

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)

Methods of Test for Food Utensils, Containers and Packages — Test of Plastics with Formaldehyde-Melamine as Raw Material for Synthesis

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 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；鉛標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。

2.1.1.3. 器具及材料：

2.1.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。

2.1.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、100 mL，Pyrex材質，或同級品。

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：

量取硝酸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：

精確量取適量鉛標準品，以0.1N硝酸溶液稀釋至 $0.5\sim 10.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ ，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°C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較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(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°C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°C可達18 MΩ·cm以上)；鎘標準品(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、100 mL，Pyrex材質，或同級品。。

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。

2.2.1.4. 0.1N硝酸溶液之調製：

量取硝酸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：

精確量取適量鎘標準品，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°C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，就檢液扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鎘之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(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 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 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。
- 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，再以水稀釋至5~25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，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 cm^2 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

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
-----------	-----------------------------

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，振搖混合後，加4-氨基安替比林溶液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30 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)：

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

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)

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°C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(85%)、澱粉及磷酸均採用試藥級。

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5.7 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。

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°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

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)：

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

C：由標準曲線求得檢液中甲醛之濃度(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 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以內者。

3.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 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：

量取冰醋酸 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 cm^2 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
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

3.3.1.6. 含量測定：

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，於水浴中蒸發乾涸後，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 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(cm^2)

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)。

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 $0.22 \mu\text{m}$ ，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。

3.4.1.5. 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，以乙腈溶解並定容至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°C之4%醋酸溶液，或以表面積每cm²為單位，加入預先加熱至95°C之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於95°C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，參照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)：

$$\text{溶出液中三聚氰胺之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{2 \times A}$$

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. 本檢驗方法之檢出限量鉛為5 ppm，鎘0.5 ppm，酚5 ppm，甲醛4 ppm，三聚氰胺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)驗證或方法確效。
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。