 氣相層析質譜儀：

2.7.1.1.1.1. 離子源：電子撞擊離子化(electron impact ionization)。

2.7.1.1.1.2. 層析管：DB-624 毛細管，1.4  $\mu\text{m}$ ，內徑 0.25 mm  $\times$  30 m，或同級品。

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

2.7.1.2. 試藥：正戊烷採用試藥特級；氯甲代環氧丙烷(epichlorohydrin)對照用標準品。

2.7.1.3. 標準溶液之配製：

取氯甲代環氧丙烷對照用標準品約 1 g，精確稱定，以正戊烷溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以正戊烷稀釋至 0.1~5  $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

2.7.1.4. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器 80% 容積量之正戊烷，或以表面積每  $\text{cm}^2$  為單位，加入正戊烷 2 mL，用鋁箔覆蓋後，置於  $25^\circ\text{C}$  水浴中，並時時輕搖，2 小時後取出溶出液，供作檢液。

2.7.1.5. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液、空白檢液及標準溶液各 1  $\mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析質譜儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及選擇性離子偵測相對離子強度<sup>(註1)</sup>鑑別之，並依下列計算式求得溶出液中氯甲代環氧丙烷之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中氯甲代環氧丙烷之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中氯甲代環氧丙烷之濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積( $\text{cm}^2$ )

氣相層析質譜測定條件<sup>(註2)</sup>：

層析管溫度：初溫：40 $^{\circ}\text{C}$ ，1 min；

溫度上升速率：8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ；

中溫：70 $^{\circ}\text{C}$ ，1 min；

溫度上升速率：30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ；

終溫：250 $^{\circ}\text{C}$ ，2 min。

移動相流速：氮氣，1 mL/min。

注入器溫度：230 $^{\circ}\text{C}$ 。

介面溫度：220 $^{\circ}\text{C}$ 。

離子源溫度：230 $^{\circ}\text{C}$ 。

離子化模式：電子撞擊(electron impact)。

注入模式：分流(split)，1：1。

偵測模式：選擇性離子偵測(selective ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表：

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
氯甲代環氧丙烷單體	57	62、49

註：1. 相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得( $\leq 100\%$ )，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	$\pm 10$

>20~50	±15
>10~20	±20
≤10	±50

2. 上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

## 2.8. 氯乙烯單體之檢驗：

2.8.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)分析之方法。

### 2.8.1.1. 裝置：

#### 2.8.1.1.1. 氣相層析質譜儀：

2.8.1.1.1.1. 離子源：電子撞擊離子化(electron impact ionization)。

2.8.1.1.1.2. 層析管：DB-624 毛細管，1.4 μm，內徑 0.25 mm × 30 m，或同級品。

2.8.1.1.2. 水浴：溫差在±1°C以內者。

2.8.1.2. 試藥：乙醇採用氣相層析級；氯乙烯(vinyl chloride)單體對照用標準品(50 μg/mL)。

### 2.8.1.3. 標準溶液之配製：

精確量取適量氯乙烯單體對照用標準品，以預冷至5°C以下之乙醇稀釋至0.01~0.2 μg/mL，供作標準溶液，保存於冷凍庫中。

### 2.8.1.4. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器80%容積量之預冷至5°C以下之乙醇，或以表面積每cm<sup>2</sup>為單位，加入預冷至5°C以下之乙醇2 mL，用鋁箔覆蓋後，置於5°C以下，並時時輕搖，24小時後取出溶出液，供作檢液。

### 2.8.1.5. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 μL，分別注入氣相層析質譜儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及選擇性離子偵測相對離子強度<sup>(註1)</sup>鑑別之，並由標準



曲線求得溶出液中氯乙烯之含量(ppm)：

$$\text{溶出液中氯乙烯之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{2 \times A}$$

C：由標準曲線求得檢液中氯乙烯之濃度( $\mu\text{g/mL}$ )

V：溶出液體積(mL)

A：檢體與溶液接觸之面積( $\text{cm}^2$ )

氣相層析質譜測定條件<sup>(註2)</sup>：

層析管溫度：初溫：35°C，1 min；

溫度上升速率：7°C/min；

中溫：70°C，0 min；

溫度上升速率：60°C/min；

終溫：250°C，1 min。

移動相流速：氦氣，1 mL/min。

注入器溫度：220°C。

介面溫度：230°C

離子源溫度：250°C。

離子化模式：電子撞擊(electron impact)，70 eV。

注入模式：分流(split)，1：1。

偵測模式：選擇性離子偵測(selective ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表：

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
氯乙烯單體	62	64、63

註：1. 相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得( $\leq 100\%$ )，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	$\pm 10$
> 20~50	$\pm 15$
> 10~20	$\pm 20$
$\leq 10$	$\pm 50$

2. 上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定

適合之測定條件。

附註：

1. 本檢驗方法之定量極限砷為0.02 ppm，鉛為0.05 ppm，鎘為0.01 ppm，酚為2 ppm，甲醛為4 ppm，氯甲代環氧丙烷單體為0.1 ppm，氯乙烯單體為0.01 ppm。
2. 砷、鉛及鎘以其他儀器檢測時，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。