

食品器具、容器、包裝檢驗方法—聚碳酸酯塑膠類嬰兒奶瓶之檢驗
Method of Test for Food Utensils, Containers and Packages-
Test of Polycarbonate Baby Bottles

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於聚碳酸酯塑膠類嬰兒奶瓶之檢驗。
2. 材質鑑別：依「食品器具、容器、包裝檢驗方法—塑膠類之檢驗」進行鑑別。
3. 材質試驗：
 - 3.1 鉛之檢驗：
 - 3.1.1 檢驗方法：原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS)
 - 3.1.1.1 裝置：
 - 3.1.1.1.1 原子吸收光譜儀(Atomic absorption spectrophotometer)：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，溫差在 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 以內者。
 - 3.1.1.1.3 加熱板(Hot plate)。
 - 3.1.1.1.4 去離子水製造器(Deionized water generator)：去離子水之電阻係數可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上。
 - 3.1.1.2 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；鉛標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)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、100 mL，Pyrex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。
 - 3.1.1.4 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。
 - 3.1.1.5 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2.0～10.0 $\mu\text{g/mL}$ ，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°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。

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 處測定其吸光值，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)

3.2 鎘之檢驗：

3.2.1 檢驗方法：原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS)

3.2.1.1 裝置：

3.2.1.1.1 原子吸收光譜儀(Atomic absorption spectrophotometer)：

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°C 以內者。

3.2.1.1.3 加熱板(Hot plate)。

3.2.1.1.4 去離子水製造器(Deionized water generator)：去離子水之電阻係數可達 18 MΩ·cm 以上。

3.2.1.2 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；鎘標準品(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、100 mL，Pyrex 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。

3.2.1.4 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。

3.2.1.5 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0.2～1.0 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。另取一坩堝，滴加硫酸10滴，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處測定其吸光值，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)

4. 溶出試驗：

4.1 高錳酸鉀消耗量之檢驗：

4.1.1 檢驗方法：滴定法(titrimetry)

4.1.1.1 裝置：

4.1.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。

4.1.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1℃以內者。

4.1.1.2 試藥：高錳酸鉀(potassium permanganate)及草酸鈉(sodium oxalate)均採用試藥特級；硫酸採用試藥級。

4.1.1.3 器具及材料：

4.1.1.3.1 三角燒瓶：250 mL。

4.1.1.3.2 滴定管：25 mL，最小刻度0.05 mL，褐色。

4.1.1.4 試劑之調製：

4.1.1.4.1 0.01N高錳酸鉀溶液：

稱取高錳酸鉀約0.33 g，置於1000 mL容量瓶中，以水溶解並定容，使用時以0.01N草酸鈉標定其力價。

4.1.1.4.2 0.01N草酸鈉溶液：

稱取草酸鈉0.67 g，置於1000 mL容量瓶中，以水溶解並定容。

4.1.1.5 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入預先加熱至95℃之水至容器最高標示刻度，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，供作檢液。

4.1.1.6 測定：

量取水100 mL置於三角燒瓶中，加硫酸：水(1：2, v/v)溶液5 mL及0.01N高錳酸鉀溶液10 mL，加熱煮沸5分鐘，去除此液，以水洗淨三角燒瓶。精確量取檢液100 mL置於三角燒瓶中，加硫酸：水(1：2, v/v)溶液5 mL，並以褐色滴定管滴入0.01N高錳酸鉀溶液10 mL，加熱煮沸5分鐘或於沸水浴中加熱15分鐘，停止加熱後，立即以另一支滴定管滴入0.01N草酸鈉溶液10 mL脫色，並立即滴加0.01N高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為0.01N高錳酸鉀溶液之滴定量(mL)。另量取水100 mL置於另一三角燒瓶中，同樣操作，作空白試驗，並依下列計算式求出溶出液中高錳酸鉀消耗量(ppm)。

$$\text{溶出液中高錳酸鉀消耗量(ppm)} = \frac{(a-b) \times f \times 1000}{100} \times 0.316$$

a：檢液之0.01N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

b：空白試驗之0.01N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

f：0.01N高錳酸鉀溶液之力價

4.2 重金屬之檢驗：

4.2.1 檢驗方法：比色法(colorimetry)

4.2.1.1 裝置：

4.2.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。

4.2.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1℃以內者。

4.2.1.2 試藥：冰醋酸及硝酸鉛均採用試藥特級；硝酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級。

4.2.1.3 器具及材料：

納氏比色管(Nessler tube)：50 mL，內徑20 mm，並附有刻度者。

4.2.1.4 10%硝酸溶液之調製：

量取硝酸100 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。

4.2.1.5 鉛標準溶液之配製：

精確稱取硝酸鉛159.8 mg，溶於10%硝酸溶液10 mL，再加水並定容至1000 mL，作為標準原液(含鉛100 $\mu\text{g/mL}$)^(註)。使用時，精確量取標準原液10 mL，加水定容至100 mL，供作標準溶液(含鉛10 $\mu\text{g/mL}$)。

註：本溶液之調製及保存均須使用不含可溶性鉛鹽之玻璃器具。

4.2.1.6 硫化鈉溶液之配製：

稱取硫化鈉 5 g，加水 10 mL 溶解，再加甘油 30 mL 混合，密封貯存於避光處，使用期限 3 個月。

4.2.1.7 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入預先加熱至60°C之4%醋酸溶液至容器最高標示刻度，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。

4.2.1.8 測定：

精確量取規定量之檢液，置於納氏比色管中，加水至 50 mL。精確量取鉛標準溶液 2 mL 置於另一支納氏比色管中，加 4%醋酸溶液 20 mL 並加水至 50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液 2 滴，振搖混合，放置 2 分鐘，在白色背景下由上方觀察時，檢液之呈色不得較標準溶液之呈色為深。

4.3 蒸發殘渣之檢驗：

4.3.1 檢驗方法：重量法(gravimetry)

4.3.1.1 裝置：

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

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

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 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑至容器最高標示刻度，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，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表一、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件

溶出用溶劑	溶出條件
水	95℃，30分鐘
4%醋酸溶液	60℃，30分鐘

4.3.1.5 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)。

$$\text{溶出液中蒸發殘渣量(ppm)} = \frac{(a-b) \times 1000}{V}$$

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)

V：檢液之取量(mL)

4.4 雙酚 A 之檢驗：

4.4.1 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)

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：螢光檢出器(fluorescence detector)。

4.4.1.1.1.2 層析管：Inertsil ODS-2，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm，或同級品。

4.4.1.1.2 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。

4.4.1.1.3 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1℃以內者。

4.4.1.2 試藥：乙腈採用液相層析級；冰醋酸採用試藥特級；雙酚A (bisphenol A)對照用標準品。

4.4.1.3 器具及材料：

4.4.1.3.1 容量瓶：100 mL。

4.4.1.3.2 濾膜：孔徑 0.45 μm ，Nylon 材質。

4.4.1.4 移動相溶液之調製：

乙腈：去離子水以1：1 (v/v)之比例混合後，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

4.4.1.5 標準溶液之配製：

取雙酚A對照用標準品約10 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至100 mL，作為標準原液，使用時再以乙腈：水(1：1, v/v) 溶液稀釋至5~50 ng/mL，供作標準溶液。

4.4.1.6 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑至容器最高標示刻度，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，30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表二、雙酚A溶出試驗之溶出條件

溶出用溶劑	溶出條件
水	95°C，30分鐘
4%醋酸溶液	60°C，30分鐘

4.4.1.7 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各100 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比較鑑別之，並由標準曲線求得溶出液中雙酚A之含量(ppb)。

高效液相層析測定條件：

螢光檢出器：激發波長 275 nm，放射波長 304 nm。

層析管：Inertsil ODS-2，5 μm ，內徑 4.6 mm $\times$ 25 cm。

移動相溶液：依 4.4.1.4 節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

附註：

1. 本檢驗方法之檢出限量鉛為1 ppm，鎘0.1 ppm，雙酚A 0.5 ppb。
2. 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。