

行政院衛生署 公告

受文者：行政院衛生署食品藥物管理局(研究檢驗組)

發文日期：中華民國99年11月5日

發文字號：署授食字第0991903915號

附件：檢驗方法草案(6篇)1份



主旨：預告訂定「食品用一氧化二氮之檢驗方法」、「食品加工用二氧化碳之檢驗方法」、「食品用丙烷之檢驗方法」、「食品用正丁烷之檢驗方法」、「食品原料阿拉伯樹膠之檢驗方法」及「食品用異丁烷之檢驗方法」等六篇檢驗方法，為食品衛生管理法所定之食品衛生檢驗方法。

依據：行政程序法第一百五十四條第一項。

公告事項：

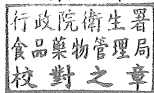
- 一、訂定機關：行政院衛生署。
- 二、訂定依據：食品衛生管理法第二十五條。
- 三、草案內容如附件。本案另載於本署網站（網址：<http://www.doh.gov.tw>）之網頁及本署食品藥物管理局網站（網址：<http://www.fda.gov.tw>）之「本局公告」網頁。
- 四、對於本公告內容有任何意見或修正建議，請於本公告刊登公報之次日起20日內陳述意見或洽詢：

(一)承辦單位：行政院衛生署食品藥物管理局

(二)地址：台北市南港區昆陽街161-2號

- (三)電話：(02) 26531490
(四)傳真：(02) 26531256
(五)電子郵件：barsax@fda.gov.tw

副本：本署法規委員會、行政院衛生署食品藥物管理局(食品組)、行政院衛生署食品藥物管理局(研究檢驗組)(均含附件)



署長楊志良

本案依分層負責規定授權局長決行

裝

訂

線

食品用異丁烷之檢驗方法

Method of Test for Isobutane to be Used in Food

分子式： C_4H_{10}

分子量：58.12

1. 含量：本品所含 C_4H_{10} 應在 94.0% (v/v) 以上。
2. 外觀及性狀：本品為無色、天然氣味道，具易燃性之氣體，沸點約 $-11^{\circ}C$ 。
3. 鑑別：本品之紅外線吸收光譜，約於光譜上 $3.4\ \mu m$ (很強吸收)、 $6.8\ \mu m$ (強吸收)、 $7.2\ \mu m$ (中度吸收) 及 $10.9\ \mu m$ (中度吸收) 之區域呈現吸收反應。
4. 水分含量：(1) 費氏試劑之製備：

取配製費氏試劑用之無水甲醇 670 mL、吡啶 170 mL，混合後加碘 125 g，閉封口並放冷。另取吡啶 100 mL，置 250 mL 刻度量筒中，於冰浴內冷卻，通入乾燥之二氧化硫，直至容量達 200 mL 為止。將此溶液徐徐加入已冷卻之碘混合液中，邊加邊搖，俟碘溶解後，移置費氏試液貯瓶中，放置過夜，新鮮配製之試劑每 mL 約相當 5 mg 之水，以無水甲醇稀釋至試劑每 mL 約相當 0.2~1.0 mg 之水，稀釋後試劑需放置至少 16 小時後進行力價測定。

力價測定：取費氏試劑用甲醇 30~40 mL 置滴定瓶中，先滴入足量之費氏試劑至呈終點顏色，或微安培表呈現 100 ± 50 微安培之直流電為止。迅即以精稱定之蒸餾水 25 mg，再滴定至終點，由下式求得試劑每 mL 之水分相當量。

$$F = \frac{W}{V}$$

F：試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

W：蒸餾水之 mg 數

V：滴定蒸餾水所消耗試劑之 mL 數

- (2) 測定法：

取費氏試劑用之甲醇約 35~40 mL，置乾燥滴定瓶中，用費氏試劑滴定至終點，其所消耗之 mL 數無需記錄，然後取本品約 100 g (以已知重量之樣品筒採樣)，精確稱定，測定時使用密閉式滴定瓶，滴定瓶之開口接一粗多孔性之隙曝氣管，曝氣管另一端則接上

樣品筒，檢品經由曝氣管進入滴定瓶之速度控制在每分鐘 100 mL，必要時溫和地加熱樣品筒以維持此流速。檢品於滴定瓶中，以費氏試劑滴定之，並以下列計算式求出檢品中水分含量，其量應在 0.005% 以下。

$$\text{檢品中水分含量(\%)} = \frac{S \times F}{M \times 1000} \times 100$$

S：滴定檢品時所消耗費氏試劑之 mL 數

F：費氏試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

M：檢品之重量(g)

5. 揮發殘渣 (High-boiling residue)：製備銅冷卻管(約外徑 6 mm × 6.1 m)，置入一真空套瓶，並使銅冷卻管浸於真空套瓶內預先放置之乾冰與丙酮混合物。銅冷卻管一端連接至內含檢品之樣品鋼瓶，小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使檢品通入已冷卻之銅冷卻管，液化之檢品 50 mL 流出，棄之，再繼續通入檢品，收集流出之液化檢品於預經冷卻之圓錐沉澱管，收集液化檢品至圓錐沉澱管 1000 mL 之刻度(約含檢品 600 g)。置於 40°C 水浴，蒸乾液體後，以每次戊烷 50 mL 潤洗圓錐沉澱管 2 次，合併洗液於已知重量之 150 mL 蒸發皿，取另一已知重量之 150 mL 蒸發皿，加入戊烷 100 mL，將二個蒸發皿置於水浴上，蒸發至乾後，於 100°C 烘箱加熱 60 分鐘，乾燥器中冷卻後稱重，重複加熱 15 分鐘及稱重之步驟，直到連續之稱重差異在 0.1 mg 以內。二個蒸發皿之稱重量差為殘渣量，殘渣量以檢品 600 g 重量計算，應在 5 mg/kg 以下。
6. 揮發殘渣之酸度：取揮發殘渣試驗所得殘渣，置於一試管，加入水 10 mL，旋轉搖晃混合 30 秒後，加甲基橙(methyl orange)試液(甲基橙 0.1 g，溶於水使成 100 mL，必要時過濾) 2 滴，塞住試管口，震盪混合，水層不應呈粉紅色或紅色。
7. 含硫成分：小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使適量檢品氣體釋出，勿直接噴向臉部，偏斜部分氣體以鼻嗅聞，不應有硫磺成分之特異性氣味。
8. 含量測定：將樣品鋼瓶經由進樣閥及流速控制閥連接至氣相層析儀。檢品注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析，並以下列計算式求得檢品中異丁烷之含量，其量應在 94% (v/v) 以上。

$$\text{檢品中異丁烷之含量(\%)} = 100S/\Sigma s$$

S：異丁烷之波峰面積

Σs ：層析圖譜中所有波峰之面積總和
氣相層析分析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器(thermal conductivity detector，
TCD)

層析管：10% 四乙二醇二甲醚(tetraethylene glycol dimethyl ether)覆於 Gas Chrom R(煅燒或與粘土膠結物於 900°C 以上燃燒並經矽烷處理)，內徑 3 mm × 6 m，鋁管柱，或同級品。

層析管溫度：33°C

移動相氣體氮氣流速：50 mL/min

注入量：2 μ L

食品加工用二氧化碳之檢驗方法

Method of Test for Carbon Dioxide to be Used in Food Processing

分子式：CO₂

分子量：44.01

1. 含量：本品所含 CO₂ 應在 99.5% (v/v) 以上。
2. 性狀：本品為無色、無臭之氣體。
3. 鑑別：本品加入氫氧化鈣試液(取氫氧化鈣 10 g，加新煮沸冷卻之水 40 mL，暫置後，再加新煮沸冷卻之水 1000 mL，密栓，混合振搖後靜置，棄上澄液，復加新煮沸冷卻之水 1000 mL，密栓並時時強烈振搖混合，放置 1 小時，臨用時採取上澄液或過濾液)，產生白色沉澱。取此沉澱加入醋酸，產生氣泡，沉澱溶解。
4. 游離酸：取經煮沸冷卻之水 50 mL，置於鈉氏比色管中，經由出口內徑 1 mm 之導管，通入本品 1000 mL 至鈉氏比色管之底部 2 mm 高度處，再加入甲基橙(methyl orange)試液[取甲基橙 0.1 g，溶於水使成 100 mL，必要時過濾] 0.1 mL，所呈之紅色不得較 0.01N 鹽酸溶液 1 mL 之對照溶液所呈者為深。
5. 磷化氫、硫化氫及還原性有機物：取硝酸銀銨試液(取硝酸銀 1 g，加水 20 mL 溶解，並於攪拌下滴加氨試液至沉澱完全溶解為止，過濾，置於緊密避光褐色瓶中貯存) 25 mL 及氨試液(取 28% 氨水 400 mL，加水使成 1000 mL) 3 mL，置於鈉氏比色管中，經由出口內徑 1 mm 之導管，於遮光處通入本品 1000 mL 至鈉氏比色管之底部 2 mm 高度處，溶液不應呈褐色。
6. 一氧化碳：以氣體層析用注射針量取含 0.02% (v/v) 氮氣之氫氣或氦氣 4 mL，注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析，其呈現之波峰高度應在總高度之 50% 以上。再量取本品 5 mL，注入氣相層析儀，其氣相層析圖譜上不應出現一氧化碳之波峰。

氣相層析分析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器(thermal conductivity detector, TCD)

層析管：氣體層析用沸石(zeolite, 297~500 μm)，內徑 3~4 mm × 1~3 m，玻璃管柱

層析管溫度：40°C

移動相氣體氮氣或氫氣流速：30~80 mL/min

7 含量測定：將適量氫氧化鉀溶液(1→3)注入氣體用吸管，另精確量取檢品 1000 mL 至內含氯化鈉溶液(1→10)氣體用滴定管，再將檢品移至氣體用吸管，振搖至未被吸附之氣體量(V mL)達穩定。以下列計算式求出檢品中二氧化碳之含量，其量應在 99.5% (v/v)以上。

檢品中二氧化碳之含量(%)

$$= \frac{\text{檢品之體積(mL)} - V \text{ (mL)}}{\text{檢品之體積(mL)}} \times 100$$

食品用一氧化二氮之檢驗方法

Method of Test for Nitrogen Oxide to be Used in Food

分子式： N_2O

分子量：44.01

1. 含量：本品所含 N_2O 應在 97% (v/v) 以上。
2. 性狀：本品為無色、無味之氣體。
3. 鑑別：
 1. 樣品鋼瓶維持 $15\sim 25^\circ C$ 之固定溫度下，同時測定檢品與 99.9% 一氧化二氮標準品之壓力，檢品之壓力應在標準品之 50 psi 以內。
 2. 將檢品 100 ± 5 mL 由樣品鋼瓶內之蒸氣相釋出，經由二氧化碳測定管測定，應無顏色變化。此試驗可與二氧化碳區別。
4. 溶解度：本品 1 體積可溶於 1.5 體積水 ($20^\circ C$ ，760 mmHg)。
5. 火焰試驗：本品與燒紅之木頭碎片接觸，會產生火焰。此試驗可與氮氣區別。
6. 焦五倍子酸 (pyrogallol) 試驗：本品 100 mL 收集至有活塞之 100 mL 試管中，打開活塞，迅速加入新鮮配製之焦五倍子酸水溶液 (焦五倍子酸 500 mg 溶於水 2 mL) 及新鮮配製之氫氧化鉀水溶液 (氫氧化鉀 12 g 溶於水 8 mL) 後，立刻關閉活塞並混合，則氣體應不被吸收且溶液不得呈現褐色。此試驗可與氧氣區別。
7. 一氧化碳：
 - (1) 測定裝置：依下列順序組合。
 1. U 形管：含預經三氧化鉻浸漬之無水矽膠。
 2. 洗滌瓶 [德雷克澤爾 (dreschel) 型]：含 40% 氫氧化鉀溶液 100 mL。
 3. U 形管：含氫氧化鉀粒。
 4. U 形管：含五氧化二磷 (phosphorous pentoxide) 分散於預先熔融之粒狀浮石。
 5. 試管：含預先於 $200^\circ C$ 乾燥並維持在 $120^\circ C$ 之再結晶顆粒狀碘酸酐 (iodic anhydride, I_2O_5)。碘酸酐填充於 1 cm 管柱，與填充玻璃棉 1 cm 之管柱間隔隔開，碘酸酐填充之管柱合計長度應達 5 cm。
 6. 反應瓶：含碘化鉀試液 (碘化鉀 16.5 g 溶於水使成 100 mL，置於褐色玻璃瓶中避光貯存) 2.0 mL 及澱粉試液 (取澱粉 1 g，加冷水 10 mL 研磨之，攪拌下徐徐加於沸水 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，臨用時配製) 3 滴。

(2) 測定法：

將不含二氧化碳之空氣 5.0 L 通入測定裝置，必要時加極少量新鮮配製之 0.002N 硫代硫酸鈉液於反應瓶內，使反應瓶內溶液釋出藍色。不含二氧化碳之空氣 5.0 L 通入後，再繼續通入空氣直到所需 0.002N 硫代硫酸鈉液消耗量未達 0.045 mL 時。檢品測試前 6 小時內樣品鋼瓶必需維持在室溫，釋出檢品時，樣品鋼瓶保持在垂直狀態，樣品出口閥位於上端，以每小時 4 L 之速度釋出。樣品鋼瓶內檢品初釋出 5.0 L 至測定裝置後，再通入不含二氧化碳之空氣 1.0 L 以將管內少量殘餘之碘完全趕至反應瓶內，以 0.002N 硫代硫酸鈉液滴定所產生之碘。另以不含一氧化碳氣體於 20°C 及 760 mmHg 條件下作空白試驗，依前述步驟同樣操作。檢品與空白試驗以 0.002N 硫代硫酸鈉液定量之差不得超過 0.5 mL。

8. 一氧化氮及二
氧化氮含量總
和

(1) 對氨基苯磺酸·萘二胺(sulfanilic acid·naphthylendiamine)試液之配製：

溶液 I：取對氨基苯磺酸 2 g，以冰醋酸 10 mL 及水 180 mL 溶解。

溶液 II：取萘基二胺鹽酸鹽(naphthylenediamine dihydrochloride) 0.2 g，溶解於 50% (v/v)冰醋酸溶液 10 mL，溫和加熱，再以水稀釋至 200 mL。

對氨基苯磺酸·萘二胺試液：溶液 I 與溶液 II 以 9:1 (v/v)之比例混合均勻。

(2) 測定法：

取對氨基苯磺酸·萘二胺試液 20.0 mL 置於 1 L 真空樣品管下之碟內，將樣品管底部浸於此試液，小心地打開栓塞。於一氧化碳試驗後，續由樣品鋼瓶以每小時 15.0 L 之速度，經由 2.5% (w/v)過錳酸鉀溶液及 1.2% (v/v)硫酸溶液至 1 L 真空樣品管，以水銀測壓計量測，充填至低於大氣壓約 50 mm，於 20°C 及 760 mmHg 條件下，計算氣體體積，靜置 10 分鐘並偶而振搖之。呈色後於波長 550 nm 測定吸光度，並以氣體 1.0 L 於 20°C 及 760 mmHg 條件下之測定結果

校正之。所得吸光度不得大於以 0.00308% (w/v) 亞硝酸鈉溶液 0.25 mL 及對胺基苯磺酸·萘二胺試液 20.0 mL 為對照溶液所測得之吸光度。

9. 鹵素(halogen) 及硫化氫含量總和 : 將本品 10.0 L 導入密閉式平底玻璃量筒，該量筒具有一內徑 1 mm 小孔之輸送管並可達距離底部 2 mm 處，並含另一出口管，輸送管浸於 12~14 cm 深度之試劑[水 49 mL 含硝酸銀試液(硝酸銀 17.5 g 溶於水使成 1000 mL) 1 mL]中，檢品通入試劑內，其溶液不應變暗。5 分鐘後所產生之乳白光不得較對照溶液[取硝酸銀試液 1 mL、5 mg/L 氯化物標準溶液 20 mL 及稀硝酸試液(70%硝酸 105 mL，加水稀釋至 1000 mL) 0.15 mL，加水使成 50 mL] 靜置 5 分鐘後所呈者為深。

10. 砷化氫(arsine) 及磷化氫(phosphine) : (1) 二乙基二硫代胺基甲酸銀·喹啉(silver diethyldithiocarbamate·quinoline)試液之配製：
將粉狀硝酸銀 50 mg 溶於喹啉 100 mL，加入二乙基二硫代胺基甲酸銀 0.2 g。本試液需新鮮配製。

(2) 測定法：

將本品 10.0 L 以每分鐘 1.0 L 速度，透過頂端為半圓形多孔性(孔隙率 100)氣體分散頭之玻璃管[其中塞有浸過醋酸鉛試液(醋酸鉛 9.5 g，加新煮沸水溶解使成 100 mL)之棉花]，導入裝有新鮮配製二乙基二硫代胺基甲酸銀·喹啉試液 5 mL 之試管(內部直徑 2.5 公分)中(該半圓形氣體分散頭儘量接近試管底部)，則此試液不得變色。

11. 含量測定 : 以經認證含 1.0% 空氣之工業級氮氣作為標準品，將標準品經由進樣閥注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析分析，並選擇適當之操作條件，使出現之空氣波峰高度約為總高度之 70%。將樣品鋼瓶內液相之檢品釋出，經由足夠長度之管線，使所有通過之液態檢品全部氣化，由氣體進樣閥注入氣相層析儀。檢品測得之空氣波峰與標準品所得空氣波峰比較鑑別之，並以體積計算檢品中空氣之含量，其量不得大於 1.0%，相當於檢品所含 N₂O 為 99.0% 以上。

氣相層析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器(thermal conductivity detector, TCD)

層析管：多孔性聚合物顆粒(porous polymer beads)，
內徑 4 mm × 6 m，或同級品
移動相氣體：氦氣(99.99%)

食品用正丁烷之檢驗方法

Method of Test for *n*-Butane to be Used in Food

分子式： C_4H_{10}

分子量：58.12

1. 含量：本品所含 C_4H_{10} 應在 96% (v/v) 以上。
2. 外觀及性狀：本品為無色、天然氣味道，具易燃性之氣體，沸點約 $-0.5^{\circ}C$ 。
3. 鑑別：本品之紅外線吸收光譜，約於光譜上 $3.4\ \mu m$ (很強吸收)、 $6.8\ \mu m$ (強吸收)、 $7.2\ \mu m$ (中度吸收) 及 $10.4\ \mu m$ (中度吸收) 之區域呈現吸收反應。
4. 溶解度：本品 0.15 體積可溶於 1 體積水中；18 體積可溶於 1 體積乙醇中；25 體積可溶於 1 體積乙醚中。(皆為 $17^{\circ}C$ ，770 mmHg)。
5. 水分含量：(1) 費氏試劑之製備：

取配製費氏試劑用之無水甲醇 670 mL、吡啶 170 mL，混合後加碘 125 g，閉封口並放冷。另取吡啶 100 mL，置 250 mL 刻度量筒中，於冰浴內冷卻，通入乾燥之二氧化硫，直至容量達 200 mL 為止。將此溶液徐徐加入已冷卻之碘混合液中，邊加邊搖，俟碘溶解後，移置費氏試液貯瓶中，放置過夜，新鮮配製之試劑每 mL 約相當 5 mg 之水，以無水甲醇稀釋至試劑每 mL 約相當 0.2~1.0 mg 之水，稀釋後試劑需放置至少 16 小時後進行力價測定。

力價測定：取費氏試劑用甲醇 30~40 mL 置滴定瓶中，先滴入足量之費氏試劑至呈終點顏色，或微安培表呈現 100 ± 50 微安培之直流電為止。迅即以精稱定之蒸餾水 25 mg，再滴定至終點，由下式求得試劑每 mL 之水分相當量。

$$F = \frac{W}{V}$$

F：試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

W：蒸餾水之 mg 數

V：滴定蒸餾水所消耗試劑之 mL 數

- (2) 測定法：

取費氏試劑用之甲醇約 35~40 mL，置乾燥滴定瓶中，用費氏試劑滴定至終點，其所消耗之 mL 數無需

記錄，然後取本品約 100 g (以已知重量之樣品筒採樣)，精確稱定，測定時使用密閉式滴定瓶，滴定瓶之開口接一粗多孔性之隙曝氣管，曝氣管另一端則接上樣品筒，檢品經由曝氣管進入滴定瓶之速度控制在每分鐘 100 mL，必要時溫和地加熱樣品筒以維持此流速。檢品於滴定瓶中，以費氏試劑滴定之，並以下列計算式求出檢品中水分含量，其量應在 0.005% 以下。

$$\text{檢品中水分含量(\%)} = \frac{S \times F}{M \times 1000} \times 100$$

S：滴定檢品時所消耗費氏試劑之 mL 數

F：費氏試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

M：檢品之重量(g)

6. 揮發殘渣 (High-boiling residue) : 製備銅冷卻管(約外徑 6 mm × 6.1 m)，置入一真空套瓶，並使銅冷卻管浸於真空套瓶內預先放置之乾冰與丙酮混合物。銅冷卻管一端連接至內含檢品之樣品鋼瓶，小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使檢品通入已冷卻之銅冷卻管，液化之檢品 50 mL 流出，棄之，再繼續通入檢品，收集流出之液化檢品於預經冷卻之圓錐沉澱管，收集液化檢品至圓錐沉澱管 1000 mL 之刻度(約含檢品 600 g)。置於 40°C 水浴，蒸乾液體後，以每次戊烷 50 mL 潤洗圓錐沉澱管 2 次，合併洗液於已知重量之 150 mL 蒸發皿，取另一已知重量之 150 mL 蒸發皿，加入戊烷 100 mL，將二個蒸發皿置於水浴上，蒸發至乾後，於 100°C 烘箱加熱 60 分鐘，乾燥器中冷卻後稱重，重複加熱 15 分鐘及稱重之步驟，直到連續之稱重差異在 0.1 mg 以內。二個蒸發皿之稱重量差為殘渣量，殘渣量以檢品 600 g 重量計算，應在 5 mg/kg 以下。
7. 揮發殘渣之酸度 : 取揮發殘渣試驗所得殘渣，置於一試管，加入水 10 mL，旋轉搖晃混合 30 秒後，加甲基橙(methyl orange)試液(甲基橙 0.1 g，溶於水使成 100 mL，必要時過濾) 2 滴，塞住試管口，震盪混合，水層不應呈粉紅色或紅色。
8. 含硫成分 : 小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使適量檢品氣體釋出，勿直接噴向臉部，偏斜部分氣體以鼻嗅聞，不應有硫磺成分之特異性氣味。
9. 含量測定 : 將樣品鋼瓶經由進樣閥及流速控制閥連接至氣相層析儀。檢品注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析，並以下列計算式求出檢品中正丁烷之含量，其量應在 96% (v/v)

以上。

檢品中正丁烷之含量(%) = $100S/\Sigma s$

S：正丁烷之波峰面積

Σs ：層析圖譜中所有波峰之面積總和

氣相層析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器(thermal conductivity detector，
TCD)

層析管：10% 四乙二醇二甲醚(tetraethylene glycol dimethyl ether)覆於 Gas Chrom R (煅燒或與粘土膠結物於 900°C 以上燃燒並經矽烷處理)，內徑 3 mm × 6 m，鋁管柱，或同級品。

層析管溫度：33°C

移動相氣體氮氣流速：50 mL/min

注入量：2 μ L

食品原料阿拉伯樹膠之檢驗方法

Method of Test for Acacia (Acacia; Gum Arabic) as Food Raw Material

1. 性 狀 : 本品 1 g 溶於水 2 mL 之溶液具良好流動性，對石蕊試紙呈酸性反應。本品不溶於乙醇，其水溶液(1→10)稍具左旋性。
2. 鑑 別 : 取本品水溶液(1→50) 10 mL，冷卻後加入稀釋次乙酸鉛(lead subacetate)試液[取已磨碎之一氧化鉛(lead monoxide) 14 g，加水 10 mL，混勻使成膏狀，再加水 10 mL 潤溼後，加入溶於水 70 mL 之醋酸鉛(lead acetate) 22 g 之溶液中，激烈振盪 5 分鐘，放置 7 天，期間需時常振盪，最後過濾，以新煮沸之水洗濾器，使成 100 mL，取此溶液 3.25 mL，加新煮沸冷卻之水使成 100 mL] 0.2 mL，立即產生叢毛狀或凝結之白色沉澱。
3. 澱粉或糊精 : 取本品水溶液(1→50)煮沸後冷卻，加入碘試液(取碘 14 g，以溶於水 100 mL 之碘化鉀 36 g 之溶液溶解，加鹽酸 3 滴，以水稀釋至 1000 mL)數滴，不得呈藍色或紅色。
4. 單寧酸膠 : 取本品水溶液(1→50) 10 mL，加入氯化鐵(ferric chloride)試液[取氯化鐵 9 g，溶於水使成 100 mL]約 0.1 mL，不得呈黑色或產生黑色沉澱。
5. 不 溶 物 : 取本品 5 g，置於 250 mL 燒瓶，加入水約 100 mL 溶解，再加入 2.7N 鹽酸溶液 10 mL，溫和煮沸 15 分鐘，趁熱經由已知重量之過濾坩堝抽真空過濾，以熱水充分洗滌殘渣，於 105°C 乾燥殘渣 2 小時後稱重，其量應在 1.0% 以下。
6. 灰分(酸不溶) : 取本品 1.0 g 置於已知重量坩堝內，以少量之硫酸濕潤後，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，繼以 450~550°C 熾灼 3 小時，使完全灰化，於乾燥器中放冷後，精確稱定其重量，其遺留殘渣應在 0.5% 以下。
7. 總 灰 分 : 取本品約 3 g 於已知重量坩堝內，於 550°C 熾灼至完全灰化，冷卻後稱重，其總灰分含量應在 4% 以下。
8. 砷 : (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：
取本品 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% 過氧化氫溶液 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 (1 µg/mL) 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：

於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 及氯化亞錫鹽酸試液[取氯化亞錫(stannous chloride) 40 g 溶於鹽酸使成 100 mL] 0.5 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(silver diethyldithiocarbamate)試液[取二乙基二硫代胺基甲酸銀 1 g，溶於新蒸餾之吡啶(pyridine) 200 mL 中，置於避光容器內貯存] 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 之水浴中，每隔 10 分鐘輕搖之(加異丙醇 1 mL 於氣體發生瓶內可使氣體均勻逸出)。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，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，其所含砷(以 As 計)應在 3 ppm 以下。

9. 鉛

：(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

取本品 1.0 g，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，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。另取鉛標準溶液(10 µg/mL) 1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成 10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

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。其所含鉛(Pb)應在 10 ppm 以下。

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。

10. 重 金 屬：(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

取本品 0.5 g，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，加熱水 10 mL 加溫浸漬 2 分鐘，冷後，加酚酞(phenolphthalein)試液[取酚酞 0.2 g，溶於 90% 乙醇 60 mL，加水使成 100 mL] 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(10 µg/mL) 2.0 mL 及水使成 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(sodium sulphide)試液[取硫化鈉 5 g，溶於水 10 mL 及甘油 30 mL 之混合液中，新鮮配製] 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，其所含重金屬(以 Pb 計)應在 0.004% 以下。

11. 乾燥減重：取預經磨碎並通過 40 號篩之本品 1.0 g，於 105°C 乾燥 5 小時，其減失重量應在 15% 以下。

食品用丙烷之檢驗方法

Method of Test for Propane to be Used in Food

分子式： C_3H_8

分子量：44.10

1. 含量：本品所含 C_3H_8 應在 95% (v/v) 以上。
2. 外觀及性狀：本品為無色、無味，具易燃性之氣體，沸點約 $-42^\circ C$ 。
3. 鑑別：本品之紅外線吸收光譜，約於光譜上 $3.4 \mu m$ (很強吸收)、 $6.8 \mu m$ (強吸收) 及 $7.2 \mu m$ (中度吸收) 之區域呈現吸收反應。
4. 溶解度：本品 0.065 體積可溶於 1 體積水中 ($17.8^\circ C$ ，753 mmHg)；7.9 體積可溶於 1 體積無水乙醇中 ($16.6^\circ C$ ，754 mmHg)；9.26 體積可溶於 1 體積乙醚中 ($16.6^\circ C$ ，757 mmHg)；12.99 體積可溶於 1 體積氯仿中 ($21.6^\circ C$ ，757 mmHg)。
5. 水分含量：(1) 費氏試劑之製備：

取配製費氏試劑用之無水甲醇 670 mL、吡啶 170 mL，混合後加碘 125 g，閉封口並放冷。另取吡啶 100 mL，置 250 mL 刻度量筒中，於冰浴內冷卻，通入乾燥之二氧化硫，直至容量達 200 mL 為止。將此溶液徐徐加入已冷卻之碘混合液中，邊加邊搖，俟碘溶解後，移置費氏試液貯瓶中，放置過夜，新鮮配製之試劑每 mL 約相當 5 mg 之水，以無水甲醇稀釋至試劑每 mL 約相當 0.2~1.0 mg 之水，稀釋後試劑需放置至少 16 小時後進行力價測定。

力價測定：取費氏試劑用甲醇 30~40 mL 置滴定瓶中，先滴入足量之費氏試劑至呈終點顏色，或微安培表呈現 100 ± 50 微安培之直流電為止。迅即以精稱定之蒸餾水 25 mg，再滴定至終點，由下式求得試劑每 mL 之水分相當量。

$$F = \frac{W}{V}$$

F：試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

W：蒸餾水之 mg 數

V：滴定蒸餾水所消耗試劑之 mL 數

- (2) 測定法：

取費氏試劑用之甲醇約 35~40 mL，置乾燥滴定瓶

中，用費氏試劑滴定至終點，其所消耗之 mL 數無需記錄，然後取本品約 100 g (以已知重量之樣品筒採樣)，精確稱定，測定時使用密閉式滴定瓶，滴定瓶之開口接一粗多孔性之曝氣管，曝氣管另一端則接上樣品筒，檢品經由曝氣管進入滴定瓶之速度控制在每分鐘 100 mL，必要時溫和地加熱樣品筒以維持此流速。檢品於滴定瓶中，以費氏試劑滴定之，並以下列計算式求出檢品中水分含量，其量應在 0.005% 以下。

$$\text{檢品中水分含量(\%)} = \frac{S \times F}{M \times 1000} \times 100$$

S：滴定檢品時所消耗費氏試劑之 mL 數

F：費氏試劑每 mL 之水分相當量之 mg 數

M：檢品之重量(g)

6. 揮發殘渣 (High-boiling residue)：製備銅冷卻管(約外徑 6 mm × 6.1 m)，置入一真空套瓶，並使銅冷卻管浸於真空套瓶內預先放置之乾冰與丙酮混合物。銅冷卻管一端連接至內含檢品之樣品鋼瓶，小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使檢品通入已冷卻之銅冷卻管，液化之檢品 50 mL 流出，棄之，再繼續通入檢品，收集流出之液化檢品於預經冷卻之圓錐沉澱管，收集液化檢品至圓錐沉澱管 1000 mL 之刻度(約含檢品 600 g)。置於 40°C 水浴，蒸乾液體後，以每次戊烷 50 mL 潤洗圓錐沉澱管 2 次，合併洗液於已知重量之 150 mL 蒸發皿，取另一已知重量之 150 mL 蒸發皿，加入戊烷 100 mL，將二個蒸發皿置於水浴上，蒸發至乾後，於 100°C 烘箱加熱 60 分鐘，乾燥器中冷卻後稱重，重複加熱 15 分鐘及稱重之步驟，直到連續之稱重差異在 0.1 mg 以內。二個蒸發皿之稱重量差為殘渣量，殘渣量以檢品 600 g 重量計算，應在 5 mg/kg 以下。
7. 揮發殘渣之酸度：取揮發殘渣試驗所得殘渣，置於一試管，加入水 10 mL，旋轉搖晃混合 30 秒後，加甲基橙(methyl orange)試液(甲基橙 0.1 g，溶於水使成 100 mL，必要時過濾) 2 滴，塞住試管口，震盪混合，水層不應呈粉紅色或紅色。
8. 含硫成分：小心打開樣品鋼瓶之開關閥，使適量檢品氣體釋出，勿直接噴向臉部，傾斜部分氣體以鼻嗅聞，不應有硫磺成分之特異性氣味。
9. 含量測定：將樣品鋼瓶經由進樣閥及流速控制閥連接至氣相層析儀。檢品注入氣相層析儀，依下列條件進行氣相層析，並以下

列計算式求出檢品中丙烷之含量，其量應在 95% (v/v) 以上。

$$\text{檢品中丙烷之含量(\%)} = 100S/\Sigma s$$

S：丙烷之波峰面積

Σs ：層析圖譜中所有波峰之面積總和

氣相層析測定條件：

檢出器：熱導度檢出器(thermal conductivity detector, TCD)

層析管：10% 四乙二醇二甲醚(tetraethylene glycol dimethyl ether)覆於 Gas Chrom R(煅燒或與粘土膠結物於 900°C 以上燃燒並經矽烷處理)，內徑 3 mm × 6 m，鋁管柱，或同級品

層析管溫度：33°C

移動相氣體氮氣流速：50 mL/min

注入量：2 μ L