

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15~25°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°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°C乾燥並維持在120°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 硫代硫酸鈉液滴定量之差不得超過 0.5 mL。

8. 一氧化氮及二氧化氮含量總和
- ：(1) 對胺基苯磺酸·萘二胺(sulfanilic acid·naphthylene-diamine)試液之配製：
- 溶液 I：取對胺基苯磺酸 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。
- 對胺基苯磺酸·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：
- 取對胺基苯磺酸·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：氮氣(99.99%)