

# 104年度食品檢驗業務推廣研討會

藥求安全 食在安心

## 食品添加物規格檢驗方法- 砷檢查法(I、II)、重金屬檢查法(I、II)

報告人:許哲綸



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 砷檢查法(I、II)

藥求安全 食在安心

- 第I法：本法係基於砷化氫遇溴化汞試紙作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。此限量通常以 $As_2O_3$ 計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。



衛生福利部  
食品藥物管理署  
FDA  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 取正文規定量之檢品

藥求安全 食在安心

## ◆碳酸鎂

- 取本品**0.25 g**，加稀鹽酸(1→4) 5 mL 溶解，作為檢品溶液，按照砷檢查第 I 法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以 $\text{As}_2\text{O}_3$  計)應在**4 ppm** 以下。

## ◆DL-蘋果酸鈉

- 取本品**0.5 g**，按照砷檢查第 I 法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以 $\text{As}_2\text{O}_3$  計)應在**2 ppm** 以下。

## ◆磷酸氫二鉀

- 取本品**0.33 g**，按照砷檢查第 I -1 法(附錄A-8)檢查之，其所含砷(以 $\text{As}_2\text{O}_3$  計)應在**3 ppm** 以下。



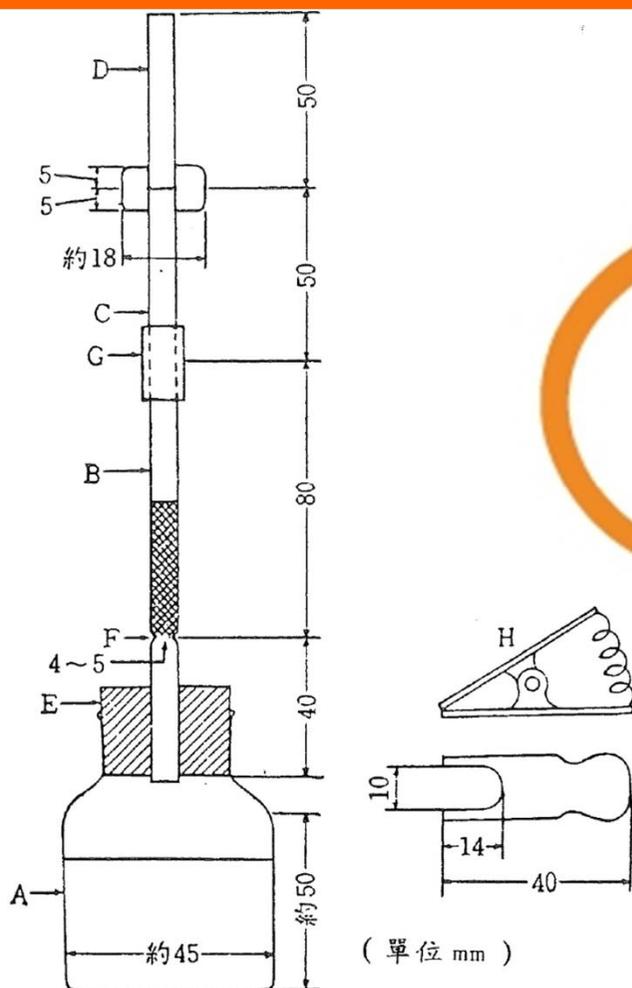
衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

FDA

# 砷-第I法

藥求安全 食在安心



A：氣體發生瓶，內容量約60 mL，有40 mL之標線。

B：內徑約6.5 mm之玻璃管。

C及D：均為內徑6.5 mm之玻璃管，連接部內徑6.5 mm，外徑約18 mm，其內緣及外緣為同心圓，二管連接處為磨砂面。**臨用前將溴化汞試紙夾入接觸層中。**

E：橡皮塞。

F：玻璃管B之狹細部，用以填塞約30 mm高之玻璃棉，**臨用前以醋酸鉛試液與水之等容量混液均勻潤濕後，自下端輕吸除去過量混液。**

G：橡皮管。

H：夾子。

FDA



衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

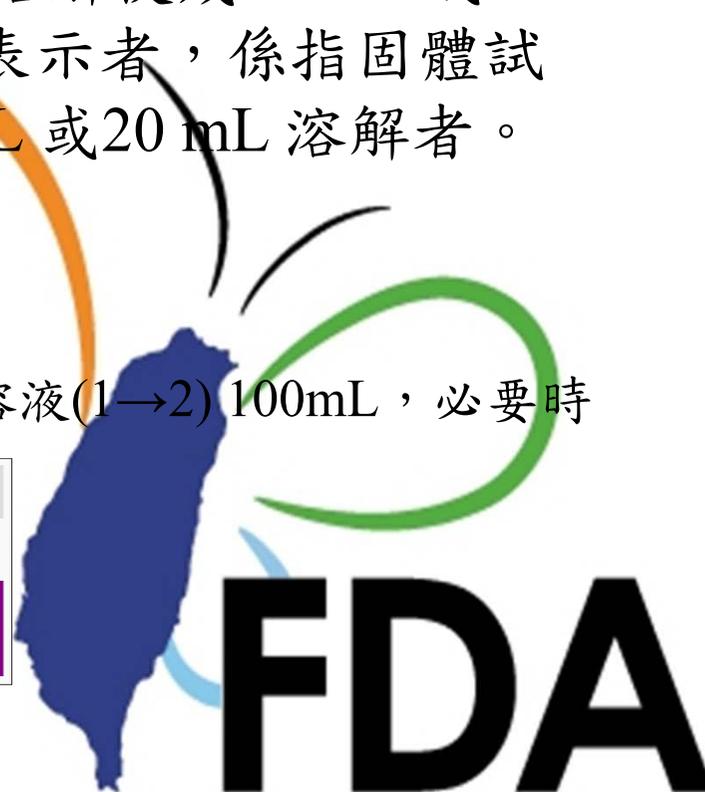
歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 試藥、試液

藥求安全 食在安心

- 凡溶液之濃度以(1→10)或(1→20)等表示者，係指固體試藥1 g 或液體試藥1 mL，加適量溶劑溶解使成10 mL 或20 mL 而言。而以(1：10) 或(1：20) 等表示者，係指固體試藥1 g 或液體試藥1 mL，加溶劑10 mL 或20 mL 溶解者。
- 溴酚藍試液(Bromophenol Blue T.S.)
  - 取溴酚藍( $C_{19}H_{10}O_5Br_4S$ ) 0.1 g 溶於乙醇溶液(1→2) 100mL，必要時過濾。

名稱：溴酚藍 (pH指示劑)	
低於pH 3.0時	高於pH 4.6時
 3.0	↔  4.6



衛生福利部  
食品藥物管理署  
FDA  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

- **氨試液(Ammonia T.S.)**
  - 取氨水( $\text{NH}_4\text{OH}$ , 28%) 400 mL，加水使成1000 mL。
- **稀醋酸(10%)**
  - 取冰醋酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )10 mL，加水使成100 mL。
- **稀鹽酸(1:2)**
  - 取鹽酸( $\text{HCl}$ ) 20 mL，加去離子水40 mL。
- **碘化鉀試液(1 N) (Potassium Iodide T.S. 1 N)**
  - 取碘化鉀( $\text{KI}$ ) 16.5 g 溶於水使成100 mL，置於褐色玻璃瓶中避光貯存。
- **酸性氯化亞錫試液(Stannous Chloride T.S., Acidic)**
  - 取氯化亞錫( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 4 g，加無砷鹽酸125 mL 溶解，再加水使成250 mL，置於緊密共栓瓶中貯存之，本品配製後於1個月內使用。



- **醋酸鉛試液(Lead Acetate T.S.)**

- 取醋酸鉛( $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) 11.8 g，加水溶解使成100 mL，再滴加醋酸(1→4) 2 滴，置於緊密玻璃瓶中貯存。

- **無砷鋅粒**

- **溴化汞試紙**

- 層析用濾紙切成寬約3 cm，長約10 cm，浸入酒精性溴化汞試液中，置於暗處，時時振搖，約1小時後取出紙片，於暗處保持水平，自然乾燥後，切為直徑約18 mm 圓形，於緊密避光之褐色瓶中貯存，使用時呈色試驗部份不得觸手。

- **酒精性溴化汞試液**

- 取溴化汞( $\text{HgBr}_2$ ) 5 g，加乙醇( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) 100 mL，徐徐加熱溶解，置於緊密避光之褐色瓶中貯存。



- **砷標準溶液：Arsenic Standard Solution**

- 適用於砷檢查其含量以 $\text{As}_2\text{O}_3$ 計之砷標準液之調製。取經硫酸乾燥器內乾燥之三氧化二砷細粉100.0 mg，置於1000 mL 容量瓶中，加氫氧化鈉溶液(1：5) 5 mL溶解之，以稀硫酸中和後，再加稀硫酸10 mL 及適量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，供作標準原液。量取此原液10 mL，置於1000 mL 容量瓶中，加稀硫酸10 mL 及量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，混合均勻。本液1 mL 含1  $\mu\text{g}$ 之三氧化二砷，應貯於玻璃瓶中，於3日內使用之。

- **砷標準溶液：Arsenic Standard Solution**

- 適用於砷檢查其含量以As計之砷標準液之調製。取經硫酸乾燥器內乾燥之三氧化砷細粉132.0 mg，置於1000 mL 容量瓶中，加氫氧化鈉溶液(1：5) 5 mL 溶解之，以稀硫酸中和後，再加稀硫酸10 mL 及適量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，供作標準原液。量取此原液10 mL，置於1000 mL 容量瓶中，加稀硫酸10 mL 及適量新煮沸冷卻之水定容至1000 mL，混合均勻。本液1 mL 含1  $\mu\text{g}$ 之砷，應貯於玻璃瓶中，於3日內使用之。

FDA



- 砷標準溶液( $\text{As}_2\text{O}_3$ )  $\text{As} = 74.9$   $\text{As}_2\text{O}_3 = 197.841$   
 $\text{NaAsO}_4 = 129.911$
- 本液1 mL含1  $\mu\text{g}$ 之 $\text{As}_2\text{O}_3$ ，應貯於玻璃瓶中，於3日內使用之。
- 砷標準原液：取1.01 mL 0.05 M  $\text{NaAsO}_4$ + 水至50 mL水(100 ppm)
- 砷標準溶液：取1 mL砷標準原液+ 水至100 mL水(1ppm)  
 $1.01/1000 * 0.05 / 2 * 197.841 * 1000000 / 50 = 100$  ppm



- 砷標準溶液(As)  $As = 74.9$   $As_2O_3 = 197.841$   
 $NaAsO_4 = 129.911$
- 本液1 mL含1  $\mu g$ 之As，應貯於玻璃瓶中，於3日內使用之。
- 砷標準原液：取1.34 mL 0.05 M  $NaAsO_4$  + 水至50 mL水(100 ppm)
- 砷標準溶液：取1 mL砷標準原液+ 水至100 mL水(1 ppm)
- $1.34/1000 * 0.05 * 74.9 * 1000000 / 50 = 100 \mu m$

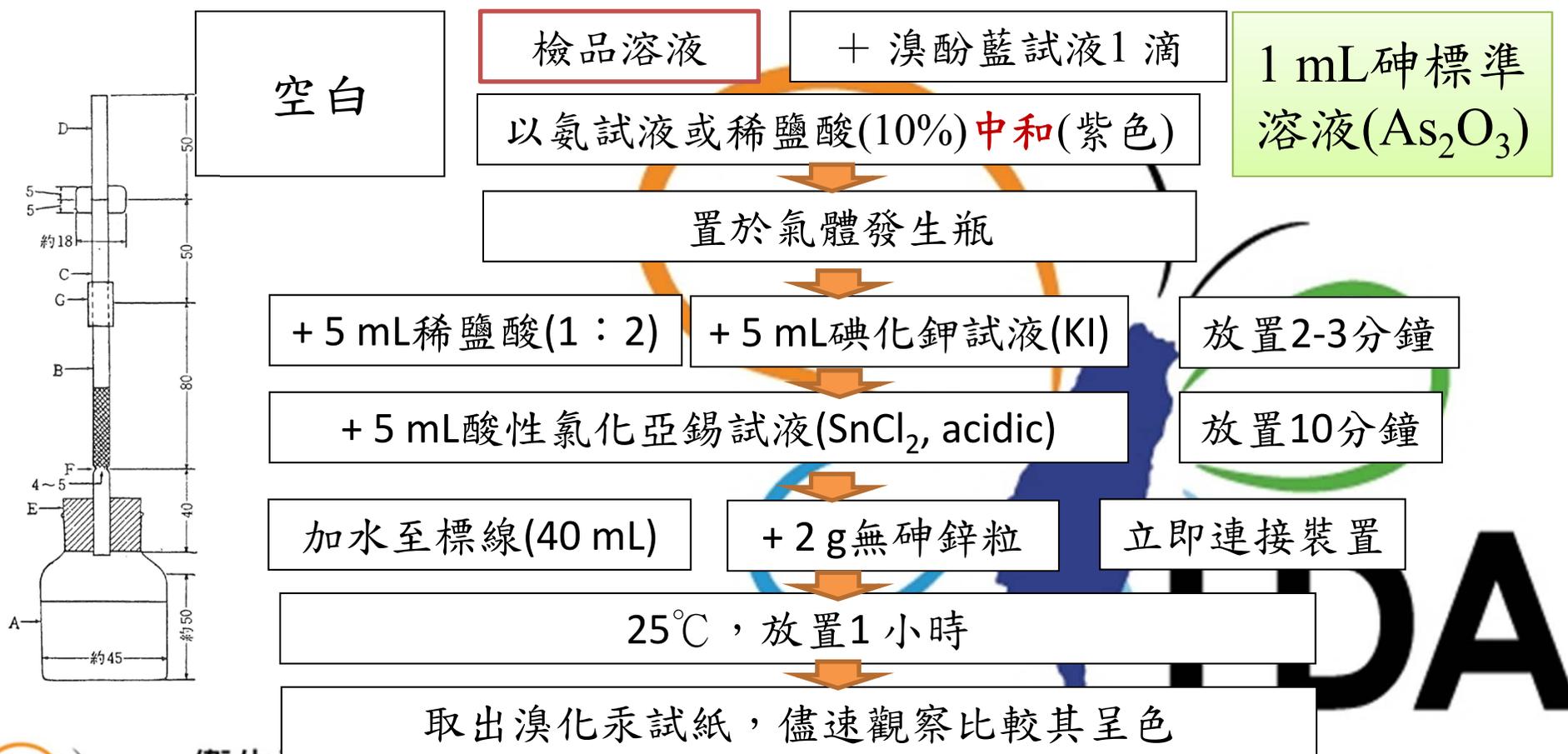
FDA



# 砷-第I-1法-檢驗流程

藥求安全 食在安心

檢品溶液：取正文規定量之檢品，加水5 mL，必要時加溫溶解供作檢品溶液

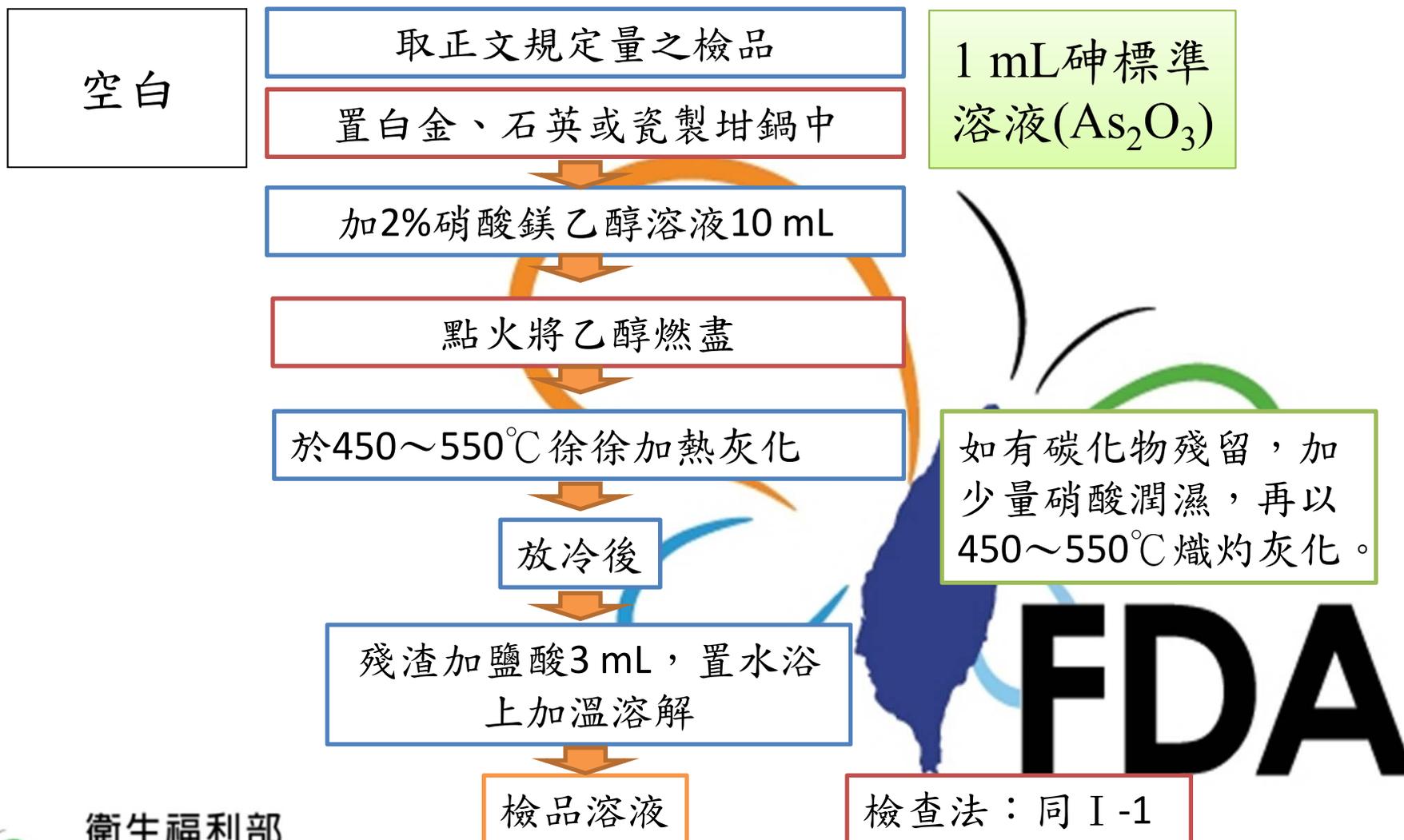


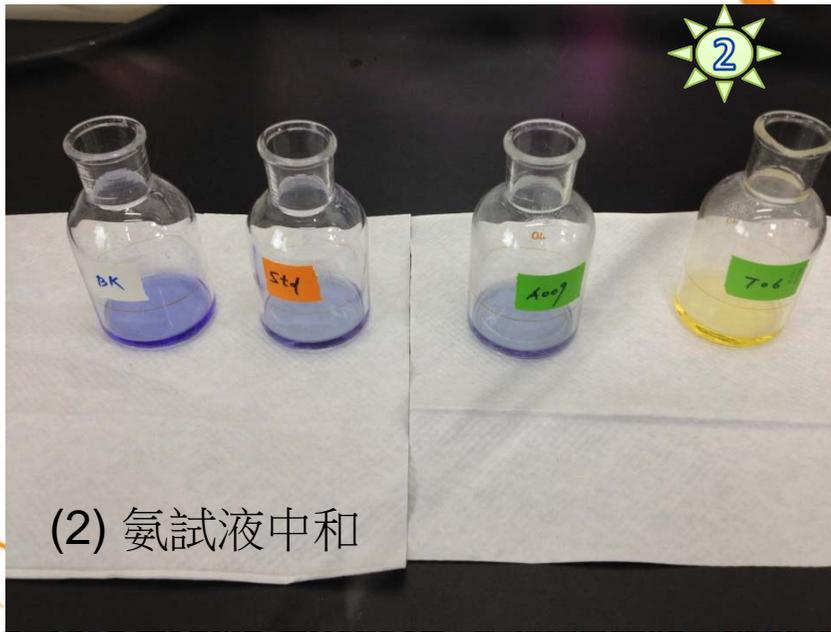
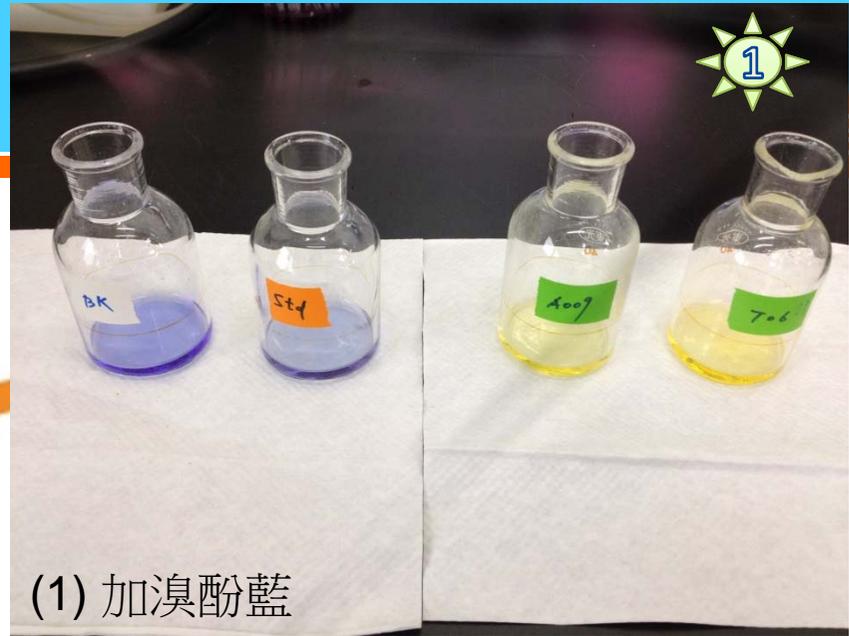
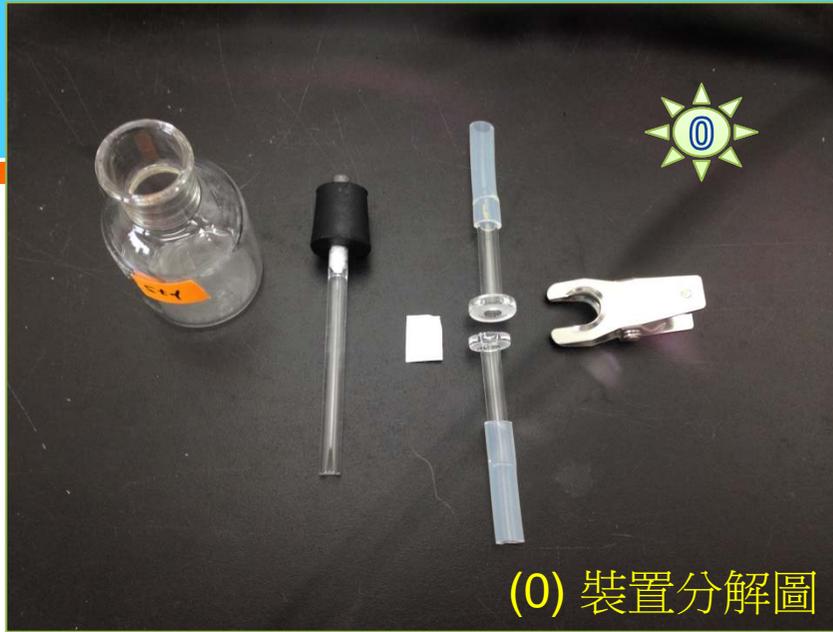
衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 砷-第I-2法-檢驗流程

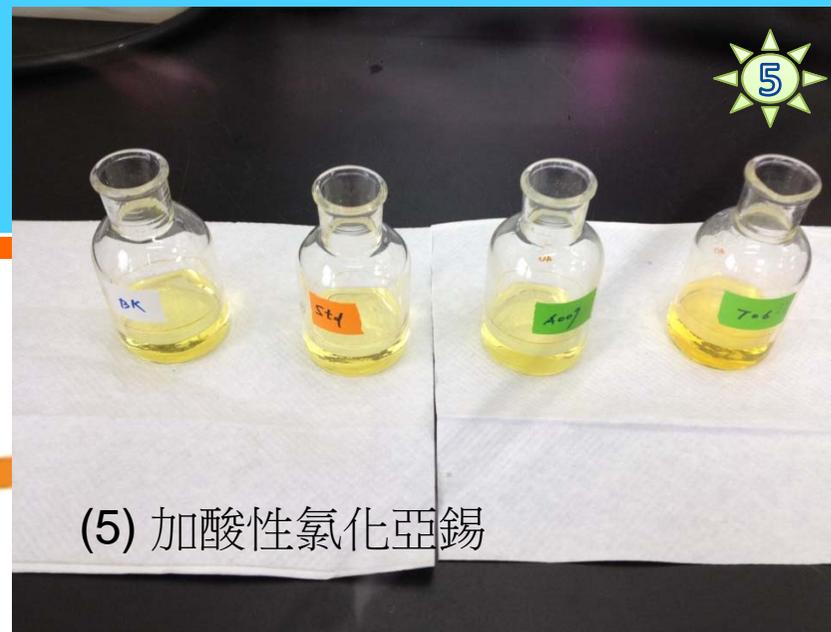
藥求安全 食在安心



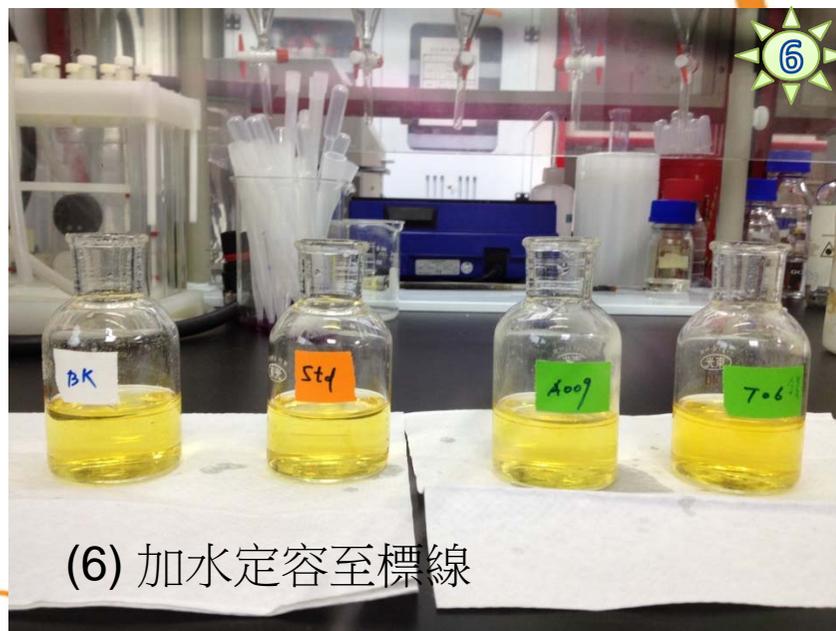




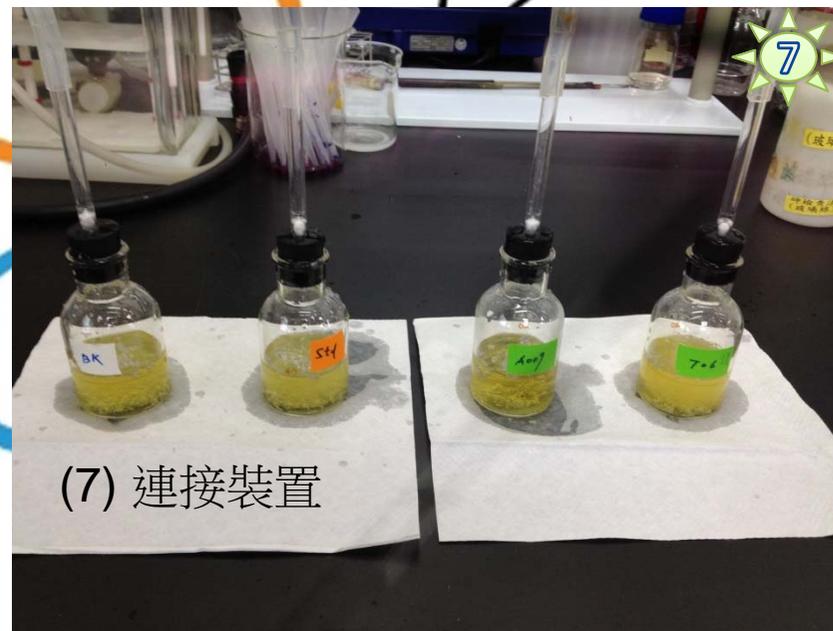
(4) 加5 mL碘化鉀



(5) 加酸性氯化亞錫

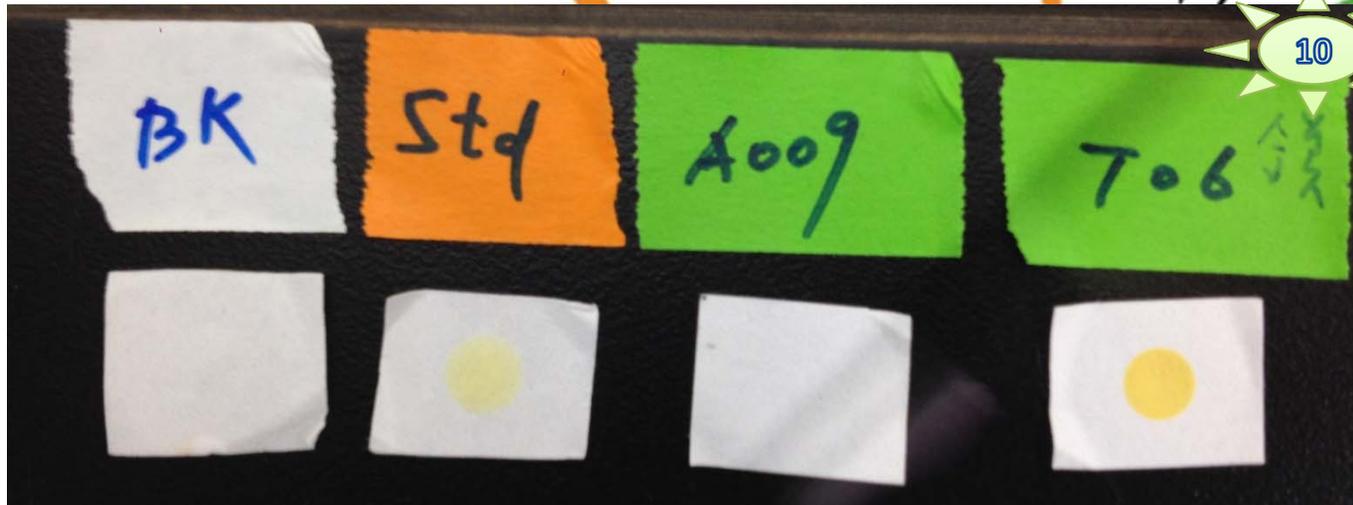
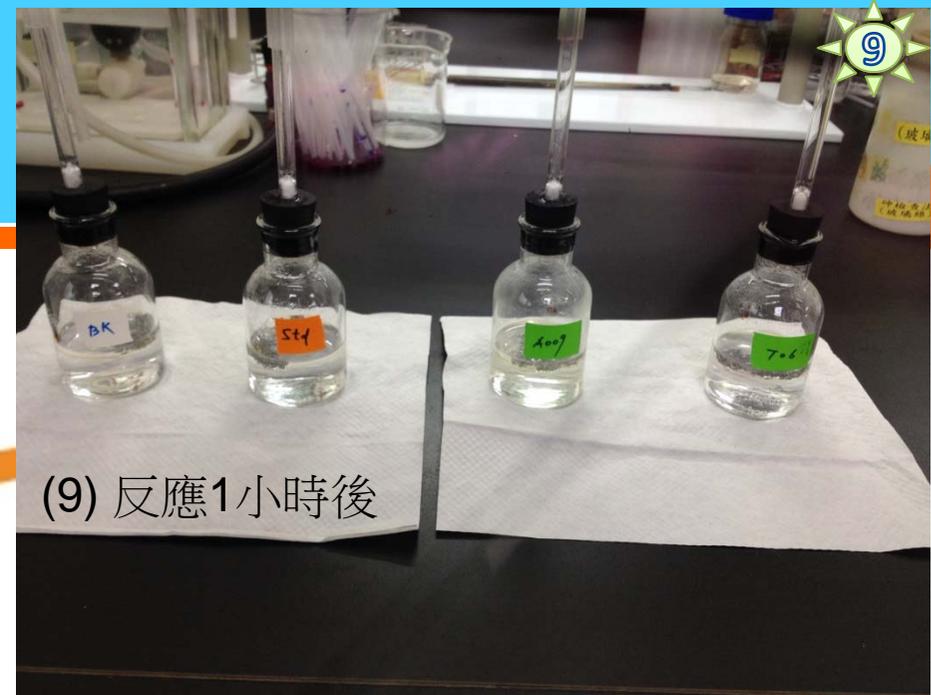
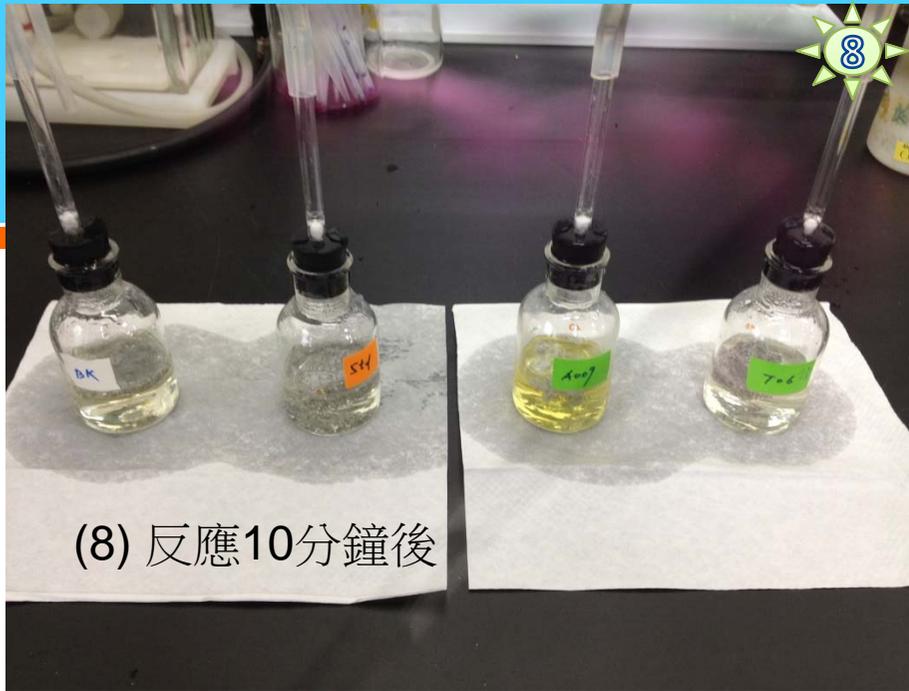


(6) 加水定容至標線



(7) 連接裝置

安心

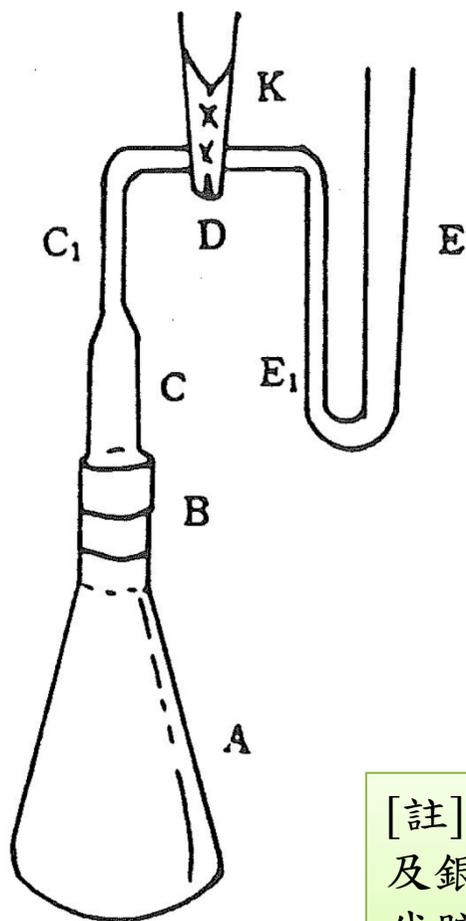


衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 砷-第II法

藥求安全 食在安心



- A：氣體發生瓶，內容量125 mL 錐形燒瓶。  
B：磨砂標準接頭24 / 40。  
C：氣體洗淨管，內徑25 mm，臨用前置入預以飽和醋酸鉛溶液浸濕經再擠乾之精製棉二團，期間留空隙，置於室溫減壓乾燥器內乾燥之。  
C1 及E1：玻璃管，內徑2 mm、外徑8 mm。  
D：球形接頭。  
E：吸收管，形狀似15 mL 標準離心管。  
K：固定夾，夾唇呈叉狀，以套入C1 及E1 而固定D。

[註]：干擾物質：金屬或其鹽類如鉻、鈷、銅、汞、鉬、鎳、鈹及銀可能干擾砷化氫之發生，銻則形成銻化氫，而與二乙基二硫代胺基甲酸銀試液作用呈色，但此呈色於波長525 nm 處之吸光度無明顯影響，致可略而不計。

# 試藥、試液

藥求安全 食在安心

- 二乙基二硫代氨基甲酸銀試液：**Silver Diethyldithiocarbamate T.S.**
- 取二乙基二硫代氨基甲酸銀 $[(C_2H_5)_2NCS_2Ag]$  1 g，溶於新蒸餾之吡啶 $(C_5H_5N)$  200 mL 中。本品應置於避光容器內貯存。於配製後30日內使用。
- 稀硫酸(1：5)：1 mL硫酸+5 mL水
- 碘化鉀試液(1N)：**Potassium Iodide T.S.(1N)**
- 取碘化鉀(KI) 16.5 g 溶於水使成100 mL，置於褐色玻璃瓶中避光貯存。

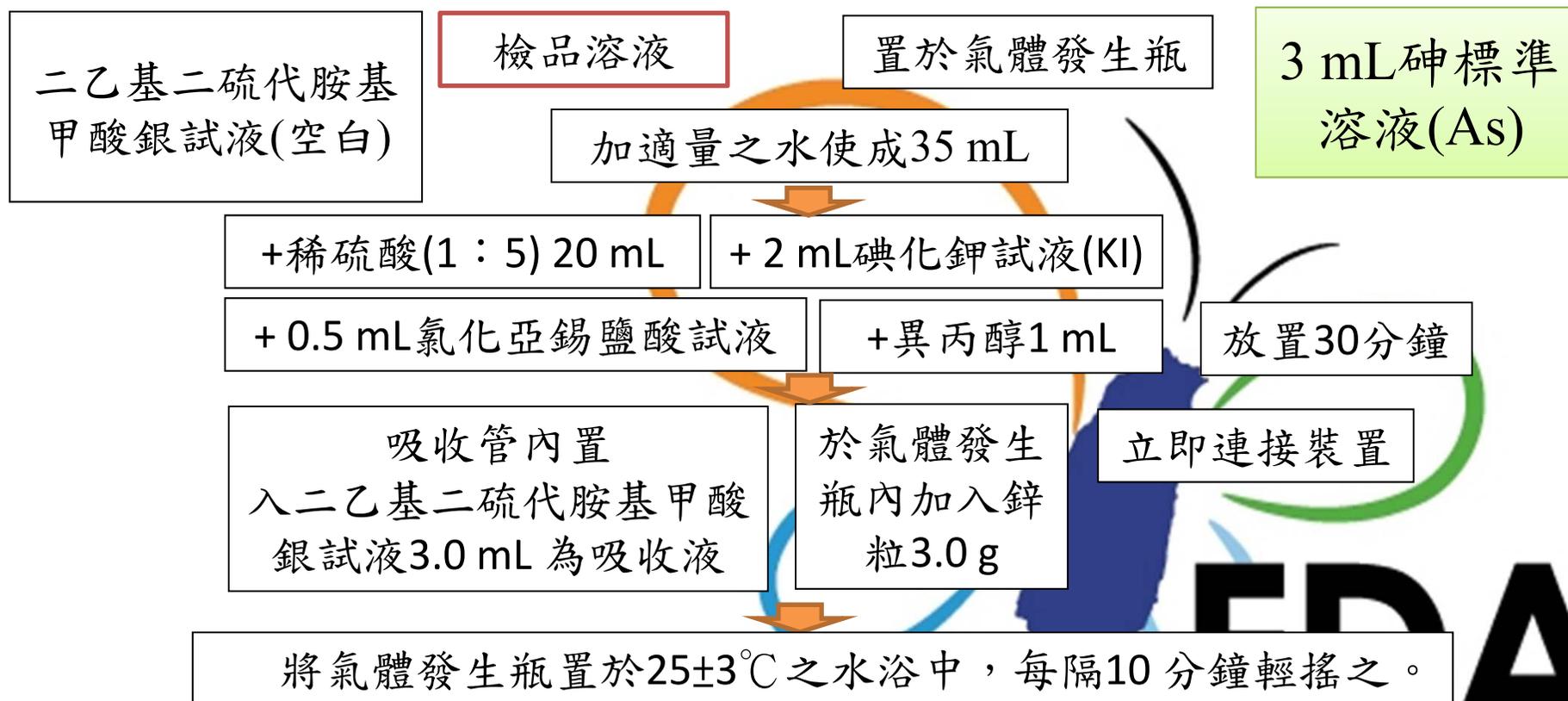
- 氯化亞錫·鹽酸試液：Stannous Chloride · Hydrochloric Acid T.S.
- 取氯化亞錫( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 40 g 溶於鹽酸使成100 mL，置於緊密容器中儲存。



# 砷-第II-1法-檢驗流程

藥求安全 食在安心

檢品溶液：取正文規定量之檢品，加水5 mL，必要時加溫溶解供作檢品溶液



經45分鐘後，將吸收液移入1 cm貯液管，於波長525 nm 測定其吸光度。檢品溶液所呈之吸光度不得較對照溶液所得者為大。



# 砷-第II-2法-檢驗流程

藥求安全 食在安心

除另有規定外，取檢品1.0 g 置於氣體發生瓶中

加硫酸5 mL及玻璃小珠數粒

碳化

碳化前先加熱至120°C

殆與硫酸反應完成後

放冷

小心滴加30%過氧化氫1滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，搖勻，再繼續滴加第2滴，如此小心反覆操作，在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，又若發生過多泡沫時，應暫停加熱，在此分解過程中，須時時搖動，以防止未反應物質形成結塊附著於瓶壁或瓶底。若混合液顏色變深或呈棕色，則滴加過氧化氫，繼續分解，直至檢品全部分解而放出大量三氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色為止。

放冷，小心加水10 mL，蒸發至再生濃煙，必要時，重覆此操作，以完全除去殘留之過氧化氫，放冷，小心加水10 mL，混合均勻，用極少量之水沖洗瓶壁，並加水使成35 mL，供作檢品溶液。另精確量取砷標準溶液3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加水使成35 mL，供作對照溶液。

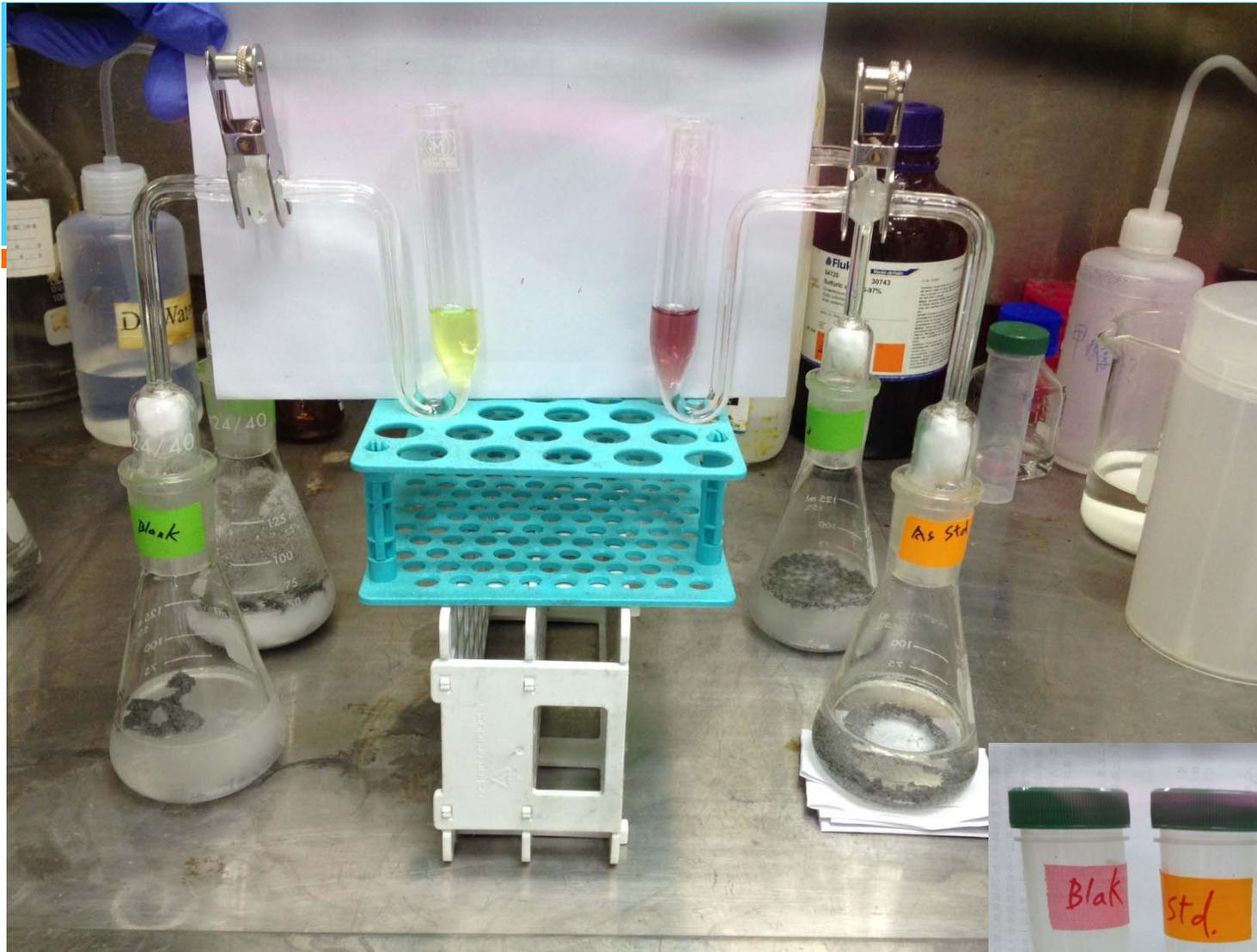
檢查法：同II-1法



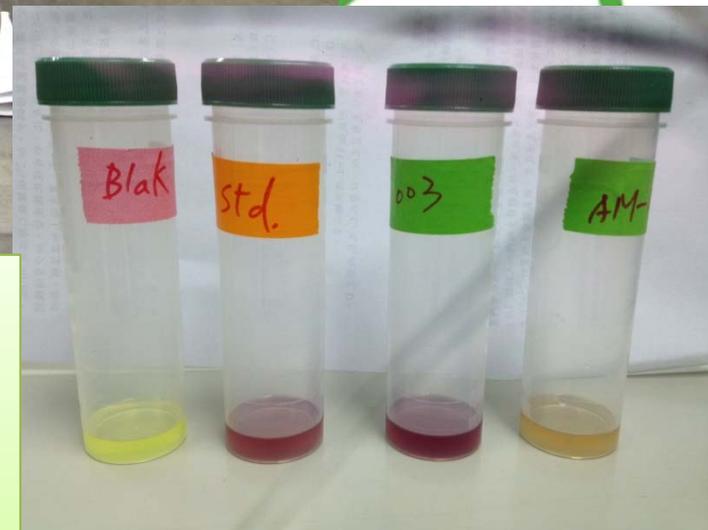
衛生福利部  
食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

求安全 食在安心



※產生之 $\text{AsH}_3$  氣體在有機鹼（吡啶）存在環境下會與二乙基二硫代氨基甲酸銀反應而產生游離態之膠狀銀（Colloidal Silver）而呈現紅紫色（535 nm）



<http://www.fda.gov.tw/>

# 重金屬檢查法

藥求安全 食在安心

- 本法係檢查檢品中所含重金屬是否超過其規定之限量。此處所稱重金屬係指酸性下遇硫化氫試液即顯色之重金屬物質，其限量以Pb計，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。
- 對本試驗有反應的典型物質有鉛、汞、鉍、砷、銻、錫、鎘、銀、銅和鉬等



# 預告修正「食品添加物規格檢驗方法—附錄A-7重金屬檢查法」【發布日期：2015-05-21】

藥求安全 食在安心

- 添加物規格檢驗方法 — 附錄 A-7重金屬檢查法修正草案總
- 對本試驗有反應的典型元素有鉛、汞鉍砷銻、錫鎘銀銅及鉬等，除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「**重金屬檢驗方法總則**」分析檢品中之鉛、汞鉍砷、銻錫鎘銀銅及鉬含量，以其總與規格比較之。

# 重金屬檢查法(I)

藥求安全 食在安心

- 檢品溶液及對照溶液之調製：
  - 除另有規定外，取正文規定量之檢品，置50 mL 鈉氏比色管中，加水溶解使成25mL，用氨試液或稀醋酸 (1→20) 調整pH 值至3.0~4.0 之間，加水稀釋至50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另精確量取鉛標準溶液2.0 mL，置另一鈉氏比色管中，加稀醋酸 (1→20) 2 mL 及水至50 mL，混合均勻，供作對照溶液。
- 檢查法
  - 於分置檢品溶液與對照溶液之鈉氏比色管中，分別各加硫化鈉試液2 滴混合，放置5 分鐘後，襯以白色背景，由上方及側面觀察比較之；檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為濃。



FDA



衛生福利部  
食品藥物管理署  
FDA  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 試藥

藥求安全 食在安心

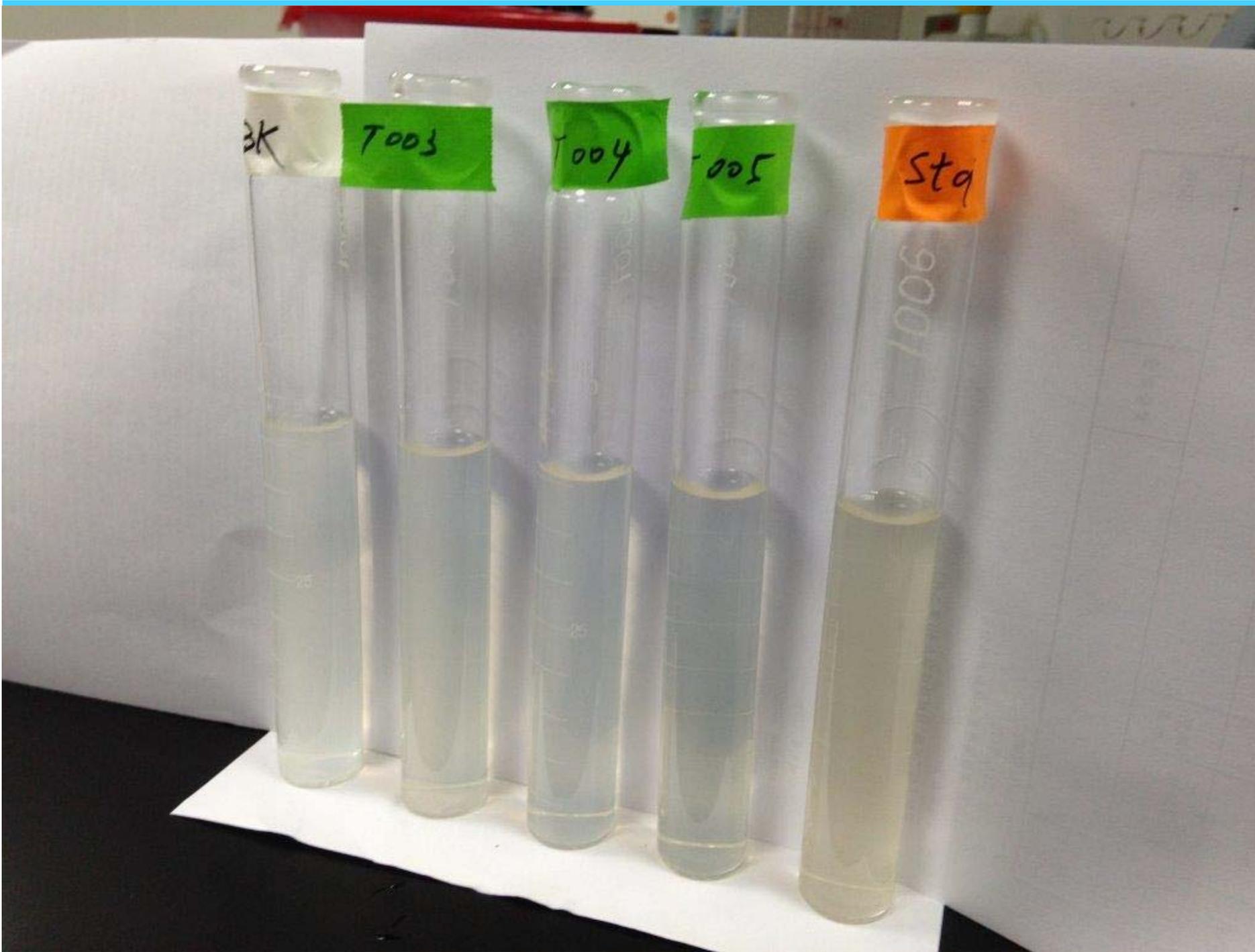
- **氨試液**：取氨水( $\text{NH}_4\text{OH}$ , 28%) 400 mL，加水使成1000 mL。
- **稀醋酸 (1→20)**：取1 mL醋酸+水使成20 mL
- **硫化鈉試液**
- 取硫化鈉( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) 5 g，溶於水10 mL 及甘油30 mL 之混合液中，或取氫氧化鈉( $\text{NaOH}$ ) 5 g，溶於水30 mL 及甘油90 mL 之混合液中，量取此溶液半容量，於冷卻下，通硫化氫至飽和後，將剩餘半容量加入混合之，置於緊密褐色混合瓶中並裝滿貯存。本品配製後3個月內使用
- **酚酞試液**：取酚酞( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$ ) 0.2 g，溶於95%乙醇6 mL，加水使成100 mL。



衛生福利部  
食品藥物管理署  
FDA Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

FDA



# 重金屬檢查法(II)

藥求安全 食在安心

- 適用於有色物質、固定油、揮發性油及生成重金屬硫化物反應時，易受干擾之物質。



衛生福利部  
食品藥物管理署  
FDA  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>

# 檢品溶液及對照溶液之調製

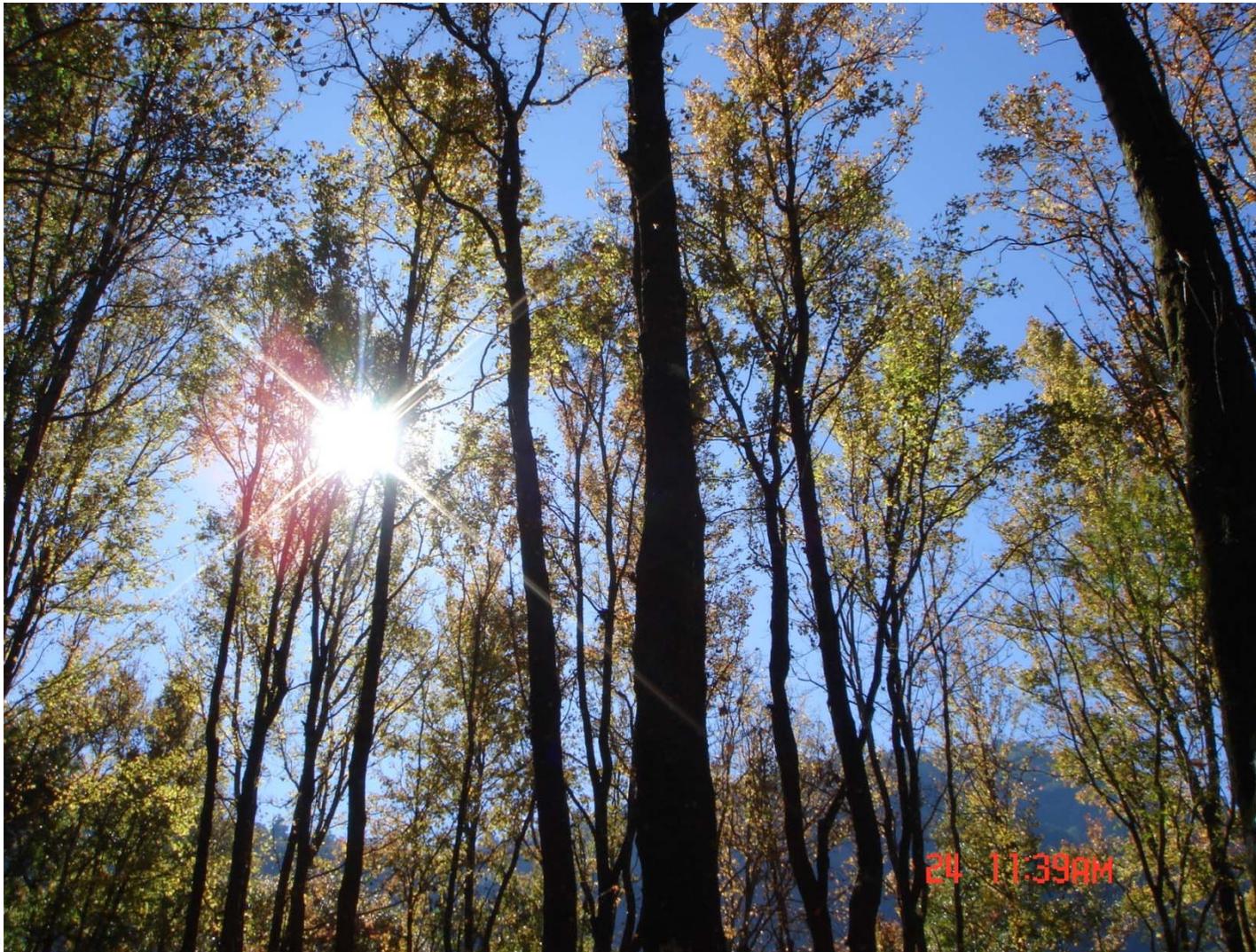
藥求安全 食在安心

除另有規定外，取正文規定量之檢品，置石英或瓷製坩堝中，加適量硫酸使檢品潤濕，用小火熾灼至充分碳化，冷後，加硝酸2 mL及硫酸5滴，小心加熱至不再發生白煙，於450~500°C熾灼灰化。冷後，加鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物以鹽酸3滴潤濕，熱水10 mL加溫浸漬2分鐘，冷後，加酚酞試液1滴，滴加氨試液至呈微紅色為止，再加水稀釋至25 mL。必要時過濾，以水10 mL清洗，合併濾液與洗液，移入鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另取同材質坩堝，加硝酸2 mL，硫酸5滴及鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物加鹽酸3滴，以下按照檢品溶液調製法同樣操作，加鉛標準溶液2.0 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作對照溶液。

檢查法：同第 I 法

# 敬請指教

藥求安全 食在安心



24 11:39AM



FDA 食品藥物管理署  
Food and Drug Administration

歡迎至本署網站查詢更多資訊 <http://www.fda.gov.tw/>