

食品器具、容器、包裝檢驗方法—以甲醛-三聚氰胺為合成原料之塑膠類之檢驗修正草案總說明

為加強食品器具、容器、包裝之管理，並依據食品衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，由中央主管機關定之」，爰擬具「食品器具、容器、包裝檢驗方法—以甲醛-三聚氰胺為合成原料之塑膠類之檢驗」草案，其修正要點如下：

- 一、增列「材質鑑別」。
- 二、「鉛之檢驗」及「鎘之檢驗」增列儲存瓶。
- 三、「酚之檢驗」增列容量瓶，修正標準溶液之配製濃度範圍及定量極限。
- 四、「甲醛之檢驗」修正標準曲線之製作。
- 五、增修訂部分文字。

食品器具、容器、包裝檢驗方法—以甲醛-三聚氰胺為合成原料之塑膠類之檢驗修正草案對照表

修正規定	現行規定	說明
1. 適用範圍：本檢驗方法適用於以甲醛-三聚氰胺為合成原料之塑膠類食品器具、容器、包裝之檢驗。 2. 材質鑑別：依「<u>食品器具、容器、包裝檢驗方法—塑膠類之檢驗</u>」進行鑑別。 3. 材質試驗： 3.1. 鉛之檢驗： 3.1.1. 檢驗方法：檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。 3.1.1.1. 裝置： 3.1.1.1.1. 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。 3.1.1.1.2. 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。 3.1.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。 3.1.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達$18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$以上)；鉛對照用標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 3.1.1.3. 器具及材料： 3.1.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.1.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、50 mL 及 100 mL，<u>Pyrex 材質</u>。 3.1.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，<u>PP 材質</u>。	1. 適用範圍：本檢驗方法適用於以甲醛為合成原料之塑膠類食品器具、容器、包裝之檢驗。 2. 材質試驗： 2.1 鉛之檢驗： 2.1.1 檢驗方法：檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。 2.1.1.1 裝置： 2.1.1.1.1 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。 2.1.1.1.2 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。 2.1.1.1.3 加熱板(Hot plate)。 2.1.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達$18\text{ M}\cdot\text{cm}$以上)；鉛對照用標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 2.1.1.2 器具及材料： 2.1.1.2.1 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 2.1.1.2.2 容量瓶(註)：10 mL、50 mL 及 100 mL，<u>或同級品</u>。	一、增列「<u>材質鑑別</u>」。 二、「<u>鉛之檢驗</u>」及「<u>鎘之檢驗</u>」增列儲存瓶。 三、「<u>酚之檢驗</u>」增列容量瓶，修正標準溶液之配製濃度範圍及定量極限。 四、「<u>甲醛之檢驗</u>」修正標準曲線之製作。 五、增修訂部分文字。

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。 3.1.1.4. 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。 3.1.1.5. 標準溶液之配製：精確量取鉛對照用標準品 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。 3.1.1.6. 檢液之調製：將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸 10 滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以 450℃ 灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL，供作檢液。另取一空白坩堝，滴加硫酸 10 滴，<u>依上述步驟</u>同樣操作，供作空白檢液。 3.1.1.7. 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檢體中鉛	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. 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。 2.1.1.5. 標準溶液之配製：精確量取鉛對照用標準品 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。 2.1.1.6. 檢液之調製：將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸 10 滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以 450℃ 灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸 10 滴，同樣操作，供作空白檢液。 2.1.1.7. 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，就檢液扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比	
--	--	--

之含量(ppm)： 檢體中鉛之含量(ppm) = $\frac{(C-C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(μg/mL) C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 3.2. 鎘之檢驗： 3.2.1. 檢驗方法：檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。 3.2.1.1. 裝置： 3.2.1.1.1. 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。 3.2.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在 ±1.5℃ 以內者。 3.2.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。 3.2.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25℃ 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。 3.2.1.3. 器具及材料： 3.2.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.2.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質。 3.2.1.3.3. 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，	較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)： 檢體中鉛之含量(ppm) = $\frac{(C-C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(μg/mL) C₀：由標準曲線求得空白檢液中鉛之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 2.2. 鎘之檢驗： 2.2.1. 檢驗方法：檢體經灰化後，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 228.8 nm，並附有鎘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 ±1.5℃ 以內者。 2.2.1.1.3. 加熱板(Hot plate)。 2.2.1.2. 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25℃ 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。 2.2.1.3. 器具及材料： 2.2.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 2.2.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、50 mL 及 100 mL，Pyrex 材質，<u>或同級品</u>。 註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取	
---	--	--

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。 3.2.1.4. 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。 3.2.1.5. 標準溶液之配製： 精確量取鎘對照用標準品 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。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 0.05～1.0 µg/mL，供作標準溶液。 3.2.1.6. 檢液之調製： 將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸 10 滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以 450℃ 灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL，供作檢液。另取一空白坩堝，滴加硫酸 10 滴，<u>依上述步驟</u>同樣操作，供作空白檢液。 3.2.1.7. 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 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檢體中鎘之含量(ppm)：	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。 2.2.1.4. 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。臨用時精確量取適量標準原液，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 0.05～1.0 µg/mL，供作標準溶液。 2.2.1.6. 檢液之調製： 將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於坩堝中，滴加硫酸 10 滴，於加熱板上徐徐加熱至大部分硫酸蒸發後，繼續加熱至白煙消失，移入灰化爐中以 450℃ 灰化，未完全灰化時，再以少量硫酸潤濕，乾燥後繼續灰化，反覆操作至灰化完全。殘留物以 0.1N 硝酸溶液溶解並定容至 10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸 10 滴，同樣操作，供作空白檢液。 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 228.8 nm 處測定其吸光度，就檢液<u>扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之</u>，依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)：	
--	---	--

檢體中鎘之含量(ppm) = $\frac{(C - C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL) C₀：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 4. 溶出試驗： 4.1. 酚之檢驗： 4.1.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。 4.1.1.1. 裝置： 4.1.1.1.1. 分光光度計 (Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。 4.1.1.1.2. 水浴：溫差在±1℃以內者。 4.1.1.2. 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；氫氧化鈉及氨水(25%)均採用試藥級。 4.1.1.3. 器具及材料： 4.1.1.3.1. 容量瓶：50 mL 及 100 mL。 4.1.1.4. 試劑之調製： 4.1.1.4.1. 1N 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 4 g，以水溶解使成 100 mL。 4.1.1.4.2. 1M 硼酸溶液：稱取硼酸 6.2 g，以水溶解使成 100 mL。 4.1.1.4.3. 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	檢體中鎘之含量(ppm) = $\frac{(C - C_0) \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL) C₀：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 3. 溶出試驗： 3.1. 酚之檢驗： 3.1.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。 3.1.1.1. 裝置： 3.1.1.1.1. 分光光度計 (Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。 3.1.1.1.2. 水浴：溫差在±1℃以內者。 3.1.1.2. 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；氫氧化鈉及氨水(25%)均採用試藥級。 3.1.1.3. 試劑之調製： 3.1.1.3.1. 1N 氫氧化鈉溶液：稱取氫氧化鈉 4 g，以水溶解使成 100 mL。 3.1.1.3.2. 1M 硼酸溶液：稱取硼酸 6.2 g，以水溶解使成 100 mL。 3.1.1.3.3. 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。 4.1.1.4.4. 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。 4.1.1.4.5. 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。 4.1.1.5. 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，取適量標準原液再以水稀釋至 <u>2</u>~25 µg/mL，供作標準溶液。 4.1.1.6. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，依表一 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 cm² 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。 表一、酚溶出試驗之溶出條件 <table><tr><th>溶出 條件</th><th>備註</th></tr><tr><td>60℃， 30 分鐘</td><td>食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者</td></tr><tr><td>95℃， 30 分鐘</td><td>食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者</td></tr></table> 4.1.1.7. 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	溶出 條件	備註	60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者	95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者	勻。 3.1.1.3.4. 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。 3.1.1.3.5. 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。 3.1.1.4. 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，取適量標準原液再以水稀釋至 <u>5</u>~25 µg/mL，供作標準溶液。 3.1.1.5. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，依表一 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 cm² 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。 表一、酚溶出試驗之溶出條件 <table><tr><th>溶出 條件</th><th>備註</th></tr><tr><td>60℃， 30 分鐘</td><td>食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者</td></tr><tr><td>95℃， 30 分鐘</td><td>食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者</td></tr></table> 3.1.1.6. 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	溶出 條件	備註	60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者	95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者
溶出 條件	備註												
60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者												
95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者												
溶出 條件	備註												
60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以下者												
95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調 理等過程中之使用 溫度為 100℃ 以上者												

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。 4.1.1.8. 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 4.1.1.7.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(cm²) 4.2. 甲醛之檢驗： 4.2.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。 4.2.1.1. 裝置： 4.2.1.1.1. 分光光度計(Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。 4.2.1.1.2. 水蒸氣蒸餾裝置(Steam distiller)。 4.2.1.1.3. 水浴：溫差在±1℃以內者。 4.2.1.2. 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	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。 3.1.1.7. 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 3.1.1.6.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)： $\begin{aligned} \text{溶出液中酚之含量 (ppm)} &= \frac{C \times V}{2 \times A} \\ &= 2 \times A \end{aligned}$ 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(cm²) 3.2. 甲醛之檢驗： 3.2.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。 3.2.1.1. 裝置： 3.2.1.1.1. 分光光度計(Spectrophotometer)：應具有可見光波長者。 3.2.1.1.2. 水蒸氣蒸餾裝置(Steam distiller)。 3.2.1.1.3. 水浴：溫差在±1℃以內者。 3.2.1.2. 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。 4.2.1.3. 器具及材料： 4.2.1.3.1. 容量瓶：100 mL、200 mL、1000 mL。 4.2.1.3.2. 滴定管：25 mL，褐色。 4.2.1.3.3. 玻璃栓試管：內徑 1.5 cm。 4.2.1.4. 試劑之調製： 4.2.1.4.1. 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。 4.2.1.4.2. 1N 氫氧化鉀溶液： 稱取氫氧化鉀 5.6 g，以水溶解使成 100 mL。 4.2.1.4.3. 10%硫酸溶液： 取硫酸 10.4 mL，徐徐加入水 10 mL 中，冷卻後再加去離子水使成 100 mL。 4.2.1.4.4. 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。 4.2.1.4.5. 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。 4.2.1.4.6. 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，	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。 3.2.1.3. 器具及材料： 3.2.1.3.1. 容量瓶：100 mL、200 mL、1000 mL。 3.2.1.3.2. 滴定管：25 mL，褐色。 3.2.1.3.3. 玻璃栓試管：內徑 1.5 cm。 3.2.1.4. 試劑之調製： 3.2.1.4.1. 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。 3.2.1.4.2. 1N 氫氧化鉀溶液： 稱取氫氧化鉀 5.6 g，以水溶解使成 100 mL。 3.2.1.4.3. 10%硫酸溶液： 取硫酸 10.4 mL，徐徐加入水 10 mL 中，冷卻後再加去離子水使成 100 mL。 3.2.1.4.4. 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。 3.2.1.4.5. 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。 3.2.1.4.6. 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。 4.2.1.4.7. 20%磷酸溶液： 取磷酸 23.5 mL，加水使成 100 mL。 4.2.1.5. 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) V₀：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。 4.2.1.6. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列溶出條件，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 cm²	再加水使成 1000 mL，臨用時調製。 3.2.1.4.7. 20%磷酸溶液： 取磷酸 23.5 mL，加水使成 100 mL。 3.2.1.5. 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) V₀：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。 3.2.1.6. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列溶出條件，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 cm²	
---	---	--

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。
表二、甲醛溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者
95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者

4.2.1.7. 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 5 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。

4.2.1.8. 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 4.2.1.7.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)：

溶出液中甲醛之含量(ppm)=

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。
表二、甲醛溶出試驗之溶出條件

溶出條件	備註
60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者
95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者

3.2.1.7. 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。

3.2.1.8. 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 3.2.1.7.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)：

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(μg/mL) V：溶出液體積(mL) A：檢體與溶液接觸之面積(cm²) 4.3. 蒸發殘渣之檢驗： 4.3.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液蒸發後稱重之方法。 4.3.1.1. 裝置： 4.3.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。 4.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1℃以內者。 4.3.1.2. 試藥：冰醋酸採用試藥特級。 4.3.1.3. 器具及材料：蒸發皿，石英製或白金製。 4.3.1.4. 4%醋酸溶液之調製：取冰醋酸 40 mL，加去離子水使成 1000 mL。 4.3.1.5. 檢液之調製：檢體用水洗淨乾燥後，依表三所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 4%醋酸溶液 2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，於 30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。 表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件		$\frac{C \times 8 \times V}{2 \times A}$ C：由標準曲線求得檢液中甲醛之濃度(μg/mL) V：溶出液體積(mL) A：檢體與溶液接觸之面積(cm²) 3.3. 蒸發殘渣之檢驗： 3.3.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液蒸發後稱重之方法。 3.3.1.1. 裝置： 3.3.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。 3.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1℃以內者。 3.3.1.2. 試藥：冰醋酸採用試藥特級。 3.3.1.3. 器具及材料：蒸發皿，石英製或白金製。 3.3.1.4. 4%醋酸溶液之調製：取冰醋酸 40 mL，加去離子水使成 1000 mL。 3.3.1.5. 檢液之調製：檢體用水洗淨乾燥後，依表三所列溶出條件，加入約容器 80%容積量之預先加熱至規定溫度之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑 4%醋酸溶液 2 mL，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。 表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件		
溶出條件	備註	溶出條件	備註	

60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者	60℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者
95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者	95℃， 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者
4.3.1.6. 含量測定： 精確量取檢液 200~300 mL，置於預先在 105℃ 乾燥至恆量之蒸發皿中，於水浴中蒸發乾涸後，移入烘箱，於 105℃ 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 4% 醋酸溶液同樣操作，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(cm²) 4.4. 三聚氰胺之檢驗： 4.4.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。 4.4.1.1. 裝置： 4.4.1.1.1. 高效液相層析儀： 4.4.1.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。		3.3.1.6. 含量測定： 精確量取檢液 200~300 mL，置於預先在 105℃ 乾燥至恆量之蒸發皿中，於水浴中蒸發乾涸後，移入烘箱，於 105℃ 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 4% 醋酸溶液同樣操作，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(cm²) 3.4. 三聚氰胺之檢驗： 3.4.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。 3.4.1.1. 裝置： 3.4.1.1.1. 高效液相層析儀： 3.4.1.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。	

4.4.1.1.1.2. 層析管：Polaris C8，5 μm，內徑 4.6 mm $\times$ 15 cm，或同級品。 4.4.1.1.2. 水浴(Water bath)：溫差在$\pm 1^{\circ}\text{C}$以內者。 4.4.1.2. 試藥：乙腈採用液相層析級；冰醋酸、辛烷磺酸鈉(sodium octane sulfonate)、氫氧化鈉及檸檬酸均採用試藥級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；三聚氰胺對照用標準品。 4.4.1.3. 器具及材料： 4.4.1.3.1. 容量瓶：10 mL、100 mL 及 1000 mL。 4.4.1.3.2. 濾膜：孔徑 0.22 μm，Nylon 材質。 4.4.1.4. 試劑之調製： 4.4.1.4.1. 4%醋酸溶液： 取冰醋酸 40 mL，加去離子水使成 1000 mL。 4.4.1.4.2. 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。 4.4.1.4.3. 緩衝溶液： 稱取檸檬酸 1.92 g 及辛烷磺酸鈉 2.16 g，加水 900 mL 溶解，以 1N 氫氧化鈉溶液調整 pH 值至 3.0，以水定容至 1 L。 4.4.1.4.4. 50%乙腈溶液： 取乙腈 50 mL，加去離子水使成 100 mL。 4.4.1.5. 移動相溶液之調製： 取乙腈：緩衝溶液以 1:9 (v/v) 之比例混勻後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。 4.4.1.6. 標準溶液之配製： 取三聚氰胺對照用標準品約	3.4.1.1.1.2. 層析管：Polaris C8，5 μm，內徑 4.6 mm $\times$ 15 cm，或同級品。 3.4.1.1.2. 水浴(Water bath)：溫差在$\pm 1^{\circ}\text{C}$以內者。 3.4.1.2. 試藥：乙腈採用液相層析級；冰醋酸、辛烷磺酸鈉(sodium octane sulfonate)、氫氧化鈉及檸檬酸均採用試藥級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；三聚氰胺對照用標準品。 3.4.1.3. 器具及材料： 3.4.1.3.1. 容量瓶：10 mL、100 mL 及 1000 mL。 3.4.1.3.2. 濾膜：孔徑 0.22 μm，Nylon 材質。 3.4.1.4. 試劑之調製： 3.4.1.4.1. 4%醋酸溶液： 取冰醋酸 40 mL，加去離子水使成 1000 mL。 3.4.1.4.2. 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。 3.4.1.4.3. 緩衝溶液： 稱取檸檬酸 1.92 g 及辛烷磺酸鈉 2.16 g，加水 900 mL 溶解，以 1N 氫氧化鈉溶液調整 pH 值至 3.0，以水定容至 1 L。 3.4.1.4.4. 50%乙腈溶液： 取乙腈 50 mL，加去離子水使成 100 mL。 3.4.1.5. 移動相溶液之調製： 取乙腈：緩衝溶液以 1:9 (v/v) 之比例混勻後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。 3.4.1.6. 標準溶液之配製： 取三聚氰胺對照用標準品約	
--	--	--

0.1 g，精確稱定，以 50%乙腈溶液溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時，取適量標準原液以 4%醋酸溶液稀釋至 0.5~10 µg/mL，供作標準溶液。 4.4.1.7. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器 80%容積量之預先加熱至 95℃之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至 95℃之 4%醋酸溶液 2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於 95℃之水浴中，並時時攪拌，30 分鐘後取出溶出液，冷卻後經濾膜過濾，供作檢液。 4.4.1.8. 鑑別試驗及含量測定： 精確量取檢液及標準溶液各 20 µL，分別注入高效液相層析儀中，<u>依</u>下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出溶出液中三聚氰胺之含量 (ppm)： 溶出液中三聚氰胺之含量 (ppm) = $\frac{C \times V}{2 \times A}$ C：由標準曲線求得檢液中三聚氰胺之濃度(µg/mL) V：溶出液體積(mL) A：檢體與溶液接觸之面積 (cm²) 高效液相層析測定條件： 光二極體陣列檢出器：波長 236 nm。 層析管：Polaris C8，5 µm，內徑 4.6 mm × 15 cm。	0.1 g，精確稱定，以 50%乙腈溶液溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。臨用時，取適量標準原液以 4%醋酸溶液稀釋至 0.5~10 µg/mL，供作標準溶液。 3.4.1.7. 檢液之調製： 檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器 80%容積量之預先加熱至 95℃之 4%醋酸溶液，或以表面積每 cm² 為單位，加入預先加熱至 95℃之 4%醋酸溶液 2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於 95℃之水浴中，並時時攪拌，30 分鐘後取出溶出液，冷卻後經濾膜過濾，供作檢液。 3.4.1.8. 鑑別試驗及含量測定： 精確量取檢液及標準溶液各 20 µL，分別注入高效液相層析儀中，<u>參照</u>下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出溶出液中三聚氰胺之含量 (ppm)： 溶出液中三聚氰胺之含量 (ppm) = $\frac{C \times V}{2 \times A}$ C：由標準曲線求得檢液中三聚氰胺之濃度(µg/mL) V：溶出液體積(mL) A：檢體與溶液接觸之面積 (cm²) 高效液相層析測定條件： 光二極體陣列檢出器：波長 236 nm。 層析管：Polaris C8，5 µm，內徑 4.6 mm × 15 cm。	
--	---	--

移動相溶液：依 4.4.1.5.節所調製之溶液。 移動相流速：1 mL/min。 <u>註：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。</u> 附註： 1.本檢驗方法之<u>定量極限</u>鉛為 5 ppm，鎘為 0.5 ppm，酚為 2 ppm，甲醛為 4 ppm，三聚氰胺為 0.5 ppm。 2. 溶出試驗之溶出液中待測物含量係以容器表面積每 cm² 為單位，加入溶出用溶劑 2 mL 為基準計算。 3. 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，<u>或方法確效。</u> 4.三聚氰胺以液相層析串聯質譜儀(LC/MS/MS)檢測時，應進行方法確效。	移動相溶液：依 3.4.1.5.節所調製之溶液。 移動相流速：1 mL/min。 附註： 1. 本檢驗方法之<u>檢出限量</u>鉛為 5 ppm，鎘為 0.5 ppm，酚為 5 ppm，甲醛為 4 ppm，三聚氰胺為 0.5 ppm。 2. 溶出試驗之溶出液中待測物含量係以容器表面積每 cm² 為單位，加入溶出用溶劑 2 mL 為基準計算。 3. 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<u>或方法確效。</u> 4.三聚氰胺以液相層析串聯質譜儀(LC/MS/MS)檢測時，應進行方法確效。	
--	--	--