食品器具、容器、包裝檢驗方法—聚丙烯塑膠類之檢驗 Methods of Test for Food Utensils, Containers and Packages - Test of Polypropylene Plastic Products

- 適用範圍:本檢驗方法適用於聚丙烯塑膠類食品器具、容器、包裝之檢驗。
- 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: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 ±1.5℃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℃可達18 MΩ·cm以上);鉛標準品(1000 μg/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^(注): 10 mL、50 mL及100 mL, Pyrex材質。
 - 3.1.1.3.3. 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,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. 0.1 N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:

精確量取鉛標準品1 mL,置於50 mL容量瓶中,以0.1 N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 $0.1\ N$ 硝酸溶液稀釋至 $0.5\sim10\ \mu g/mL$,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℃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0.1 N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,依上述步驟同樣操作,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,就檢液及空白檢液之吸光值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)

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°C可達18 MΩ·cm以上); 編標準品(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^(注): 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,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. 0.1 N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:

精確量取鎘標準品1 mL,置於50 mL容量瓶中,以0.1 N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0.1 N硝酸溶液稀釋至0.05~1μg/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0.1 N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,依上述步驟同樣操作,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,就檢液及空白檢液之吸光值依下列計算式求出檢體中編之含量(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)

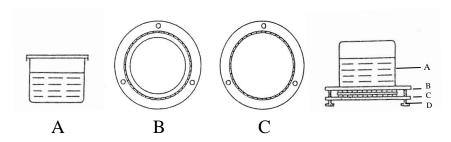
C₀:由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度(μg/mL)

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. 高錳酸鉀消耗量之檢驗:
 - 4.1.1. 檢驗方法:檢體經溶出後,溶出液以滴定分析之方法。
 - 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,其溫差在±1℃以內者。
 - 4.1.1.2. 試藥:高錳酸鉀及草酸鈉均採用試藥特級;硫酸採用試藥級。
 - 4.1.1.3. 器具及材料:
 - 4.1.1.3.1. 單面溶出器具:依圖一各部分組成:
 - A: 移行槽,玻璃製,內徑9 cm (表面積為63.62 cm²), 外徑11.5 cm, 瓶高7 cm。
 - B:圓環,貼有橡膠墊圈,鐵弗龍製或不銹鋼製。內徑 9 cm,外徑15 cm,高1.8 cm。
 - C:圓盤,貼有橡膠墊圈,鐵弗龍製或不銹鋼製。直徑 15 cm, 高1.8 cm。
 - D:固定螺栓。



圖一、單面溶出用器具

- 4.1.1.3.2. 三角燒瓶: 250 mL。
- 4.1.1.3.3. 滴定管: 25 mL, 最小刻度為0.05 mL, 褐色。
- 4.1.1.3.4. 容量瓶: 1000 mL, Pyrex材質。
- 4.1.1.4. 試劑之調製:
- 4.1.1.4.1. 硫酸:水(1:2, v/v)溶液: 取硫酸與去離子水以1:2(v/v)比例混勻。
- 4.1.1.4.2. 0.01 N高錳酸鉀溶液:

稱取高錳酸鉀0.33 g,置於1000 mL容量瓶中,以水溶解

並定容,使用時以0.01 N草酸鈉溶液標定其力價。

4.1.1.4.3. 0.01 N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:

4.1.1.5.1. 可盛裝液體容器類:

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,置於規定溫度之烘箱中,30分鐘後取出溶出液,供作檢液。

4.1.1.5.2. 單層薄膜及薄板類:

表面與裡面由相同材質構成之檢體,將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積,以每cm²為單位,加入預先加熱至規定溫度之水2 mL,以下同4.1.1.5.1.節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體,將其實際與食品接觸之面,利用單面溶出器具製備檢液。依表一所列溶出條件,將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之水127 mL之移行槽口,與食品接觸之面朝移行槽底,將移行槽裝入圓環中,於其上加圓盤後,以固定螺栓夾緊,將單面溶出器具倒置,使檢體與水接觸,置於預先調整至規定溫度之烘箱中,30分鐘後取出溶出液,供作檢液。

表一、高錳酸鉀消耗量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	
0500、20八位	食品製造加工或調理等過程中	
95℃,30分鐘	之使用溫度為100℃以上者	

4.1.1.6. 測定:

取水100 mL置三角燒瓶中,加硫酸:水(1:2, v/v)溶液5 mL及0.01 N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0.01 N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0.01 N草酸鈉溶液10 mL脫色,並立即滴加0.01 N高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止,即為0.01 N高錳酸鉀溶液之滴定量(mL)。另取水100 mL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):

溶出液中高錳酸鉀消耗量(ppm) = $\frac{(a-b)\times f\times 1000\times 0.316\times V}{100\times 2\times A}$

a:檢液之0.01 N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

b:空白試驗之0.01 N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

f:0.01 N高錳酸鉀溶液之力價

V:溶出液體積(mL)

A: 檢體與溶液接觸之面積(cm²)

4.2. 重金屬之檢驗:

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. 烘箱(Oven): 附有自動溫度調節,其溫差在±1℃以內者。
- 4.2.1.2. 試藥:冰醋酸及硝酸均採用試藥特級;硫化鈉及甘油均採用試藥級;去離子水(比電阻於25℃可達18 MΩ・cm以上);鉛標準品(1000 μg/mL)採用原子吸光分析級。

4.2.1.3. 器具及材料:

- 4.2.1.3.1. 單面溶出器具:同4.1.1.3.1.節。
- 4.2.1.3.2. 納氏比色管(Nessler tube): 50 mL,內徑為20 mm,並附有刻度者。
- 4.2.1.3.3. 容量瓶: 10 mL, Pyrex材質。

4.2.1.4. 試劑之調製:

4.2.1.4.1. 0.1 N硝酸溶液:

取硝酸0.7 mL,緩緩加入去離子水60 mL中,再加去離子水使成100 mL。

4.2.1.4.2. 硫化鈉溶液:

稱取硫化鈉5 g,溶於去離子水10 mL,加甘油30 mL混合,密封貯存於避光處,使用期限3個月。

4.2.1.4.3.4%醋酸溶液:

取冰醋酸40 mL,加去離子水使成1000 mL。

4.2.1.5. 鉛標準溶液之配製:

精確量取適量鉛標準品,以0.1 N硝酸溶液稀釋至10 μg/mL,供作標準溶液。

4.2.1.6. 檢液之調製:

4.2.1.6.1. 可盛裝液體容器類:

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4%醋酸溶液2 mL,用錶玻璃覆蓋後,置於規定溫度之烘箱中,30分鐘後取出溶出液,先經容器表面積每cm²,加入溶出用溶劑2 mL之換算後,供作檢液。

4.2.1.6.2. 單層薄膜及薄板類:

表面與裡面由相同材質構成之檢體,將檢體表面與裡面之面積和作為檢體之面積,以每cm²為單位,加入預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液2 mL,以下同4.2.1.6.1.節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體,將其實際與食品接觸之面,利用單面溶出器具製備檢液。依表二所列溶出條件,將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之4%醋酸溶液127 mL之移行槽口,與食品接觸之面朝移行槽底,將移行槽裝入圓環中,於其上加圓盤後,以固定螺栓夾緊,將單面溶出器具倒置,使檢體與4%醋酸溶液接觸,置於預先調整至規定溫度之烘箱中,30分鐘後取出溶出液,供作檢液。

表二、重金屬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℃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°C以上者		

4.2.1.7. 測定:

精確量取規定量之檢液,置於納氏比色管中,加去離子水至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並加去離子水至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:檢體經溶出,其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,其溫差在±1℃以內者。
- 4.3.1.2. 試藥:乙醇(95%);冰醋酸及正庚烷均採用試藥特級。
- 4.3.1.3. 器具及材料:
 - 4.3.1.3.1. 單面溶出器具:同4.1.1.3.1.節。
- 4.3.1.3.2. 蒸發皿:材質為石英製或白金製。
- 4.3.1.4. 試劑之調製:
 - 4.3.1.4.1.4%醋酸溶液:

取冰醋酸40 mL, 加水使成1000 mL。

4.3.1.4.2. 20% 乙醇溶液:

取乙醇210 mL,加水使成1000 mL。

- 4.3.1.5. 檢液之調製:
- 4.3.1.5.1. 可盛裝液體容器類:

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溶出用溶劑,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2 mL,用鋁箔(4%醋酸溶液作溶出用溶劑時,則用錶玻璃)覆蓋後,置於規定溫度之烘箱中,於規定時間後取出溶出液,供作檢液。

4.3.1.5.2. 單層薄膜及薄板類:

表面與裡面由相同材質構成之檢體,將檢體表面與裡面 之面積和作為檢體之面積,以每cm²為單位,依表三所

列溶出條件,加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑2 mL,以下同4.3.1.5.1.節操作。對於表面與裡面由不同材質構成之檢體,將其實際與食品接觸之面,利用單面溶出器具製備檢液。依表三所列溶出條件,將檢體平鋪於裝有預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑127 mL之移行槽口,與食品接觸之面朝移行槽底,將移行槽裝入圓環中,於其上加圓盤後,以固定螺栓夾緊,將單面溶出器具倒置,使檢體與溶出用溶劑接觸,置於預先調整至規定溫度之烘箱中,於規定時間後取出溶出液,供作檢液。

表二	`	蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件
\mathcal{N}		然及风色俗山的城~俗山 冰川

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
pH 5以上之食品用器	水	60℃,30分鐘 ^a
具、容器、包裝	*	95℃,30分鐘 ^b
pH 5以下(含pH 5)之食	4%醋酸	60℃,30分鐘 ^a
品用器具、容器、包裝	溶液	95℃,30分鐘 ^b
油脂及脂肪性食品用器	正庚烷	25℃,1 小時
具、容器、包裝	正庆炕	23 C,1 小时
酒類用器具、容器、包	20%乙醇	60℃,30分鐘
裝	溶液	00 0 / 30 分 運

^a食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C以下者。 ^b食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為100°C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,於水浴中蒸發至乾後,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):

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)

附註:1. 本檢驗方法之定量極限,鉛為5 ppm, 編為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,或方法確效。

參考文獻:

日本藥學會。2015。日本衛生試驗法·注解。金原出版株式會社。 東京,日本。