

附錄A 一般試驗法

1. 氯化物檢查法：

本法係檢查檢品中所含氯化物是否超過其規定之限量。此限量通常以Cl計算，並以其重量百分率(%)表示之。

(1) 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，加水約30 mL溶解，若呈鹼性時，先用稀硝酸(10%)中和，再加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成50 mL，作為檢品溶液。另取正文規定量之0.01 N鹽酸液，加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成50 mL作為對照溶液。此時檢品溶液不澄明，可將兩液在相同條件下過濾。

(2) 檢查法：

除另有規定外，檢品溶液與對照溶液，各加硝酸銀試液1 mL，充分搖混，避免日光直接照射，放置5分鐘後，襯以黑色背景，自鈉氏比色管之上方及側面觀察比較之；檢品溶液如起混濁，不得較對照溶液所呈者為濃。

2. 硫酸鹽檢查法：

本法係檢查檢品中所含硫酸鹽是否超過其規定之限量。此限量通常以SO₄計算，並以其重量百分率(%)表示之。

(1) 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，加水約30 mL溶解，若呈鹼性時，先用稀鹽酸(10%)中和，再加稀鹽酸(10%) 1 mL及水使成50 mL，作為檢品溶液。另取正文規定量之0.01 N硫酸液，加稀鹽酸(10%) 1 mL及水使成50 mL，作為對照溶液。此時檢品溶液不澄明，可將兩液在相同條件下過濾。

(2) 檢查法：

除另有規定外，檢品溶液與對照溶液，各加氯化鉍試液2 mL，充分搖混，放置10分鐘後，襯以黑色背景，自鈉氏比色管之上方及側面觀察比較之；檢品溶液如起混濁，不得較對照溶液所呈者為濃。

7. 重金屬檢查法：

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元素有鉛、汞、鈹、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、鈹、砷、銻、錫、鎘、銀、銅及鉬含量，以其總量與規格比較之。

第I法：適用於依規定配製之檢品溶液為無色之物質。

(1) 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25 mL，用氫試液或稀醋酸(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。

(2) 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。

第II法：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。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

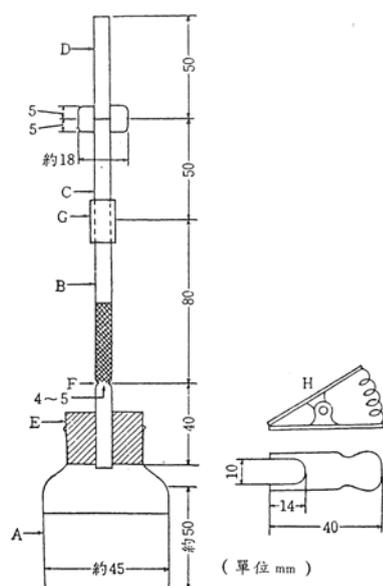
除另有規定外，取正文規定量之檢品，置石英或瓷製坩堝中，加適量硫酸使檢品潤濕，用小火熾灼至充分碳化，冷後，加硝酸2 mL及硫酸5滴，小心加熱至不再發生白煙，於450~500°C熾灼灰化。冷後，加鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物以鹽酸3滴潤濕，熱水10 mL加溫浸漬2分鐘，冷後，加酚酞試液1滴，滴加氨試液至呈微紅色為止，再加水稀釋至25 mL。必要時過濾，以水10 mL清洗，合併濾液與洗液，移入鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另取同材質坩堝，加硝酸2 mL，硫酸5滴及鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物加鹽酸3滴，以下按照檢品溶液調製法同樣操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

(2) 檢查法：同第I法—(2)。

8. 砷檢查法：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」分析檢品中砷含量。

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As₂O₃計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如圖所示。



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。

I-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

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。除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴，以氨試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液(As₂O₃) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀鹽酸(1:2) 5 mL及碘化鉀試液5 mL，放置2~3分鐘後，加酸性氯化亞錫試液5 mL，靜置10分鐘，再加水40

mL，將無砷鋅粒(20號篩) 2 g投入後，立即將已連接並夾有溴化汞試紙之C、D管與B管之橡皮塞 E接裝氣體發生瓶A上，再浸入25°C水中至瓶肩部，放置1小時後，取出溴化汞試紙，儘速觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為深。

I-2法：

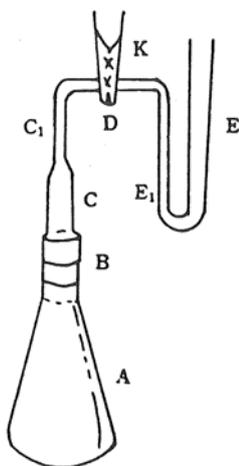
(1) 檢品溶液及對照溶液之調製

取正文規定量之檢品，置白金、石英或瓷製坩鍋中，加2%硝酸鎂乙醇溶液10 mL，點火將乙醇燃盡後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如有碳化物殘留，加少量2%硝酸鎂乙醇溶液潤濕，再以450~550°C熾灼灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，置水浴上加溫溶解，供作檢品溶液，除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴，以氫試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液(As₂O₃) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：同I-1法-(2)。

第II法：本法係基於砷化氫與二乙基二硫代胺基甲酸銀作用之呈色反應，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計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如下圖所示。



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。

II-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按正文規定方法配製之檢液，移入氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作檢品溶液。另精確量取砷標準溶液(As) 3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀硫酸(1:5) 20 mL、碘化鉀試液2 mL、氯化亞錫鹽酸試液0.5 mL及異丙醇1 mL混勻，靜置30分鐘。於吸收管內置入二乙基二硫代胺基甲酸銀試液3.0 mL為吸收液。於氣體發生瓶內加入鋅粒3.0 g (20號篩)，並立即連接氣體發生瓶、洗淨管及吸收管。將氣體發生瓶置於25±3°C之水中，每隔10分鐘輕搖之。經45分鐘後，將吸收液移入1 cm貯液管，於525 nm測定其吸光度，以二乙基二硫代胺基甲酸銀試液為空白對照液。檢品溶液所呈之吸光度不得較對照溶液所得者為大。

99年11月30日署授食字第0991903909號公告訂定
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
104年9月7日部授食字第1041901489號公告修正
107年3月22日衛授食字第1071900482號公告修正

[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。

II-2法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

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，於排氣櫥內加熱至開始碳化，碳化前先加熱至120°C。必要時再多加少量硫酸，使檢品潤濕，但所用硫酸之總量不得超過10 mL。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。

(2) 檢查法：同II-1法-(2)。

10. 折光率測定法：

物質之折光率，係指光線在真空中之速度與在該物質中速度之比，亦等於光線對物質之射入角之正弦與其折角之正弦之比，通常折光率受光線之波長及溫度之不同而有所改變。

折光率 n_D^t 係以鈉光之D線(589.0 nm及589.6 nm)為光源，於溫度 $t^\circ\text{C}$ 測定物質對空氣之折光率而言。

欲達 ± 0.0001 理論之正確度，應使用儀器所附之標準品以校正之，並常用蒸餾水查驗溫度之調節及儀器之潔淨；蒸餾水之折光率 20°C 時為1.3330， 25°C 時為1.3325。

測定法：

折光率之測定，除另有規定外，通常用之儀器為阿培(Abbe)氏折射計(或具有同等精確度之他種類型儀器)，於正文規定溫度之 $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 範圍內測定之。測定時至少量測三次，求其平均值。

11. 旋光度測定法：

多數化學物質或其溶液能使偏極光之平面向左或旋轉，此種性質稱為該物質之旋光性。凡具有旋光性者稱為光活性物質，反之則稱為非光活性物質。其旋光性之強弱以度數表示之，稱為該物質之旋光度。旋光之方向以「+」及「-」分別表示右旋及左旋。在一定情況下，物質之旋光度應不變，故可用於鑑別檢品之真偽純雜，或測定其含量。

旋光度 α_x^t 係指用特定之單色X(記明其波長或名稱)於溫度 $t^\circ\text{C}$ 時測得之旋光度。除另有規定外，通常係於 20°C ，用光徑長10 cm之貯液管，以鈉光之D線測定之。比旋光度 $[\alpha]_x^t$ 之計算方法如下：

$$[\alpha]_x^t = \frac{100\alpha}{lC}$$

t：測定時之溫度

x：即用特定單色光之波長或名稱(用鈉光之D線， $\lambda = 589.0 \text{ nm}$ 及 589.6 nm 時，記為D)。

α ：偏極光面旋轉之角度(及旋光度)

l：貯液管之內層長(dm)。

c：檢品溶液100 mL中所含檢品之g數。

測定法：

按正文規定調製之檢品溶液，於規定溫度下，滿置貯液管內，於暗室中，除另有規定外，用鈉燈為光源，觀察其旋光度。至少測定5次，求其平均值。

15. 鐵檢查法：

本法係檢查檢品中所含鐵化合物是否超過其規定之限量，此限量通常以Fe計算，並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鐵含量。

(1) 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，置於50 mL鈉氏比色管中，加稀硝酸(10%) 6 mL及水10 mL溶解，再加上水使成25 mL，供作檢品溶液。另取正文規定量之鐵標準溶液，置另一鈉氏比色管中，加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成25 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法

於分置檢品溶液與對照溶液之鈉氏比色管中，分別各加過硫酸銨0.05 g及硫氰酸銨試液(1 N) 5 mL，振盪混合，觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之顏色，不得較對照溶液所呈者為深。

17. 一般鑑別試驗法：

下列各項試驗法，係供本檢驗法中單純食品添加物鑑別之用，除另有規定外，試料溶液之濃度約為1%，如檢品係屬數種混合物，則除另有規定外，均不適用。

亞硝酸鹽：

(1) 取亞硝酸鹽溶液(1：20)加稀硫酸(1：20)使成酸性時，發生具有特異臭之黃棕色氣體，繼加硫酸亞鐵結晶少許，則液呈暗棕色。

(2) 取亞硝酸鹽溶液加碘化鉀試液2~3滴，並滴加稀鹽酸(1：3)，則液呈黃棕色，次生成黑紫色沉澱，繼加澱粉試液即呈深藍色。

亞硫酸鹽及亞硫酸氫鹽：

(1) 取亞硫酸鹽或亞硫酸氫鹽之醋酸酸性溶液(1：20)滴加碘，碘化鉀試液時，試液之色消褪。

(2) 取亞硫酸鹽或亞硫酸氫鹽之醋酸酸性溶液，加等容量稀鹽酸(10%)時發生二氧化硫臭氣，而溶液不起混濁。繼加硫化鈉試液1滴時，即變白濁，並逐漸生成黃色沉澱。

鋁鹽：

(1) 取鋁鹽溶液(1：20)加氨試液，即生白色膠狀沉澱，此沉澱不溶於過量之氨試液中。

(2) 取鋁鹽溶液，加氫氧化鈉試液(1 N)，即生白色膠狀沉澱，此沉澱可溶於過量氫氧化鈉試液(1 N)中。

鋅鹽：

- (1) 取鋅鹽之中性或鹼性溶液，加硫化銨或硫化鈉試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於醋酸，但可溶於稀鹽酸(10%)中。
- (2) 取鋅鹽溶液，加亞鐵氰化鉀試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)，但可溶於氫氧化鈉試液(1 N)中。

苯甲酸鹽：

- (1) 取苯甲酸鹽之中性溶液加氯化鐵試液，即生赭色沉澱。
- (2) 取苯甲酸溶液(1：20)加稀鹽酸(10%)使呈酸性，即生結晶性沉澱，取其沉澱，以冷水充分洗滌，乾燥後測定其熔融溫度時，其熔融溫度約為122°C。

銨鹽：

取銨鹽，加氫氧化鈉試液(1 N)，即分解而放出氨之特臭，熱之則分解更快，其放出之氣體能使潤濕之紅色石蕊試紙變藍。

氯化物：

- (1) 取氯化物溶液(1：20)加硫酸及過錳酸鉀，加熱，即放出氯之特臭，此氣體能使潤濕之碘化鉀澱粉試紙變藍。
- (2) 取氯化物溶液，加硝酸銀試液即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀硝酸(10%)，但可溶於微過量之氨試液中。

過氧化物：

- (1) 取過氧化物之溶液，加硫酸使呈酸性，再加重鉻酸鉀試液即呈深藍色，用等量醋酸乙酯振搖放置時，醋酸乙酯層即呈藍色。
- (2) 取過氧化物之硫酸酸性溶液，滴加過錳酸鉀溶液(1：300)，即起泡並使過錳酸顏色消失。

鉀鹽：

- (1) 取鉑絲，用鹽酸濕潤後，蘸以鉀鹽，在無色火焰中燃燒，用藍色鈷玻璃透視，火焰即呈紫堇色。
- (2) 取鉀鹽之中性濃溶液，加酒石酸氫鈉試液，則徐徐生成白色結晶性沉澱，可用玻棒攪拌，或摩擦試管內壁或加冰醋酸或乙醇少許，以加速沉澱析出，此沉澱可溶於氨試液或鹼金屬之氫氧化物或其碳酸鹽之溶液中。

鈣鹽：

- (1) 取鉑絲，用鹽酸濕潤後，蘸以鈣鹽，在無色火焰中燃燒，火焰即呈瞬即消失之黃紅色。
- (2) 取鈣鹽溶液，加草酸銨試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於醋酸，但可溶於鹽酸中。

檸檬酸鹽：

取少量檸檬酸鹽加吡啶·乙醚混合溶液(3：1)數mL，即呈胭脂紅色。

甘油磷酸鹽：

- (1) 取甘油磷酸鹽溶液，加氯化鈣試液，煮沸即生沉澱。
- (2) 取甘油磷酸鹽之冷溶液，加鉬酸銨試液，不生沉澱，煮沸後即生黃色沉澱。
- (3) 取甘油磷酸鹽，加等量之硫酸氫鉀粉末，混合後置試管中，加微熱即放出丙烯醛之刺激性臭。

琥珀酸鹽：

取琥珀酸鹽溶液，調整其pH值至6~7，加氯化鐵試液，即生棕色沉澱。

醋酸鹽：

- (1) 取醋酸鹽，加稀硫酸(10%)，加熱即放出醋酸之特臭。
- (2) 取醋酸鹽加硫酸及乙醇，加熱即放出乙酸乙酯之特臭。
- (3) 取醋酸鹽之中性溶液，加氯化鐵試液，即現深紅色。煮沸，即生紅棕色沉澱，再加鹽酸，沉澱則溶解而成黃色溶液。

水楊酸鹽：

- (1) 取水楊酸鹽之中性溶液加氯化鐵試液，即呈紫堇色，但加稀鹽酸(10%)則其色漸變紫色後消失。
- (2) 取水楊酸鹽之濃溶液，加稀鹽酸(10%)，即生白色結晶性沉澱，此沉澱之熔融溫度為158~161°C

溴化物：

- (1) 取溴化物溶液，滴加氯試液，溴即游離，加氯仿振搖，氯仿層即呈紅棕色。
- (2) 取溴化物溶液，加硝酸銀試液，則生黃白色沉澱，此沉澱不溶於硝酸，但在氯試液中微能溶解。

溴酸鹽：

- (1) 取溴酸鹽之硝酸酸性溶液，加硝酸銀試液，即生白色結晶性沉澱，加熱時沉澱溶解，再滴加亞硝酸鈉試液即生淡黃色沉澱。
- (2) 取溴酸鹽之硝酸酸性溶液，加亞硝酸鈉試液，即呈黃色~紅棕色，加氯仿振搖，氯仿層則呈黃色~紅棕色。

酒石酸鹽：

- (1) 取酒石酸鹽之中性溶液，加硝酸銀試液，即生白色沉澱，取沉澱加適量之氯試液使之溶解，加熱後即析出金屬銀，附著於試管內壁，形成銀壁。
- (2) 取酒石酸鹽溶液，加醋酸使呈酸性，再加硫酸亞鐵試液1滴，過氧化氫試液數滴及過量之氫氧化鈉試液(1 N)，即呈深紫堇色。
- (3) 取少量酒石酸鹽，吡啶·乙醚混合溶液(3:1)數mL，即呈翡翠綠色。

硝酸鹽：

- (1) 取硝酸鹽溶液，加等量之硫酸，混合後放冷，小心沿管壁加硫酸亞鐵試液使成二液層，界面即呈暗棕色輪帶。
- (2) 取硝酸鹽加硫酸與金屬銅，加熱，即放出黃棕色氣體。
- (3) 取硝酸鹽之硫酸酸性溶液，加過錳酸鉀試液，過錳酸鉀之紫色仍不消失(與亞硝酸鹽之區別)。

碳酸鹽：

- (1) 取碳酸鹽加稀鹽酸(10%)，即起泡而放出二氧化碳之無色氣體，此氣體通入氫氧化鈣試液中，即生白色沉澱。
- (2) 取碳酸鹽溶液，加硫酸鎂溶液(1→10)，即生白色沉澱，此沉澱可溶於稀醋酸(10%)中。

(3) 取碳酸鹽之冷溶液，滴加酚酞試液，則呈石竹紅色(與碳酸氫鹽之區別)。

碳酸氫鹽：

- (1) 取碳酸氫鹽加稀鹽酸(10%)，即起泡而放出二氧化碳之無色氣體，此氣體通入氫氧化鈣試液中，即生白色沉澱。
- (2) 取碳酸氫鹽溶液，加硫酸鎂溶液(1→10)，於常溫下不生沉澱，但煮沸時即生白色沉澱。
- (3) 取碳酸氫鹽之冷溶液，滴加酚酞試液，則不呈色或僅微呈石竹紅色(與碳酸鹽之區別)。

硫氰酸鹽：

- (1) 取硫氰酸鹽溶液，加過量之硝酸銀試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀硝酸(10%)，但可溶於氨水中。
- (2) 取硫氰酸鹽溶液，加氯化鐵試液，即現紅色，再加鹽酸，紅色仍不消褪。

硫代硫酸鹽：

- (1) 取硫代硫酸鹽溶液，加鹽酸即生白色沉澱，迅即變為黃色，並放出二氧化硫之特臭。
- (2) 取硫代硫酸鹽溶液，加過量之硝酸銀試液，即生白色沉澱。放置則沉澱變為黑色。

亞鐵鹽：

- (1) 取亞鐵鹽溶液，加鐵氰化鉀試液，即生暗藍色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)中，再加氫氧化鈉試液(1 N)，則沉澱分解。
- (2) 取亞鐵鹽溶液加氫氧化鈉試液(1 N)，即生淡綠色沉澱，振盪後顏色隨即轉變為綠色，再變為褐色。

鐵鹽：

- (1) 取鐵鹽之酸性試液，加亞鐵氰化鉀試液，即生暗藍色沉澱，再加過量氫氧化鈉試液(1 N)，生成紅褐色沉澱。
- (2) 取鐵鹽溶液，加硫氰酸銨試液，即呈深紅色，再加稀鹽酸(10%)，顏色仍不消褪。

鐵：

取鐵鹽或亞鐵鹽溶液加硫化銨試液，即生黑色沉澱，此沉澱可溶於冷稀鹽酸(10%)中，並釋出二氧化硫。

銅鹽：

- (1) 取銅鹽溶液，通以硫化氫，即生棕黑色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)或氫氧化鈉試液(1 N)，但遇熱稀硝酸(10%)，則分解而溶解。
- (2) 取銅鹽溶液，加少量氨試液，即生藍綠色沉澱，再加過量之氨試液，沉澱即溶解而成深藍色溶液。
- (3) 取銅鹽溶液，加亞鐵氰化鉀試液，即生紅色沉澱，此沉澱不溶於稀醋酸(10%)，但可溶於氨試液而成深藍色溶液。
- (4) 取銅鹽溶液，加鹽酸使成酸性，將磨成光亮之鐵片浸入，鐵片上即生成紅色之銅膜。

鈉鹽：

- (1) 取鉑絲用鹽酸潤濕後，蘸以鈉鹽，在無色火焰中燃燒之，火焰即呈顯著之黃色。

- (2) 取鈉鹽0.1 g，溶於水2 mL中，加碳酸鉀溶液(15%) 2 mL，加熱至沸騰，不生沉澱，再加焦銻酸鉀試液4 mL，加熱至沸騰後，以冰水冷卻，即生濃密沉澱，必要時可輔以玻棒摩擦試管內壁。

乳酸鹽：

取乳酸鹽溶液，加硫酸使持酸性，再加過錳鉀試液，加熱，即放出乙醛氣體，此氣體能使預先以新鮮配製之20%嗎啡啉(morpholine)溶液：亞硝基鐵氰化鈉試液(1:1, v/v)混合溶液濕潤之濾紙呈藍色。

鎂鹽：

- (1) 取鎂鹽溶液，加碳酸銨試液，即生白色沉澱，如溶液內先加氯化銨試液時，則不生沉澱。
- (2) 取鎂鹽溶液，加氯化銨試液，再加磷酸氫二鈉試液，即生白色結晶性沉澱，此沉澱不溶於氨試液中。
- (3) 取鎂鹽溶液，加氫氧化鈉試液(1 N)，即生白色膠狀沉澱，此沉澱不溶於過量之氫氧化鈉試液(1 N)，但可溶於氯化銨試液中。

硫酸鹽：

- (1) 取硫酸鹽溶液，加氯化鉬試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於鹽酸或硝酸。
- (2) 取硫酸鹽溶液，加醋酸鉛試液，即生白色沉澱，此沉澱可溶於醋酸銨試液中。
- (3) 取硫酸鹽溶液加鹽酸，不生沉澱(與硫代硫酸鹽之區別)。

磷酸鹽(正磷酸鹽)：

- (1) 取磷酸鹽之中性溶液，加硝酸銀試液(0.1 N)，即生淡黃色沉澱，此沉澱可溶於稀硝酸(10%)或氨試液中。
- (2) 取磷酸鹽之中性溶液，加稀硝酸(10%)與鉬酸銨試液，加熱即生黃色沉澱，此沉澱可溶於氨試液中。

18. 煤焦色素試驗法：

(1) 水不溶物：

先將坩鍋型玻璃過濾器(1G4)於135°C乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。取檢品約2 g，精確稱定，加熱水200 mL充分振搖混合後放冷，不溶物濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，水洗至洗液呈無色為止。玻璃過濾器於135°C乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。

(2) 氯化物及硫酸鹽：

精確稱取檢品約2 g，溶於水約100 mL中，加活性碳10 g振搖混合，靜靜煮沸3分鐘，放冷。加稀硝酸(1→2) 1 mL，充分振搖混合後，加水使成200 mL。用乾燥濾紙過濾，所得無色濾液，所得無色濾液，作為檢品溶液。若活性碳品質低劣，至濾液非無色時，須更換活性碳重新操作。

① 氯化物：

精確量取檢品溶液50 mL加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL (氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。

$$\text{NaCl量} = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200 - b}{50} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸鉍液之mL數

a₀：空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸鉍液之mL數

b：調至檢品溶液時所用活性碳之容積(mL)，係指取同批同重量之活性碳置於量筒中加一定量水，所測得活性碳佔有容積之mL數

② 硫酸鹽：

精確量取檢品溶液25 mL，加酚酞試液1滴，以氫氧化鈉溶液(1→500)滴加至液呈紅色，復以稀鹽酸(1→500)滴至紅色消失。次加無水酒精25 mL搖勻，再加四羥基醌二鈉·氯化鉀混合試藥0.4 g溶解，持續振搖混合下以氯化鉍標準溶液滴定至液呈紫紅色，如終點不易觀察時，可由測方以燈光照射觀察，另作一空白試驗校正之。

$$\text{Na}_2\text{SO}_4\text{量} = \frac{(a - a_0) \times k}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200 - b}{25} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗氯化鉍標準溶液之mL數。

a₀：空白試驗所消耗氯化鉍標準溶液之mL數。

k：氯化鉍標準溶液1 mL相當於硫酸鈉(Na₂SO₄)之g數。

b：調製檢品溶液所用活性碳之容積(mL)，係指取同批同重量之活性碳置於量筒中加一定量水，所測得活性碳佔有容積之mL數。

(3) 砷：

取檢品0.5 g置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加硝酸鎂·乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450~550°C強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之。

(4) 重金屬：

除另有規定外，取檢品2.5 g置白金、石英或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450~550°C強熱熾灼3小時後，放冷。加鹽酸3 mL攪拌混合，再加水7 mL搖勻，以定量分析用濾紙過濾。濾紙上之殘留物以稀鹽酸(1→4) 5mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。

① 鐵：

除另有規定外，精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，加鐵標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管。

測定波長：248.3 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔。

② 鉻：

除另有規定外，精確量取檢品溶液1.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鉻檢液。另精確量取空白試液1.0 mL，加鉻標準溶液10 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鉻中空陰極射線管。

測定波長：357.9 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔。

③ 鋅：

除另有規定外，精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鋅檢液，另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管。

測定波長：213.9 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔或氫氣。

④ 錳：

除另有規定外，精確量取檢品溶液20 mL，加稀酸鹽(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為錳檢液，另精確量取空白試液20 mL，加錳標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：錳中空陰極射線管。

測定波長：279.5 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔。

⑤ 其他重金屬：

量取檢品溶液20 mL置50 mL納氏管中，加酚酞試液1滴，以氨試液滴加至液呈紅色，再加稀醋酸(1→4) 2 mL，必要時過濾，水洗，並加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL至另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，酚酞試液1滴，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘，然後將兩管並立白紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。

(5) 其他色素：

① 取檢品0.10 g加水溶解使成100 mL，供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μ L，用正丁醇：1% 氨水：無水酒精(6：3：2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。

② 以下同①法，但展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1：1)，進行濾紙層析操作。

③取檢品0.30 g，加水溶解使成100 mL，供作檢品溶液。以下同①法，但展開溶媒改用丙酮：乙酸異戊酯：異戊醇：水：丙酸(20：13：5：5：2)，以上昇法展開至30公分，進行濾紙層析分析。

④取檢品0.1 g，加水溶解使成200 mL，供作檢品溶液。以下準用①法進行濾紙層析分析。

(6) 含量測定法：

①三氯化鈦法：

A. 精確量取正文規定量之檢品溶液，置於500 mL廣口三角燒瓶中，加檸檬酸鈉15 g及水至約200 mL，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定。終點為檢品之固有色消褪時。

B. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。

C. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。

D. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸鈉20 g，終點為檢品之固有色消褪轉呈橙色時。

②重量法：

先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135°C乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。

精確量取正文規定之檢品溶液，置500 mL燒杯中，煮沸後加稀鹽酸(1→50) 25 mL再煮沸。燒杯內壁以水約5 mL洗之，蓋上錶玻璃，於水浴上加熱約5小時後，放冷，沉澱物濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，先以每次10 mL之稀鹽酸(1→200)洗滌三次，再以每次約10 mL之水洗滌兩次，將沉澱物連同玻璃過濾器於135°C乾燥3小時後，移入乾燥器中放冷，精確稱定。

19. 煤焦色素鋁麗基試驗法：

(1) 鹽酸及氨水不溶物：

先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135°C乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。精確稱取檢品約2 g，加水20 mL混合後，加鹽酸20 mL充分攪勻，再加熱水300 mL充分振搖混合。蓋上錶玻璃，於水浴上加熱30分鐘後，放冷，上清液先濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，不溶物再用水約300 mL移入過濾器，以每次5 mL之水洗滌二次，再以1 %氨水洗至洗液殆無色為止。繼以稀鹽酸(1→35) 10 mL洗滌，再以水洗至洗液滴加硝酸銀試液不再呈白濁反應為止。玻璃過濾器於135°C乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。

(2) 水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽：

精確稱取檢品約2 g，置三角燒瓶中，正確加入水200 mL，時時振搖混合30分鐘後，用乾燥濾紙過濾。若濾液著色時，加活性炭2 g，充分振搖混合後，加蓋，時時振搖混合放置1小時，用乾燥濾紙過濾。所得無色濾液作為檢品溶液。若濾液非無色時，須更換活性炭重新操作。

①氯化物：

精確量取檢品溶液50 mL，加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL (氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。

$$\text{NaCl量} = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200}{50} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數。

a_0 ：空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸鉍液之mL數。

② 硫酸鹽：

精確量取檢品溶液25 mL，加無水酒精25 mL搖勻，再加四羥基醌二鈉·氯化鈣混合試藥0.4 g溶解，持續振搖混合下以氯化鉍標準溶液滴定至液呈紫紅色，如終點不易觀察時，可由側方以燈光照射觀察，另作一空白試校正之。

$$\text{Na}_2\text{SO}_4\text{量} = \frac{(a - a_0) \times k}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200}{25} \times 100(\%)$$

a ：檢品溶液所消耗氯化鉍標準溶液之mL數。

a_0 ：空白試驗所消氯化鉍標準溶液之mL數。

k ：氯化鉍標準溶液1 mL相當於硫酸鉍(Na_2SO_4)之g數。

(3) 砷：

取檢品0.25 g，置白金、石英或瓷製坩堝中，加硝酸鎂·乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450~550°C徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450~550°C強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之，但酸性氯化亞錫試液改用10 mL，無砷鋅粉改用4 g。

(4) 重金屬：

取檢品2.5 g，置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450~550°C強熱熾灼3小時後，放冷，加鹽酸5 mL及硝酸1 mL，將殘渣充分溶解，放冷，以定量分析用濾紙過濾，容器及濾紙上之殘留誤以稀鹽酸(1→4) 5 mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。

① 鐵：

精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，加鐵標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管。

測定波長：248.3 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔。

② 鋅：

精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL作為鋅檢液。另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管。

測定波長：213.9 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔或氫氣。

③其他重金屬：

量取檢品溶液20 mL，置50 mL納氏管中，以醋酸銨溶液(1→10)調整其pH值至約4後，再加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL，置另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘。然後將兩管並立紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。

(5) 鉍：

精確稱取檢品約1 g，置白金製坩堝中，加少量硫酸潤濕，用小火熾灼至充分碳化，放冷，再加硫酸1 mL，小心加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450~550°C強熱熾灼3小時。冷後，加無水碳酸鈉5 g充分混合，加蓋並加熱至熔融。繼續加熱10分鐘。冷後，加水20 mL，於水浴上加熱使熔融物溶解。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水洗至洗液不再呈硫酸鹽反應，濾紙及殘留物一併移入燒杯中，加稀鹽酸(1→4) 30 mL，充分振搖混合後煮沸。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水10 mL洗滌，合併洗液與濾液，於水浴上蒸發乾涸。殘留物加水5 mL溶解，必要時過濾，再加水使成10 mL，加稀鹽酸(1→4) 0.1 mL，充分混合後，再加稀硫酸(1→20) 1 mL混合，放置10分鐘時不得混濁。

(6) 其他色素：

①取相當於含色素酸0.10 g之檢品，加稀醋酸(1→3) 60 mL，加熱至沸騰後，放冷，加丙酮至100 mL，充分混合，取上清液供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μL，用正丁醇：1%氨水：無水酒精(6：3：2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。

②準用①法，但稀醋酸(1→3)改用1%氨水，而展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1：1)，進行濾紙層析操作。

③取相當於含色素酸50 mg之檢品，以下準用①法。

④準用①法，但稀醋酸(1→3)改用稀醋酸(1→20)。

(7) 含量測定法：

①精確稱取正文規定量之檢品，置於500 mL廣口瓶中，加稀硫酸(1→20) 20mL，充分振搖混合後，加熱水50 mL，並加熱溶解。再加熱水150 mL及檸檬酸鈉15 g，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定，終點為檢品之固有色消褪時。

②準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。

③準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, C₃₇H₃₄N₂Na₂O₉S₃)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。

20. 鈣鹽定量法：

本法係採用乙烯二胺四醋酸二鈉(EDTA)定量鈣含量之方法，分為以EDTA之直接滴定法(第I法)及加過量之EDTA後用醋酸鋅之逆滴定法(第II法)。除另有規定外，依照下列任一方法進行操作。

第I法：

99年11月30日署授食字第0991903909號公告訂定
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
104年9月7日部授食字第1041901489號公告修正
107年3月22日衛授食字第1071900482號公告修正

精確量取正文規定之檢品溶液10 mL加水50 mL、氫氧化鉀溶液(1→10) 10 mL，放置約1分鐘後，以NN試藥約0.1 g為指示劑，立即用0.05 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液滴定至紅紫色完全消失變成青色為止。

第II法：

精確量取正文規定之檢品溶液20 mL，加0.02 M 乙烯二胺四醋酸二鈉液25.0 mL，再加水50 mL及氫·氯化銨緩衝液(pH 10.7) 5 mL，放置約1分鐘後，以愛麗黑T試液2滴為指示劑，立即用0.02 M 醋酸鋅液滴定過量之乙烯二胺四醋酸二鈉，至青色變成紅紫色為止，另作一空白試驗予以校正。

21. 油脂類試驗法

(1) 酸價測定法

酸價為中和檢品1 g所需氫氧化鉀之mg數。

第I法：

除另有規定外，取正文規定量之檢品，加乙醇與乙醚等容混合液50 mL，必要時加溫溶解，供作檢品溶液。冷後加酚酞試液1 mL為指示劑，用0.1 N 酒精性氫氧化鉀液滴定至液呈淡紅色持續30秒鐘為止，另作一空白試驗校正之。根據滴定結果按下式計算其酸價。

$$\text{酸價} = \frac{0.1 \text{ N 酒精性氫氧化鉀液之消耗量(mL)} \times 5.611}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

第II法

異丙醇與甲苯之等容混合液125 mL，加1%酚酞異丙醇溶液2 mL，以鹼中和至持續呈淡粉紅色。依下表取適量混合均勻之液狀檢品，精確稱定，加中和之混合液，必要時加溫溶解。以0.1 N 氫氧化鉀液滴定並充分振搖至呈持續之淡粉紅色。由下式計算其酸價。

$$\text{酸價} = \frac{0.1 \text{ N 氫氧化鉀液之消耗量(mL)} \times 5.611}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

酸價	檢品之採取量(g)
0~1	20
1~4	10
4~15	2.5
15~75	0.5
75以上	0.1

(2) 皂化價測定法

皂化價為中和及皂化檢品1 g中之游離酸及酯所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，取檢品約1 g，精確稱定，置三角燒瓶中，加乙醇40 mL，必要時加溫溶解，精確加0.5 N 酒精性氫氧化鉀液20 mL，接裝回流冷凝器，置水浴中時時搖混加熱30分鐘。冷後，加酚酞試液1 mL，即用0.5 N 鹽酸液滴定過量之氫氧化鉀。另作一空白試驗校正之。根據滴定結果按下式計算其皂化價。

$$\text{皂化價} = \frac{(a - b) \times 28.05}{\text{檢品之採取量}(g)}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(3) 酯價測定法：

酯價係指皂化檢品1 g中酯所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，測定皂化價及酸價，按下式求得酯價。

$$\text{酯價} = \text{皂化價} - \text{酸價}$$

(4) 羥基價測定法

羥基價為依下述條件將檢品1 g乙醴化時，與羥基結合之醋酸中和所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，取檢品約1 g，精確稱定，移入長頸圓底燒瓶中，精確加無水醋酸·吡啶試液5 mL，瓶口以小漏斗覆蓋，浸入油浴中，於95~100°C加熱乙醴化1小時。冷後，加水1 mL充分搖混後，再置油浴中加熱10分鐘，冷後，將漏斗及燒瓶頸部附著物以中和乙醇5 mL洗入，加酚酞試液1 mL，用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定，另作一空白試驗校正之。根據滴定結果，按下式計算其羥基價。

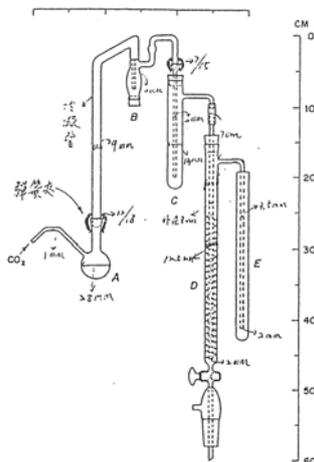
$$\text{羥基價} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{檢品之採取量}(g)} + \text{酸價}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

b：檢品所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

(5) 氧乙烯含量測定法

裝置：如圖所示



圓底燒瓶A：具CO₂之毛細管入口，以冷凝管與B相連。

收集管B：含紅磷水懸浮液。

收集管C：含硝酸銀溶液以吸收碘乙烷。

收集管D：具1.75 mm螺旋鈕(23轉，上升8.5 mm/轉)，且提供溴·溴化物溶液與釋出之乙烯較長的接觸。長而尖細之接收器與開關可將溴·溴化物溶液移至滴定三角瓶中而不致漏失。

收集管E：含碘化鉀溶液，以接收被CO₂趕出之溴。

硝酸銀溶液之調製：

取硝酸銀15 g，溶於50 mL之水中，加乙醇400 mL及硝酸數滴，混勻。

測定法：

取紅磷60 mg，加水100 mL使成懸浮液，置於收集管B中，使其量足以覆蓋插入管。精確量取硝酸銀溶液10 mL，置於收集管C，另取溴·溴化物溶液15 mL，置於收管D中，碘化鉀溶液(1→10) 10 mL置於收集管E。取本品精確稱定，置於圓燒瓶A中，加入氫碘酸10 mL與少許沸石，接上冷凝管，通CO₂氣體，流速為每秒產生一個氣泡。燒瓶置於油浴中，保持140~145°C至少40分鐘，持續加熱至冷凝管迴流霧狀呈透明且收集管C之上層液幾乎完全澄清。於此反應終止前5分鐘時，收集管C於50~60°C水浴中加熱，以逐出溶入之烯類。在分解完成時，小心依序移去收集管C及D，再移去CO₂供源及油浴。連接收集管D於內置有水150 mL及碘化鉀溶液(1→10) 10 mL之500 mL碘瓶中。將收集管D內之溴·溴化物溶液移入碘瓶中，以水數mL潤洗收集管及螺旋鈕，將收集管E中之碘化鉀溶液移入碘瓶中，以水數mL潤濕側臂與收集管，碘瓶加蓋靜置5分鐘，加稀硫酸試液5 mL及指示劑澱粉試液2 mL，立即以0.05 N硫代硫酸鈉液滴定之。另作一空白試驗校正之。依下式計算氧乙烯之含量。

$$\text{氧乙烯含量(\%)} = \frac{(B-S) \times N \times 2.203}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

B：空白試驗所消耗0.05 N硫代硫酸鈉液之mL數

S：檢品所消耗0.05 N硫代硫酸鈉液之mL數

N：硫代硫酸鈉液之當量

2.203：氧乙烯之當量係數

(6) 游離脂肪酸測定法

除另有規定外，依下表所示採取檢品，精確稱定，置入250 mL三角瓶中。另取酚酞試液2 mL加入下表所示熱酒精中，滴加鹼液中和至持續淡粉紅色，將此酒精溶液加入置有檢品之三角瓶中，以下表所示之氫氧化鈉液滴定之，激烈振搖，至呈現與原中和酒精相同深度之淡粉紅色，並持續30秒為止，根據滴定結果按下式計算其含量。

游離脂肪酸(FFA)含量(%)

$$= \frac{\text{氫氧化鈉液消耗量(mL)} \times \text{氫氧化鈉液當量} \times \text{正文規定之係數}}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

游離脂肪酸含量範圍(%)	檢品之採取量(g)	酒精量(mL)	氫氧化鈉液濃度(N)
0.00~0.2	56.4 ± 0.2	50	0.1
0.2~1.0	28.2 ± 0.2	50	0.1
1.0~30.0	7.05 ± 0.05	75	0.25
30.0~50.0	7.05 ± 0.05	100	0.25~1.0
50.0~100	3.525 ± 0.001	100	1.0

(7) 碘價測定法(Wijs法)

本法係測定檢品之不飽和程度，依下述條件測定100 g檢品所能吸收之碘g數。

① Wijs溶液之調製：

取再昇華碘13 g溶於冰醋酸1000 mL中，取此溶液10.0 mL置於250 mL燒瓶中，加碘化鉀試液20 mL及水100 mL，以0.1 N硫代硫酸鈉液滴液定之，於接近滴定終點時加入澱

99年11月30日署授食字第0991903909號公告訂定
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
104年9月7日部授食字第1041901489號公告修正
107年3月22日衛授食字第1071900482號公告修正

粉指示劑，繼續滴定至藍色完全消失為止，消耗之滴定量為A mL。取碘·醋酸溶液100 mL置於一旁，於剩餘之碘·醋酸溶液中通入經硫酸洗淨乾燥之氯氣，直到取出10 mL以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定时，會有一特殊之顏色反應產生。

Wijs溶液之另一調製法：

取氯化碘16.5 g溶於冰醋酸100 mL，貯於褐色瓶中，並以石蠟紙封好備用，且須於30天內使用。

總鹵素含量：

取Wijs溶液10.0 mL於含新煮沸冷卻之水150 mL及碘化鉀試液15 mL之250 mL燒瓶中，立刻以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定之，消耗之滴定量為B mL。

鹵素(I/Cl)比值：A/(B-A) [A：碘·醋酸溶液10 mL之0.1 N硫代硫酸鈉液滴定量(mL)；B：Wijs溶液10 mL之0.1 N硫代硫酸鈉液滴定量(mL)]，其值應為1.0~1.2。若其值不在此範圍內時，可加入原來之碘·醋酸溶液或通入更多氯氣來調整之。

②測定法：

取正文規定碘價除以25所得 g數之檢品，若有需要，熔解並以乾燥之濾紙過濾之。將精確稱定之檢品置入含冰醋酸：環己烷(1：1, v/v) 20 mL之乾淨有玻璃蓋之500 mL燒瓶或三角瓶中，加入Wijs溶液25.0 mL，攪拌後置於暗處30分鐘。加碘化鉀試液20 mL及新煮沸冷卻之水100 mL，以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定過量之碘，於滴定时應緩慢並持續振搖直至黃色幾乎消失時，加入澱粉試液，繼續滴定至藍色完全消失，接近終點時應蓋上瓶蓋大力振搖，使瓶內碘能完全釋出。於同樣溫度下操作空白試驗，並依下式計算出碘價。

$$\text{碘價} = \frac{(a - a_0) \times 12.69 \times \text{硫代硫酸鈉液之當量}}{\text{檢品取量(g)}}$$

a：空白試驗所消耗0.1 N硫代硫酸鈉液之mL數

a₀：檢品溶液所消耗0.1 N硫代硫酸鈉液之mL數

(8) 非皂化物測定法

本法係測定可溶於一般油溶性溶劑卻不被鹼性氫氧化物皂化之物質。

測定法：

取檢品5.0 g，精確稱定，置於250 mL燒瓶中，加氫氧化鉀·乙醇溶液(2→40)，上置冷凝管，溫和迴流加熱煮沸1小時或直至皂化完全後，倒入量筒(長度約30 cm，直徑約3.5 cm且附蓋，並標有40、80及130 mL刻度)，以酒精洗燒瓶，洗液併入量筒至40 mL，續以溫水及冷水至80 mL，最後以少量石油醚洗滌，並併入量筒內，待量筒內之溶液冷卻至室溫，再加石油醚50 mL。

量筒蓋上蓋子，劇烈振搖至少1分鐘，待兩層澄清，儘可能吸取上層液移至500 mL分液漏斗，再各以50 mL石油醚萃取6次(每次均劇烈振搖)，吸取並收集石油醚萃取液於分液漏斗中，再每次以25 mL之10%乙醇洗至洗液呈中性(酚酞指示劑)並去除洗液。將石油醚萃取液倒入已稱重過之燒杯，另以乙醚10 mL潤洗分液漏斗並倒入燒杯中，於蒸氣浴上揮發至乾，並乾燥殘留物至恆量，最好在不超过200 mmHg下75~80°C或在100°C下乾燥30分鐘，置於乾燥器冷卻並稱重(A)。

殘留物中脂肪酸之定量(B)：以溫的乙醇(預先以酚酞當指示劑，氫氧化鈉滴定至淡粉紅色) 50 mL溶解殘留物，以0.02 N氫氧化鈉液滴定至呈現中和時相同之淡粉紅色，每mL之0.02 N氫氧化鈉液相當於5.659 mg之脂肪酸(以oleic acid計)。

$$\text{非皂化物(\%)} = \frac{(A - B)}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

24. 鉛試驗法(原子吸光分光光度法)：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」分析檢品中鉛含量。

第I法

本品係檢查檢品中所含鉛是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

- (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再發生硫酸白煙，移入電器爐以450~550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。除另有規定外，另取鉛標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

- (2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

操作條件：

光源燈管：鉛中空陰極射線管。

分析波長：283.3 nm。

助燃氣體：空氣。

可燃氣體：乙炔。

第II法：

以下所選擇之試劑均含極低濃度之鉛含量，且均貯藏在矽酸硼材質之玻璃容器內。所有玻璃容器經水洗後浸泡在燒熱的稀硝酸中(1→2)。

- (1) 檢品溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取檢品1.0 g於適當的燒瓶中，加硫酸5 mL及少量玻璃珠，於不超過120°C下進行消化直至焦黑開始(硫酸量不能超過10 mL)，小心滴加30%過氧化氫1滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，再繼續滴加第2滴。在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，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。若混合液有顏色時，則滴加過氧化氫，繼續分解，並逐漸升溫至250~300°C，直至檢品全部分解而釋出大量三氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色，放冷，小心加水10 mL，再加熱至冒出大量的煙，放冷，再加少量的水溶解，轉移至分液漏斗，供作檢品溶液。

- (2) 試驗法：

除另有規定外，將檢品溶液移入分液漏斗，加檸檬酸銨試液6 mL及羥胺試液2 mL(若檢驗鐵鹽中鉛限量時，則加檸檬酸試液10 mL)，加酚紅試液2滴，再以較強的氫試液滴定至剛呈鹼性(紅色)，放冷或用自來水沖冷，再加氰化鉀試液2 mL，立刻以每次5 mL的二苯硫脲萃取液萃取，直至二苯硫脲溶液維持其綠色，合併二苯硫脲萃取液，加稀硝酸(1→100) 20mL，振搖30秒，去除氯仿層，再加二苯硫脲標準液5.0 mL

99年11月30日署授食字第0991903909號公告訂定
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
104年9月7日部授食字第1041901489號公告修正
107年3月22日衛授食字第1071900482號公告修正

及銨·氰化鉀試液4 mL，振搖30秒。若有任何二苯硫脲鉛存在，則氯仿層溶液會呈紫色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液按照同法操作所呈者為深。

28. 香料試驗法：

(1) 醇類含量定量法

醇類含量係指檢品中游離狀態之醇類含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

第I法：

精確量取檢品10 mL，置於100 mL之三角燒瓶中，加乙醚10 mL及新加熱融解之無水醋酸鈉1 g，附上冷卻管，於砂浴或加熱包中慢慢加熱煮沸1小時，冷卻15分鐘後，加水50 mL，再於水浴中加熱15分鐘，時時振搖。冷後，移入分液漏斗中，使水層分離。油層以無水碳酸鈉溶液(1→8)洗至液呈鹼性，再以氯化鈉溶液(1→10)洗至液呈中性，移入乾燥之容器內，加無水硫酸鈉2 g，振搖混合，使之脫水，放置30分鐘後，過濾。按正文規定，稱取所得之乙醯化油，精確稱定，按照香料試驗法中「3酯價」檢查之，所得酯價，即為乙醯價，依下試計算之。

$$\text{乙醯價} = \frac{(a-b) \times 28.053}{\text{乙醯化油之採取量(g)}}$$

$$\text{醇類含量} = \frac{\text{醇之分子量} \times (a-b) \times 0.5}{[\text{乙醯化油之採取量(g)} - 0.02102(a-b)] \times 1000} \times 100(\%)$$

$$= \frac{\text{乙醯價} \times \text{醇之分子量}}{561.1 - (0.4204 \times \text{乙醯價})} (\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

第II法：

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之共栓三角瓶中，精確加乙醚·吡啶試液5 mL，磨砂部份以2~3滴之吡啶潤濕，輕輕栓上瓶蓋，於水浴中加熱1小時。冷後，瓶蓋及三角瓶之內壁以水10 mL清洗，再栓上，充分振混後，冷卻至常溫，以中和乙醇5 mL洗磨砂部份及內壁，以結晶紫·瑞香酚藍試液2~3滴為指示劑，用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定之，另作空白試驗校正之。

$$\text{醇類含量} = \frac{\text{醇之分子量} \times (a-b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

b：檢品溶液所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

(2) 醛類或酮類含量定量法

醛類或酮類含量係利用醛或酮與鹽酸羥胺(Hydroxylamine hydrochloride, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)反應之性質，求出其含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

第I法

取正文規定之檢品重量，精確稱定，精確加0.5 N鹽酸羥胺試液50 mL，充分振搖混合後，按照正文規定之時間放置，或連接冷凝管於水浴中按照正文規定之時間徐徐煮沸，冷卻至室溫，游離之酸用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定之，終點用電位差計，或溶液由紫色變為黃綠色為止，另作空白試驗校正之，依照下式計算其含量。

$$\text{醛類或酮類含量} = \frac{\text{醛或酮之分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

b：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

第II法

取正文規定之檢品重量，精確稱定，精確加鹽酸羥胺試液75 mL，充分振搖混合後，按正文規定之時間放置，或連接冷凝管於水浴中按取正文規定之時間徐徐煮沸，冷卻至室溫，過量之羥胺用0.5 N鹽酸液滴定之，終點用電位差計，或溶液由紫色變黃綠色為止，另作空白試驗校正之，依照下式計算其含量。

$$\text{醛類或酮類含量} = \frac{\text{醛或酮之分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(3) 酯價測定法

酯價係指檢品1 g中所含之酯皂化時所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之三角燒瓶中，加乙醇10 mL及酚酞試液3滴，以氫氧化鉀溶液(1→250)中和，正確加0.5 N酒精性氫氧化鉀液25 mL，連接冷凝管，於水浴中慢慢煮沸1小時，冷後，過量之氫氧化鉀，以酚酞試液2~3滴為指示劑，用0.5 N鹽酸液滴定，另作空白試驗校正之，依照下式計算酯價。

$$\text{酯價} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(4) 酯含量定量法

鹽基性酯含量係依照香料試驗法中酯價測定法測定之，依照下式計算酯含量。

$$\text{酯含量} = \frac{\text{酯之分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

$$= \frac{\text{酯價} \times \text{酯之分子量}}{561.1} (\%)$$

a及b即(3)酯價測定法之a及b。

(5) 氯化物檢查法

本試驗法係利用氯化銅之顏色反應。

測定法：

將寬1.5 cm，長5 cm，綱目約1 mm之銅卷附於銅線之末端，此銅網於無色火焰中燃燒至火燄不呈綠色為止，放冷，反覆操作數次。冷後，將銅網加檢品2滴，再燃燒，反覆操作3次後，再將銅網調整為4 cm高之無色火燄之外緣燃燒，其火燄不得呈綠色。

(6) 皂化價測定法

皂化價係指檢品1 g中皂化所含之酯及中和游離酸所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之三角燒瓶中，精確加0.5 N酒精性氫氧化鉀液25 mL，連接冷凝管，於水浴中慢慢加熱煮沸1小時，冷後，以酚酞試液1 mL為指示劑，用0.5 N鹽酸滴定過量之鹼，另作空白試驗校正之，依照下式計算皂化價。

$$\text{皂化價} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(7) 酸價測定法

酸價係指中和檢品1 g所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取檢品約10 g，精確稱定，加中和酒精約50 mL，必要時加溫溶解，加酚酞試液數滴，時時振搖混合，用微量滴定管，以0.1 N氫氧化鉀液滴定至溶液呈持續30秒之淡粉紅色，或用電位差計滴定之。

$$\text{酸價} = \frac{0.1 \text{ N 氫氧化鉀液之消耗量(mL)} \times 5.611}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

(8) 酚類含量定量法

酚類含量係檢品中所含氫氧化鉀可溶物之含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

精確量取本品10 mL，置於150 mL之Cassia flask中，一邊充分振搖混合，一邊將75 mL之1 N氫氧化鉀液分三次加入，再充分振搖混合5分鐘，放置30分鐘後，徐徐加入1 N

99年11月30日署授食字第0991903909號公告訂定
102年9月4日部授食字第1021950290號公告修正
104年9月7日部授食字第1041901489號公告修正
107年3月22日衛授食字第1071900482號公告修正

氫氧化鉀液，使不溶性之油分上升至Cassia flask之刻度部份，放置1小時後，測定油量(mL)，按照下式計算其含量。

$$\text{酚類含量} = 10 \times [10 - \text{不溶性之油量(mL)}][\% (\text{v/v})]$$

33. 硒檢查法

本法係檢查檢品中所含硒是否超過其規定之限量。此限量通常以Se計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

取正文規定量之檢品置於150 mL燒杯中，加4 N鹽酸液25 mL，攪拌並慢慢加熱至沸騰，於蒸氣浴上分解15分鐘後移開熱源，加水25 mL冷卻至室溫，供作檢品溶液。精確量取硒標準溶液2 mL至150 mL燒杯中，加2 N鹽酸液50 mL混合均勻後供作對照溶液，另取150 mL燒杯加入2 N鹽酸液50 mL作為空白試驗。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液、對照溶液及空白試驗之燒杯中，分別加氨水5 mL。冷後以稀氫氧化銨溶液(1→2)調整其pH值至 2.0 ± 0.2 。各加鹽酸羥胺(Hydroxylamine hydrochloride) 200 mg於每個燒杯，小心攪拌溶解後立即各加2,3-二胺基萘試液5 mL，混合後，以表玻璃覆蓋燒杯，於室溫下靜置100分鐘。將靜置後溶液移至分液漏斗中，並加水10 mL沖洗燒杯壁，加環己烷5 mL萃取，經激烈震盪2分鐘後放置分層，去水層，並將環己烷層離心去除其中少量的水。將萃取液移入1 cm貯液管，於380 nm測定其吸光度。當檢品取200 mg時，檢品溶液所得之吸光度不得較對照溶液所得為大。而當檢品取100 mg時，則檢品溶液所得之吸光度不得較對照溶液所得之一半值為大。

35. 醇類測定法

醇類中之揮發性物質可由氣相層析法加以分離及鑑別。此方法可作為含量測定及純度試驗之用。

第I法：

本法適用於正丁醇、正丙醇及異丙醇之測定。

精確量取檢品溶液及標準溶液1~5 μL ，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢品溶液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢品中之含量。

氣相層析條件：

層析管：Chromosorb W (60/80 mesh)上附被有10% P.E.G. 400，內徑6.4 mm，長度1.8 m之玻璃管柱或相似之層析管。

檢出器：火焰離子檢出器

層析管溫度：90°C

檢出器溫度：150°C

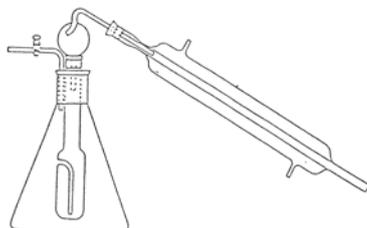
注入器溫度：150°C

移動相氣體氮氣流速：45 mL/min

36. 揮發性酸測定法

裝置：改良式Hortvet-Sellier蒸餾器

U形內管尺寸：38×203 mm



操作法：

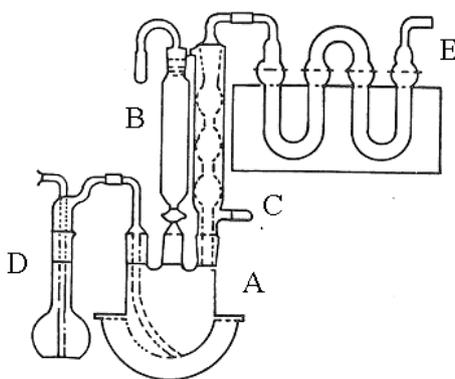
取正文規定量之檢品，精確稱定，移入U內管中，將此管放置於已裝有煮沸熱水300 mL之三角燒瓶內，檢品加入4 N過氯酸液10 mL，接裝冷凝管，進行水蒸氣蒸餾，分段收集餾液，每20~25分鐘收集蒸餾液100 mL為一單位，以酚酞試液當指示劑，用0.5 N氫氧化鈉液滴定之，記錄其滴定量(mL)，直到餾液之0.5 N氫氧化鈉液消耗量低於0.5 mL，則停止蒸餾。並由下式計算揮發性酸含量。

揮發性酸含量(mg) = 0.5 N氫氧化鈉液消耗量(mL) × e (e值見正文內規定值)

45. 二氧化硫測定法

本法係檢查檢品中所含二氧化硫是否超過其規定限量。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「食品中二氧化硫之檢驗方法」分析檢品中二氧化硫含量。

(1) 裝置：



A：1000 mL三孔圓底蒸餾瓶。

B：125 mL柱狀分離管，頂端有橡皮塞及附小段U形管。

C：30 cm冷凝管，出口處附一小段經稀鹽酸(1：20)預煮及水清洗過之矽膠管，以連接第一個U形管。

D：250 mL氣體洗瓶。取焦棓酚(pyrogallol) 4.5 g於氣體洗瓶，加水5 mL成泥狀物，並加水5 mL洗2次，通入氮氣趕走空氣。以長柄漏斗加入氫氧化鉀溶液(65：85)。臨用時配製。

E：8×25 mm U形管。由出口處加入3 mm之玻璃珠10 mL，過氧化氫10 mL及甲基紅試液1滴。

(2) 測定法：

取檢品約100 g，精確稱定，置於300 mL新煮沸且已冷卻之水中，將泥狀物水洗，經大口徑漏斗移至圓底蒸餾瓶中，加水稀釋至400 mL，並把分液漏斗開關關上。加4 N鹽酸溶

液90 mL至分液漏斗，由連結於分液漏斗瓶口上之管子緩緩吹氣，使鹽酸緩緩流入圓底蒸餾瓶中，將分液漏斗蓋子蓋上。

裝好U形管，以氮氣穩定吹著，以加熱包加熱圓底蒸餾瓶並迴流約20分鐘，達穩定迴流狀態後，加熱並迴流約1小時45分鐘。關掉冷凝管中的水，持續加熱至第一個U形管有冷凝現象且有些微熱，移開分液漏斗並去除熱源。當冷凝管頂端冷卻後，移開第一個U形管冷凝管之進口，直接連接於第二個U形管冷凝管之進口，並將原先連接於第一個U形管之出口及第二個U形管冷凝管進口之連結管，接於第一個U形管冷凝管之進口。取下之第一個U形管冷凝管，加一滴甲基紅試液，並以0.1 N氫氧化鈉液滴定至呈黃色，時時振盪均勻。移開連接於第一個U形管之出口及第二個U形管冷凝管進口之連結管，接於第二個U形管冷凝管之出口，同上述方法操作第二個U形管。記錄兩次滴定量之和為S mL。另作一空白試驗，記錄0.1 N氫氧化鈉液之滴定量為B mL。依下列公式計算二氧化硫含量百分比：

$$\text{二氧化硫(\%)} = \frac{(S - B) \times 0.0032 \times 100}{W}$$

S：兩次滴定量之和(mL)

B：空白試驗之滴定量(mL)

W：檢品重量(g)

48. 錳測定法

本法係檢查檢品中所含錳是否超過其規定限量，用原子吸光光度法測定。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中錳含量。

(1) 檢品溶液及標準溶液之調製：

取檢品10 g，精確稱定，置於預經0.5 N鹽酸溶液潤濕之200 mL定量三角瓶中，加0.5 N鹽酸溶液140 mL，激烈振盪15分鐘，加0.5 N鹽酸溶液定容至200 mL，振盪均勻，取此溶液約100 mL，於2000 rpm離心5分鐘，取澄清液供作檢品溶液。另取錳1.0 g，精確稱定，加0.5 N鹽酸10 mL及水10 mL，加溫溶解後，加水定容至1000 mL，取此溶液5 mL，加水定容至50 mL，再分別取5.0、10.0、15.0及20.0 mL，各加水定量至1000 mL，以配製成各含0.5、1.0、1.5及2.0 µg/mL錳之標準溶液。

(2) 測定：

將檢品溶液及標準溶液按下列操作條件利用火焰原子吸光光度法測定，對照標準曲線求出檢品溶液之對應值，所得值乘以20即為檢品中錳之含量(ppm)。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：錳中空陰極射線管

測定波長：279.5 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔。

49. 磷測定法

本法係測定檢品中磷之含量。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中磷含量。

(1) 磷標準曲線之製作：

分別取磷酸鹽標準溶液5.0、10.0及15.0 mL，各依序加硝酸溶液(1→10) 10 mL、0.25%鈮酸鉍溶液及5%鉬酸鉍溶液各10 mL，每加完1種溶液後均勻混和溶解，再加水定容至100

mL，同時配製一空白對照溶液，放置10分鐘後於波長460 nm (以空白對照溶液調整零點)測其吸光值。以磷濃度(mg/100 mL)對吸光值製成標準曲線。

(2) 檢品溶液之調製：

取檢品20~25 g於250 mL燒杯中，再加甲醇：水混合液(7：3) 200 mL溶解，激烈攪拌15分鐘後，經布氏漏斗抽氣過濾，沈澱物以甲醇：水混合液(7：3) 200 mL清洗，再將沈澱物以甲醇：水混合液(7：3) 200 mL溶解，重複上述過濾及清洗步驟。將沈澱物於50°C乾燥後研成可通過20 mesh的粉末，取此粉末5 g於120°C真空乾燥箱(100 mmHg)乾燥5小時測乾物重。另取上述經處理之檢品粉末約10 g，精確稱定，於蒸發皿中加10%醋酸鋅溶液10 mL，攪拌均勻，置電熱板上加熱至乾，再繼續升溫碳化後，於550°C灰化1~2小時，冷卻，加水15 mL濕潤，再沿皿壁徐徐加29%硝酸溶液5 mL，加熱至沸騰，放冷，移入200 mL定量瓶，以水20 mL清洗皿壁3次，洗液併入定量瓶，以水定容至200 mL。精確量取此溶液V mL (含磷量不超過1.5 mg)於100 mL定量瓶，另取水50 mL於第二支100 mL定量瓶作為空白試驗，每支定量瓶各依序加29%硝酸溶液10 mL、0.25%鈳酸銨溶液及5%鉬酸銨溶液各10 mL，每加完一種溶液後，各均勻混合溶解，再加水定容至100 mL，放置10分鐘後供作檢品溶液。

(3) 測定：

各取檢品溶液及標準溶液，利用分光光度計於波長460 nm測其吸光值。依下列公式計算磷含量：

$$\text{磷含量(ppm)} = (A \times 200 \times 1000) / (V \times W)$$

A：檢品溶液對照標準所製成之標準曲線所得含磷含量(mg)

V：相當於不超過1.5 mg磷之經處理後之檢品溶液體積(mL)

W：檢品重量(g)

51. 銅試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含銅是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中銅含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450~550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。除另有規定外，另取銅標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：銅中空陰極射線管

測定波長：324.8 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔。

53. 鐵試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鐵是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鐵含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。除另有規定外，另取鐵標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管

測定波長：248.3 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔

54. 鎘試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鎘是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鎘含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。除另有規定外，另取鎘標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

操作條件：

光源燈管：鎘中空陰極射線管。

分析波長：228.8 nm。

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔

55. 鎳試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鎳是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鎳含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。除另有規定外，另取鎳標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鎳中空陰極射線管

分析波長：231.6 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔

56. 鋅試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鋅是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鋅含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，置白金製或石英製坩堝中，加少量硫酸使濕潤，徐徐加熱，儘量以低溫使充分碳化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550°C熾灼使完全灰化，殘渣加少量稀硝酸(1→150)溶解，再加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作檢品溶液。除另有規定外，另取鋅標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照溶液，按下列操作條件利用火焰原子吸光分光光度法測定時，檢品溶液之吸光度不得較對照溶液者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管

分析波長：213.9 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔