

食品用洗潔劑檢驗方法

Methods of Test for Food Use Detergents

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於消毒或洗滌食品、食品器具、食品容器或包裝之以合成界面活性劑為主要成分之液態洗潔劑之檢驗，但不適用於商業滅菌用途及供餐具自動洗淨機使用之食品用洗潔劑。
2. 砷之檢驗：
 - 2.1. 檢驗方法：檢體經酸消化後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1.1. 裝置：
 - 2.1.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.1.2. 酸蒸氣清洗裝置(Acid steam cleaning system)。
 - 2.1.1.3. 微波消化裝置(Microwave digester)：具1000 W以上輸出功率，並具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.2. 試藥：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；砷(arsenic)標準品(1000 µg/mL)及銻(rhodium)內部標準品(1000 µg/mL)均採用ICP分析級。
 - 2.1.3. 器具及材料：
 - 2.1.3.1. 微波消化瓶：石英玻璃或Teflon材質。
 - 2.1.3.2. 容量瓶^(註)：20 mL、50 mL及100 mL。
 - 2.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.1.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE材質。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸(試藥特級)蒸氣酸洗2小時後，取出，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出，以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.1.4. 10% (w/w)硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 100 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加入去離子水使成1000 mL。
 - 2.1.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銻內部標準品0.5 mL，以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，作為內部標準原液。臨用時取適量內部標準原液，以10% (w/w)硝酸稀釋至1 µg/mL，供作內部標準溶液。
 - 2.1.6. 標準溶液之配製：

精確量取砷標準品0.5 mL，分別以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液混合，加入內部標準溶液，以10% (w/w)硝酸溶液調製為0~25 ng/mL (含內部標準品濃度10 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.1.7. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，就砷與銨信號強度比值，與對應之砷濃度，分別製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1400 W。

電漿氫氣流速：17 L/min。

輔助氫氣流速：1.1 L/min。

霧化氫氣流速：1 L/min。

偵測離子(m/z)：砷：75；

銨：103。

註：上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.1.8. 檢液之調製：

將檢體(依食品用洗潔劑產品標示進行稀釋)均質後，取約1 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超純級) 4 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入20 mL容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，移入儲存瓶中，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液0.2 mL及硝酸(超純級) 4 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化操作條件^(註)

Step	Time (min)	Power (W)	Temp (°C)	Pressure (bar)
1	5	1000	70	100
2	5	1000	110	130
3	5	1000	140	160
4	5	1200	210	160
5	10	1200	240	160

註：上述消化條件不適時，依所使用之裝置，設定適合之消化條件。

2.1.9. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速率分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依2.1.7.節條件進行分析，就檢液、空白檢液及標準溶液中砷與銨信號強度比值，依下列計算式求出檢體中砷之含量(ppm)^(註)：

$$\text{檢體中砷之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000} \times 1.32$$

C：由標準曲線求得檢液中砷之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中砷之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

1.32：砷轉換為三氧化二砷(As₂O₃)之轉換係數

註：檢體中砷之含量，以As₂O₃計。

3. 重金屬之檢驗：

3.1. 檢驗方法：檢體經消化後以比色分析之方法。

3.1.1. 裝置：

3.1.1.1. 水浴：溫差在±1°C以內者。

3.1.1.2. 烘箱：附有自動溫度調節，其溫差在±1°C以內者。

3.1.2. 器具及材料：

3.1.2.1. 分解瓶：250 mL。

3.1.2.2. 容量瓶：200 mL。

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

3.1.3. 試藥：

冰醋酸、草酸銨、硫酸及硝酸均採用試藥特級；氨水(28%)、硫化鈉及甘油均採用試藥級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鉛標準品(1000 μg/mL)採用原子吸光分析級。

3.1.4. 試劑之調製：

3.1.4.1. 0.1 N硝酸溶液：

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

3.1.4.2. 10%醋酸溶液：

取冰醋酸100 mL，加去離子水使成1000 mL。

3.1.4.3. 飽和草酸銨溶液：

取草酸銨約15 g，加去離子水100 mL，加熱攪拌直到草

酸銨不再溶解，冷卻後，取上清液，供作飽和草酸銨溶液。

3.1.4.4. 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。

3.1.5. 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。

3.1.6. 檢液之調製：

檢體有標示使用濃度者，稱取配製 200 mL 溶液所需之量，無標示使用濃度者，則取 0.4 g，精確稱定，置於分解瓶中，加硝酸 30 mL 混合均勻後，徐徐加熱，俟劇烈反應終止，冷卻後，加硫酸 10 mL，徐徐加熱至冒出白煙為止，檢液仍呈褐色者，則待冷後再加硝酸 5 mL 繼續加熱，反覆操作至呈無色～淡黃色，放冷後加水 30 mL 及飽和草酸銨溶液 20 mL，再加熱至冒出白煙，放冷後加水定容至 200 mL，供作檢液。

3.1.7. 測定：

精確量取檢液 20 mL，置於納氏比色管中，以氨水中和後，加 10% 醋酸溶液 2 mL 並加水至 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 10% 醋酸溶液 2 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. 甲醇：

4.1. 檢驗方法：檢體經蒸餾後，以氣相層析儀(gas chromatograph, GC)分析之方法。

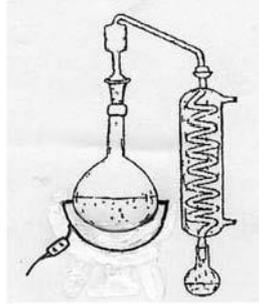
4.1.1. 裝置：

4.1.1.1. 氣相層析儀

4.1.1.1.1. 檢出器：火焰離子檢出器(flame ionization detector, FID)。

4.1.1.1.2. 層析管：Stabilwax，內膜厚度 2 µm，內徑 0.53 mm × 30 m，兩支串聯，或同級品。

4.1.1.2. 蒸餾裝置(如圖二)。



圖二、蒸餾裝置

4.1.2. 器具及材料：

- 4.1.2.1. 加熱套(Heating mantle)。
- 4.1.2.2. 容量瓶：50 mL及100 mL。
- 4.1.2.3. 溫度計。

4.1.3. 試藥：

甲醇及正丁醇均採用試藥特級；矽油(silicone oil)採用試藥級。

4.1.4. 內部標準溶液之配製：

取正丁醇1 g，精確稱定，以水定容至100 mL，供作內部標準溶液。

4.1.5. 標準溶液之配製：

取甲醇1 g，精確稱定，以水定容至100 mL，作為甲醇標準原液。臨用時，取適量甲醇標準原液及內部標準溶液混合，以水稀釋至0.001~0.5 mg/mL（含內部標準品濃度0.2 mg/mL），供作標準溶液。

4.1.6. 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各1 μ L，分別注入氣相層析儀，依下列條件進行分析。就甲醇與內部標準品之波峰面積比，與對應之甲醇濃度，製作標準曲線。

氣相層析測定條件：

層析管：Stabilwax，內膜厚度2 μ m，內徑0.53 mm \times 30 m，
兩支串聯。

層析管溫度：初溫：40°C，8 min；
升溫速率：40°C/min；
中溫：120°C，5 min；
升溫速率：40°C/min；
終溫：180°C，5 min。

檢出器溫度：180°C。

注入器溫度：180°C。

移動相氣體及流速：氮氣，20 mL/min。

4.1.7. 檢液之調製：

精確量取檢體10 mL，置於蒸餾瓶中，加水20 mL及矽油1滴，進行蒸餾，以50 mL容量瓶接收，收集餾出液約15 mL，以水將冷凝管底端殘液洗至接收瓶中，並加入內部標準溶液1 mL，以水定容至50 mL，供作檢液。

4.1.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 µL，分別注入氣相層析儀中，依4.1.6.節條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中甲醇之含量(mg/mL)：

$$\text{檢體中甲醇之含量(mg/mL)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲醇之濃度(mg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之體積(mL)

5. 螢光增白劑：

5.1. 檢驗方法：

5.1.1. 直接觀察法初步試驗：

5.1.1.1. 裝置：

紫外燈：具365 nm波長者。

5.1.1.2. 鑑別試驗：

將檢體置於暗處，於波長365 nm之紫外燈下觀察，若檢體表面發出紫—藍白色之螢光時，應繼續進行染色法。

5.1.2. 染色法：

5.1.2.1. 裝置：

紫外燈：同5.1.1.1.節。

5.1.2.2. 試藥：氨水(28%)及鹽酸均採用化學試藥級。

5.1.2.3. 器具及材料：

5.1.2.3.1. 燒杯：250 mL。

5.1.2.3.2. 紗布或脫脂棉：無螢光者。

5.1.2.4. 試劑之調製：

5.1.2.4.1. 0.1%氨水：

取氨水(28%)約0.36 mL，加水使成100 mL。

5.1.2.4.2. 稀氨水溶液：

取0.1%氨水1.5 mL，加水使成2000 mL，pH值約為7.5～9.0，臨用時調製。

5.1.2.4.3. 稀鹽酸溶液：

取鹽酸24 mL，緩緩加入水60 mL中，再加水使成100 mL。

5.1.2.5. 檢液之調製：

檢體如無使用說明者，稱取0.4 g，有使用說明者則稱取配製200 mL溶液所需之量，置於燒杯中，加稀氨水200 mL混合均勻後，供作檢液。

5.1.2.6. 鑑別試驗：

取檢液50 mL，置於燒杯中，加入稀鹽酸溶液1~2滴，使呈弱酸性(pH值約為3~5)，放入紗布(5 × 5 cm)浸漬，於沸水浴中加熱30分鐘，取出紗布，以水洗淨並擰乾，置於波長365 nm之紫外燈下觀察。紗布發出紫—藍白色之螢光，則有螢光增白劑之檢出；另取稀氨水溶液50 mL作空白試驗。

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，砷為0.005 ppm (以As₂O₃計)，甲醇為0.005 mg/mL。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
 3. 砷以其他儀器檢測時，應經適當之驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)之驗證，或方法確效。

參考文獻：

1. Zhang, H. X., Xu, F. and Rui, Y. K. 2010. Simultaneous determination of content of ten heavy metals in detergents from China by ICP-MS. Asian J. Chem. 22: 4777-4780.
2. 日本藥學會。2015。衛生試驗法·注解。金原出版株式會社。東京，日本。