114年11月13日衛授食字第1141902330號公告修正
並自即日生效

# 附錄A 一般試驗法

1. 氯化物檢查法：

   本法係檢查檢品中所含氯化物是否超過其規定之限量。此限量通常以Cl計算，並以其重量百分率(%)表示之。

   (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

   除另有定外，取正文規定量之檢品，置50 mL鈉氏比色管中，加水約30 mL溶解，若呈鹼性時，先用稀硝酸(10%)中和，再加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成50 mL，作為檢品溶液。另取正文規定量之0.01 N鹽酸液，加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成50 mL作為對照溶液。此時檢品溶液不澄明，可將兩液在相同條件下過濾。

   (2) 檢查法：

   除另有規定外，檢品溶液與對照溶液，各加硝酸銀試液1 mL，充分搖混，避免日光直接照射，放置5分鐘後，襯以黑色背景，自鈉氏比色管之上方及側面觀察比較之；檢品溶液如起混濁，不得較對照溶液所呈者為濃。

2. 硫酸鹽檢查法：

   本法係檢查檢品中所含硫酸鹽是否超過其規定之限量。此限量通常以$SO_4$計算，並以其重量百分率(%)表示之。

   (1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

   除另有規定外，取正文規定量之檢品，置50 mL鈉氏比色管中，加水約30 mL溶解，若呈鹼性時，先用稀鹽酸(10%)中和，再加稀鹽酸(10%) 1 mL及水使成50 mL，作為檢品溶液。另取正文規定量之0.01 N硫酸液，加稀鹽酸(10%) 1 mL及水使成50 mL，作為對照溶液。此時檢品溶液不澄明，可將兩液在相同條件下過濾。

   (2) 檢查法：

   除另有規定外，檢品溶液與對照溶液，各加氯化鋇試液2 mL，充分搖混，放置10分鐘後，襯以黑色背景，自鈉氏比色管之上方及側面觀察比較之；檢品溶液如起混濁，不得較對照溶液所呈者為濃。

3. 乾燥減重檢查法：

   本法係測定檢品在規定條件下乾燥時，所減失水分及揮發性物質之重量，並以其重量百分率(%)表示之。

   取稱量瓶於正文規定之溫度先行乾燥30分鐘，置乾燥器內，放冷至室溫後，精確稱定。將檢品混合均勻，如為塊狀或大結晶，應即研成直徑2 mm以下之細粒，除另有規定外，取1～2 g至前述稱量瓶中再精確稱定。輕輕振搖，使檢品均勻平舖於瓶底，其厚度不宜超過5 mm。將稱量瓶置於適當之烘箱或乾燥器內，取下瓶蓋置於瓶旁，按照正文規定之溫度及時間乾燥之。乾燥完畢後，蓋妥瓶蓋，於乾燥器放冷至室溫後，精確稱定其重量。如檢品在低於乾燥減重所規定之溫度即行熔融時，應先將檢品以低於其熔點5～10℃之溫度乾燥1～2小時，再於規定溫度乾燥之。

4. 熾灼殘渣檢查法：

   本法係測定檢品在加硫酸熾灼後，所殘留物質之重量，並以其重量百分率(%)表示之。

   先將白金、石英或瓷製坩鍋，按照正文規定之熾灼條件下熾灼約30分鐘，置乾燥器內放冷後，精確稱定。將檢品混合均勻，如為塊狀或大結晶，應即研成直徑2 mm以下之細粒，除另有規定外，取1～2 g至前述稱坩鍋中，再精確稱定。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，移入電氣爐中，除另有規定外，繼以450～550℃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，但所得之殘渣超過正文之規定量時，應再加硫酸1 mL濕潤，如前操作，熾灼至恆量。

5. 熾灼減重檢查法：

本法係測定檢品在規定條件下熾灼時，所減失水分及其他不純物之重量，並以其重量百分率(%)表示之。

先將白金、石英或瓷製坩鍋，按照正文規定之熾灼條件下熾灼約30分鐘，置乾燥器內放冷後，精確稱定。將檢品混合均勻，如為塊狀或大結晶，應即研成直徑2 mm以下之細粒，除另有規定外，取其1～2 g置前述坩鍋中，再精確稱定。移入電氣爐中，除另有規定外，以450～550℃熾灼3小時，於乾燥器中放冷後，精確稱定其重量。

6. 易碳化物檢查法：

本法係檢查檢品中所含易為硫酸所碳化而呈色之微量不純物是否超過其規定之限量。長與規定比合液比較之。

取無色硬質試管，按常法清洗後，再順序以濃度為94.5～95.5%之硫酸與水充分洗淨，烘乾備用。

除另有規定外，檢品如為固體，先將濃度為94.5～95.5%之硫酸5 mL置前述試管中，再將研成細粉之檢品按照正文規定之量，分數次加入，並以玻璃棒攪拌使完全溶解；檢品如為液體，則先取正文規定量之檢品於試管中，再加入濃度為94.5～99.5%之硫酸5 mL混搖之。放置(如因發熱而溫度上升者，應予冷卻；易受溫度影響者，應保持標準溫度) 15分鐘後，另取規定之比合液置於同規格之試管中，襯以白色背景，由側面觀察比較之。檢品所呈之色不得較比合液所呈之色為濃。

7. 重金屬檢查法：

本法係檢查檢品中所含重金屬是否超過其規定之限量。此處所稱重金屬係指酸性下遇硫化氫試液即顯色之重金屬物質，其限量以Pb計，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。對本試驗有反應的典型元素有鉛、汞、鉍、砷、銻、錫、鎘、銀、銅及鉬等，除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中之鉛、汞、鉍、砷、銻、錫、鎘、銀、銅及鉬含量，以其總量與規格比較之。

第I法：適用於依規定配製之檢品溶液為無色之物質。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，取正文規定量之檢品，置50 mL鈉氏比色管中，加水溶解使成25 mL，用氨試液或稀醋酸(1→20)調整pH值至3.0～4.0之間，加水稀釋至50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另精確量取鉛標準溶液2.0 mL，置另一鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水至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，分別各加硫化鈉試液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。

第II法：適用於有色物質、固定油、揮發性油及生成重金屬硫化物反應時，易受干擾之物質。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，取正文規定量之檢品，置石英或瓷製堝坩中，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

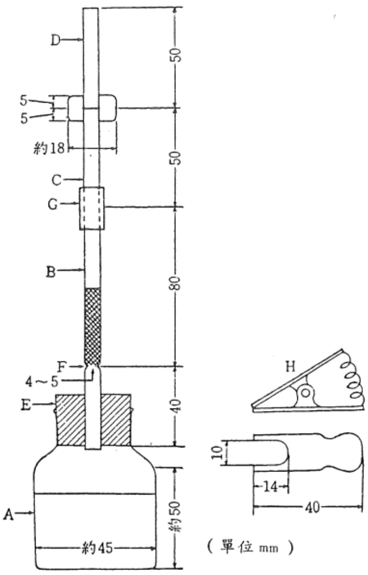
煙，於450～500℃熾灼灰化。冷後，加鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物以鹽酸3滴潤濕，熱水10 mL加溫浸漬2分鐘，冷後，加酚酞試液1滴，滴加氨試液至呈微紅色為止，再加水稀釋至25 mL。必要時過濾，以水10 mL清洗，合併濾液與洗液，移入鈉氏比色管中，加稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作檢品溶液。另取同材質坩堝，加硝酸2 mL，硫酸5滴及鹽酸2 mL，置水浴上蒸乾，殘留物加鹽酸3滴，以下按照檢品溶液調製法同樣操作，加鉛標準溶液2.0 mL、稀醋酸(1→20) 2 mL及水使成50 mL，混合均勻，供作對照溶液。

(2) 檢查法：同第I法－(2)。

8. 砷檢查法：除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中砷含量。

第I法：本法係基於砷化氫遇溴化汞試紙作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。此限量通常以$As_2O_3$計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如圖所示。




A：氣體發生瓶，內容量約60 mL，有40 mL之標線。

B：內徑約6.5 mm之玻璃管。

C及D：均為內徑6.5 mm之玻璃管，連接部內徑6.5 mm，外徑約18 mm，其內緣及外緣為同心圓，二管連接處為磨砂面。臨用前將溴化汞試紙夾入接觸層中。

E：橡皮塞。

F：玻璃管B之狹細部，用以填塞約30 mm高之玻璃棉，臨用前以醋酸鉛試液與水之等容量混液均勻潤濕後，自下端輕吸除去過量混液。

G：橡皮管。

H：夾子。

I-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：
取正文規定量之檢品，加水5 mL，必要時加溫溶解供作檢品溶液。除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴，以氨試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液($As_2O_3$) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：
於分置檢品溶液與對照溶液之氣體發生瓶中，分別各加稀鹽酸(1：2) 5 mL及碘化鉀試液5 mL，放置2～3分鐘後，加酸性氯化亞錫試液5 mL，靜置10分鐘，再加水至40 mL，將無砷鋅粒(20號篩) 2 g投入後，立即將已連接並夾有溴化汞試紙之C、D管與B管之橡皮塞E接裝氣體發生瓶A上，再浸入25℃水中至瓶肩部，放置1小時後，取出溴化汞試紙，儘速觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液所呈者為深。

I-2法：

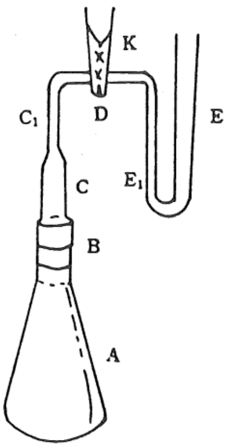
(1) 檢品溶液及對照溶液之調製

取正文規定量之檢品，置白金、石英或瓷製坩鍋中，加2%硝酸鎂乙醇溶液10 mL，點火將乙醇燃盡後，於450～550℃徐徐加熱灰化，如有碳化物殘留，加少量2%硝酸鎂乙醇溶液潤濕，再以450～550℃熾灼灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，置水浴上加溫溶解，供作檢品溶液，除另有規定外，將檢品溶液移入氣體發生瓶中，加溴酚藍試液1滴，以氨試液或稀鹽酸(10%)中和之。另精確量取砷標準溶液($As_2O_3$) 1.0 mL供作對照溶液，移入另一氣體發生瓶中，並按下法檢查之。

(2) 檢查法：同I-1法-(2)。

第II法：本法係基於砷化氫與二乙基二硫代胺基甲酸銀作用之呈色反應，以檢查檢品中所含砷是否超過其規定之限量。此限量通常以As計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

裝置：如下圖所示。




A：氣體發生瓶，內容量125 mL錐形燒瓶。

B：磨砂標準接頭24 / 40。

C：氣體洗淨管，內徑25 mm，臨用前置入預以飽和醋酸鉛溶液浸濕經再擠乾之精製棉二團，期間留空隙，置於室溫減壓乾燥器內乾燥之。

$C_1$及$E_1$：玻璃管，內徑2 mm、外徑8 mm。

D：球形接頭。

E：吸收管，形狀似15 mL標準離心管。

K：固定夾，夾唇呈叉狀，以套入$C_1$及$E_1$而固定D。

II-1法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按正文規定方法配製之檢液，移入氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作檢品溶液。另精確量取砷標準溶液(As) 3.0 mL，移入另一氣體發生瓶中，加適量之水使成35 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法：

於分置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、氯化亞錫鹽酸試液0.5 mL及異丙醇1 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試液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℃之水浴中，每隔10分鐘輕搖之。經45分鐘後，將吸收液移入1 cm貯液管，於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。

[註]：干擾物質：金屬或其鹽類如鉻、鈷、銅、汞、鉬、鎳、鈀及銀可能干擾砷化氫之發生，銻則形成銻化氫，而與二乙基二硫代胺基甲酸銀試液作用呈色，但此呈色於波長525 nm處之吸光度無明顯影響，致可略而不計。

II-2法：

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，取檢品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℃。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。

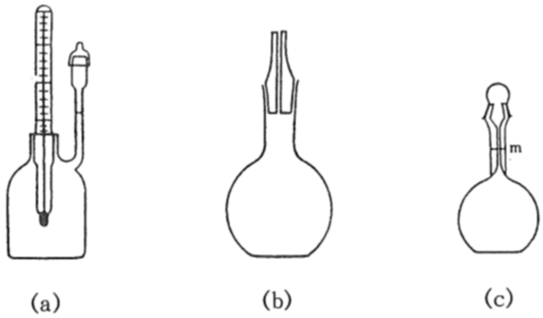
(2) 檢查法：同II-1法-(2)。

9. 比重測定法：

比重及物質之質量與其同體積標準之質量比。正文中所稱比重($d_t^{t'}$)係指t'℃之檢品與同體積t℃之蒸餾水在空氣中中量之比。比重之測定方法，除另有規定外，通常採用第I及第II法，若數據前冠約字時，可採用第III法。

第I法－比重瓶(Pycnometer)法：

比重瓶通常為內容量10～100 mL之玻璃容器，並附有溫度計之磨砂玻塞、標線及磨砂玻蓋之側管。如下圖所示。



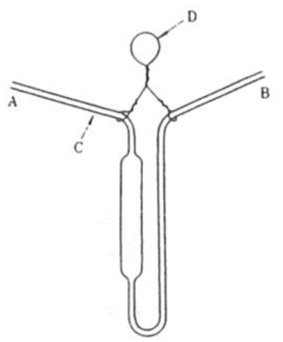
各種形狀比重瓶，(c)中m表示標記處

將潔淨乾燥之比重瓶，精確稱定期重量(W)。取下玻塞及玻蓋，裝滿檢品，並降溫至較規定溫度(t'℃)低1～3℃，注意物使氣泡殘留，將玻塞裝回，使溫度徐徐上升至溫度計顯示規定溫度時，由側管除去超越標線之檢品，並加蓋，拭乾比重瓶外部後，精確稱定期重量($W_1$)。再用同一比重瓶，以水代替檢品，同法操作，於規定溫度(t℃)精確稱定期重量($W_2$)。按照下列式計算其比重。

$$d^{t'}_{t} = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

第II法－奧氏比重瓶(Sprengel Ostwald Pycnometer)法：

奧氏比重瓶，通常容量1～10 mL之玻璃製容器，兩端為厚質細管，細管A上有標線C，稱重時，以白金線或鉛線吊掛於化學天平之稱量鉤上，予以稱定。如圖所示。



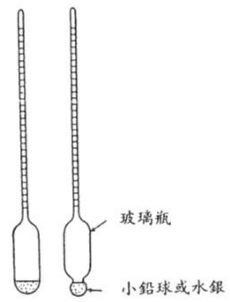
奧氏比重瓶

將潔淨乾燥之比重瓶，精確稱定其重量(W)。再將B端浸於較規定溫度低3～5℃之檢品中，自A端所接橡皮管或磨砂玻璃管，注意勿使混入氣泡，將B端之檢品吸入至標線C以上，然後將比重瓶用吊線D懸吊浸置於規定溫度(t'℃)之水浴中，經15分鐘後，將比重瓶稍微傾斜而使B端之液面到達端口，並用濾紙自B端揿吸，使A端之液面與標線C齊平後，自水浴中取出，拭乾比重瓶外部，精確稱定其重量($W_1$)。以水代替檢品，同法操作，於規定溫度(t'℃)精確稱定重量($W_2$)。按照下列式計算其比重。

$$d^{t'}_{t} = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

第III法－浮比重計(Hydrometer)法：

選用刻度範圍與預估檢品比重相當之浮比重計，先用乙醇及乙醚拭淨後備用。如圖所示。



浮比重計

檢品充分振盪，俟氣泡排出後，將比重計置入，使直立漂浮於檢品中，於規定溫度下，比重計靜止時，就檢品彎液面上緣，請取其比重。

10. 折光率測定法：

物質之折光率，係指光線在真空中之速度與在該物質中速度之比，亦等於光線對物質之射入角之正弦與其折角之正弦之比，通常折光率受光線之波長及溫度之不同而有所改變。

折光率$n_D^t$係以鈉光之D線(589.0 nm及589.6 nm)為光源，於溫度t℃測定物質對空氣之折光率而言。

欲達±0.0001理論之正確度，應使用儀器所附之標準品以校正之，並常用蒸餾水查驗溫度之調節及儀器之潔淨；蒸餾水之折光率20℃時為1.3330，25℃時為1.3325。

測定法：

折光率之測定，除另有規定外，通常用之儀器為阿培(Abbe)氏折射計(或具有同等精確度之他種類型儀器)，於正文規定溫度之±0.2℃範圍內測定之。測定時至少量測三次，求其平均值。

11. 旋光度測定法：

多數化學物質或其溶液能使偏極光之平面向左或旋轉，此種性質稱為該物質之旋光性。凡具有旋光性者稱為光活性物質，反之則稱為非光活性物質。其旋光性之強弱以度數表示之，稱為該物質之旋光度。旋光之方向以「+」及「－」分別表示右旋及左旋。在一定情況下，物質之旋光度應不變，故可用於鑑別檢品之真偽純雜，或測定其含量。

旋光度$\alpha_x^t$係指用特定之單色X (記明其波長或名稱)於溫度t℃時測得之旋光度。除另有規定外，通常係於20℃，用光徑長10 cm之貯液管，以鈉光之D線測定之。比旋光度$[\alpha]_x^t$之計算方法如下：

$$[\alpha]_x^t = \frac{100\alpha}{1C}$$

t：測定時之溫度

x：即用特定單色光之波長或名稱(用鈉光之D線，$\lambda$ = 589.0 nm及589.6 nm時，記為D)

α：偏極光面旋轉之角度(及旋光度)

l：貯液管之內層長(dm)

c：檢品溶液100 mL中所含檢品之g數

測定法：

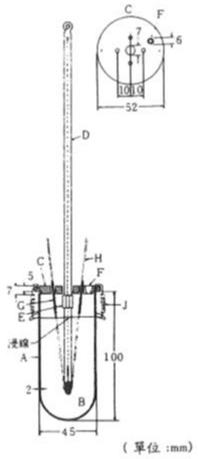
按正文規定調製之檢品溶液，於規定溫度下，滿置貯液管內，於暗室中，除另有規定外，用鈉燈為光源，觀察其旋光度。至少測定5次，求其平均值。

12. 熔融溫度測定法：

固體再溫度增高至某一定溫度時，便融化成液體，此種現象稱為熔融。各種純固體物質熔融時之溫度各有一定，熔融時之溫度稱為該物質之熔融溫度。又該溫度係指自始熔至全熔間之溫度範圍而言。其測定法依檢品之性質可分為下列二種。

第I法：適用於檢品易磨成粉末者。

裝置：如圖所示。




A：加熱容器，硬質玻璃製者。

B：傳熱液，使用澄明、低黏度(通常用50～100厘斯)之(聚)矽桐油。

C：鐵弗龍蓋。

D：溫度計。

E：固定溫度計之彈簧。

F：傳熱液注入孔。

G：線圈彈簧。

H：硬質玻璃毛細管，內徑0.8～1.2 mm，長約120 mm，壁厚0.2～0.3 mm，一端熔封。

J：固定鐵弗龍蓋之彈簧。

| 一般(或熔融溫度測定)用溫度計 | | | |
|---|---|---|---|
| ASTM No.E-1 | 溫度範圍 (℃) | 刻度 (℃) | 浸沒長度 (mm) |
| 1C | -20至150 | 1 | 76 |
| 2C | -5至300 | 1 | 76 |
| 3C | -5至400 | 1 | 76 |

測定法：

除另有規定外，取檢品研成微細粉末，如含結晶水者，按照正文規定將其乾燥，不含結晶水者，亦須置於適當之乾燥器內乾燥24小時後，再將此乾燥檢品裝入毛細管H內，並以叩緊法儘量使檢品緊集於管底約高2.5～3.5 mm為度。徐徐加熱至傳熱液B之溫度較檢品之熔融溫度約低10℃時，將裝妥檢品之毛細管H經過線圈彈簧G固定後插入，使管中檢品之部份位於溫度計D水銀球之中央部位。然後以每分鐘上升3℃之速度繼續加熱，直至傳熱液之溫度較預計熔融溫度約低5℃時，再調整為每分鐘上升1℃。仔細觀察檢品毛細管內壁接觸之各部位開始呈明顯之潰縮時，即記錄其溫度，檢品完全熔融成透明液體時，再記錄其溫度，此溫度範圍，即為檢品之熔融溫度。

第II法：適用於檢品不易磨成粉末者，如脂肪、脂肪酸、石蠟及蠟等。本法所用傳熱液可用水，硬質玻璃毛細管之尺寸規格與第I法相同。

測定法：

將檢品儘可能以低溫熔化後，吸入兩端開口之毛細管中，使高達約10 mm，一端封閉，於10℃或較低之溫度放置24小時，或冰敷2小時後，取橡皮圈將檢品毛細管固定於溫度計上，使管中檢品之部份位於溫度計水銀球之中央外側。一併放入以水為傳熱液之燒杯中，檢品之上端保持在水面下10 mm處，傳熱液在不斷攪拌下徐徐加熱，至低於預計熔融溫度約5℃時，調整為每分鐘約上升0.5～1℃，記錄毛細管內檢品向上浮起時之溫度，即為檢品之熔融溫度。

13. 吸光度測定法：

吸光度測定法係測定物質對某一特定波長光波之吸收程度。單色光通過物質之溶液時，透射光強度(I)與入射光強度($I_0$)之比值稱為透射率(T)，透射率倒數之常用對數則稱為吸光度(A)。

$$T = \frac{I}{I_0} \qquad A = \log\frac{I_0}{I} = -\log T$$

吸光度(A)與溶液之濃度(c)及光徑長度(l)成比例關係，A = Kcl。

K稱為吸光係數，在一定波長、溶煤及溶質時為一常數，其數值則視所用光徑長度及濃度等之單位而定。當光徑長度(l)以1 cm、濃度(c)以% (w/v)為單位時，此常數稱為比吸光度($E^{1\%}_{1cm}$)，如換算為(l)以1 cm、(c)為1 M時，則稱為摩耳吸光係數(E)，於具最大波長之分子吸光係數以Emax表示之。

測定吸光度時，應以溶媒配製至溶液後進行，其濃度以所得之吸光度在0.2～0.7之範圍內為宜，溶液之吸光度，如超過此範圍時，應以溶媒稀釋至適當濃度後，再行測定。欲求 $E^{1\%}_{1cm}$或E，可依下式：

$$E^{1\%}_{1cm} = \frac{a}{c\ (\%) \times 1} \qquad E = \frac{a}{c\ (M) \times 1}$$

l：光徑長度(cm)

a：吸光度

c (%)：溶液之濃度% (w/v)

c (M)：溶液之克分子濃度

儀器之操作及校正：

採用分光光度計。其基本原理為使用單色光通過檢品溶液，測定透射光之強度。其裝置包括光源、單色光器、貯液管及光度計或其他測定裝置；光源產生之光線，經單色光器而得單色光，此單色光通過貯有檢品溶液貯液管時，部份能量被檢品溶液吸收，

其透射率或吸光度可由光度計測定之。使用時先選擇正確波長，並調整暗電流至零。然後將裝有溶媒之空白對照貯液管置於光徑路上，調整吸光度為零或透射率為100%，繼以裝有檢品溶液之貯液管取代空白對照貯液管置於光徑路上，讀取吸光度。

測定紫外光範圍(185～380 nm)之吸光度須用石英製貯液管，測定可見光範圍(380～780 nm)之吸光度則可用玻璃製或石英製貯液管。除另有規定外，使用光徑為1 cm之貯液管。

操作前應注意儀器之刻度指示是否正確，必要時校正之。分光光度計之波長可用石英汞弧燈或玻璃汞弧燈波長239.95 nm、253.65 nm、302.15 nm、313.16 nm、334.15 nm、365.48 nm、406.66 nm、435.83 nm、546.10 nm及氫放電管波長486.13 nm、656.28 nm或重氫放電管波長486.02 nm及656.10 nm之光線校正之吸光度或透射率刻度表可取標準試藥重鉻酸鉀溶於0.01 N硫酸調配為0.006% (w/v)溶液作校正之用。此溶液之$E^{1\%}_{1cm}$於波長235 nm (最小)、257 nm (最大)、313 nm (最小)及350 nm (最大)分別為125.2、145.6、48.9及107.0。

14. 費氏水分測定法

本法係應用費氏試劑滴定檢品中所含之水分，費氏試劑用碘、二氧化硫、吡啶及甲醇所組成，其滴定之反應如下：

$$H_2O + I_2 + SO_2 + 3C_5H_5N \rightarrow 2\,(C_5H_5N^+H)\,I^- + C_5H_5N \cdot SO_3$$

$$C_5H_5N \cdot SO_3 + CH_3OH \rightarrow (C_5H_5N^+H)O^- \cdot SO_2 \cdot OCH_3$$

裝置：

本法常用之裝置，包括250 mL三角瓶、攪拌器、定電壓定電流滴定裝置及二支自動滴定管。

費氏試劑對水之作用極為靈敏，故測定時全部裝置必須與空氣中之濕氣隔絕。裝置內部之氣體須先通過乾燥劑如矽膠或無水氯化鈣等以除去濕氣，避免影響測定結果。

費氏試劑之製備：

取配製費氏試劑用之甲醇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，然後測定其力價。本試劑每mL約相當5 mg之水，因其力價貯久而逐漸降低，故使用前1小時內，應再行標定。費氏試劑應置於緊密阻光容器內，於冷暗處貯之。

力價測定法

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。

(1)若欲測微量之水分(1%以下)時，可用酒石酸鈉測定費氏試劑之力價。此時迅即加以精確稱定之酒石酸鈉($Na_2C_4H_4O_6 \cdot 2H_2O$) 150-350 mg，再滴定至終點，則試劑每mL之水分相當量F，可由下式求得之：

$$F = 0.1566 \times \frac{W}{V}$$

F：試劑每mL之水分相當量之mg數

W：酒石酸鈉之mg數

V：滴定酒酸鈉時所消耗試劑之mL數

(2)若欲精密測量較多量之水分(1%以上)時，則以蒸餾水測定費氏試劑之力價。此時迅即以精稱定之蒸餾水25～250 mg，再滴定至終點，則試劑每mL之水分相當F，可由下式求得之：

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

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

標準水甲醇溶液之調製：

精確量取20～25℃之水2.0 mL，置於乾燥之1000 mL容量瓶中，以費氏試劑用之甲醇稀釋至1000 mL，並用按(1)法已知力價之費氏試劑測其力價，保留足量之甲醇，備供空白試驗之用。

測定法：

如檢品為無色物質，則滴定至終點時，其色即由棕黃變為琥珀色，可由視覺法判定其終點。如檢品為有色物質或滴定終點不明顯時，則需以電位法判定其終點。其裝置主要係由檢品溶液中之一對白金電極、可變電壓之直流電源及微安培所構成。滴定終點時由兩電極間施以適當之電位差，使電流約為5至10微安培，滴定終電時，稍微過量之試劑即可使電流迅速增加為50至150微安培，且維持達30秒以上。若使用直接滴定法反應因難或太慢時，可改用逆滴定法，即加過量之費氏試劑，以標準水甲醇溶液滴定，當到達滴定終點時，微安培表之指針急速返回原位。通常逆滴定法多採用電位法測定其終點。

(1)直接滴定法：

除另有規定外，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，然後精確稱取含水10～50 mg之檢品，迅即移置滴定瓶中，一面激烈搖動，一面以費氏試劑滴定之，則檢品所含水分可按照下式求得。

$$M = S \times F$$

M：檢器所含水分之mg數

S：滴定檢品時所消耗費氏試劑之mL數

F：試劑每mL之水分相當量之mg數

(2)逆滴定法：

除另有規定外，取費氏試劑用之甲醇35～40 mL，置乾燥滴定瓶中，加過量之費氏試劑，激烈搖動，用標準水甲醇溶液滴定至終點，所消耗之mL數無記錄，然後精確稱取含水10～50 mg之檢品，迅速移至滴定瓶中，加過量之費氏試劑，一面激烈搖動，一面以標準水甲醇溶滴定之，則檢品所含水分可按照下式求得。

$$M = (S' \times F) - (T \times F')$$

M：檢品所含水分之mg數

S'：費氏試劑之mL數

F：試劑每mL之水分相當量之mg數

T：滴定檢品時所消耗標準水甲醇溶液之mL數

F'：標準水甲醇溶液每mL之水分相當量之mg數

15. 鐵檢查法：

本法係檢查檢品中所含鐵化合物是否超過其規定之限量，此限量通常以Fe計算，並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鐵含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，取正文規定量之檢品，置於50 mL鈉氏比色管中，加稀硝酸(10%) 6 mL及水10 mL溶解，再加上水使成25 mL，供作檢品溶液。另取正文規定量之鐵標準溶液，置另一鈉氏比色管中，加稀硝酸(10%) 6 mL及水使成25 mL，供作對照溶液。

(2) 檢查法

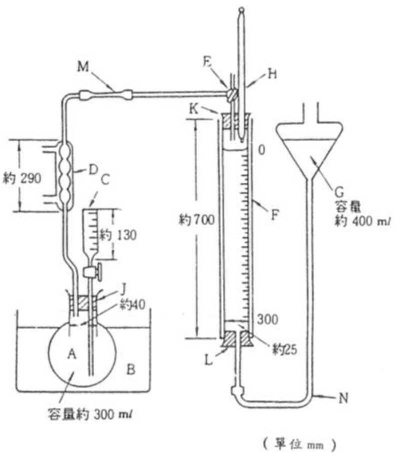
於分置檢品溶液與對照溶液之鈉氏比色管中，分別各加過硫酸銨0.05 g及硫氰酸銨試液(1 N) 5 mL，振盪混合，觀察比較其呈色，檢品溶液所呈之顏色，不得較對照溶液所呈者為深。

16. 氣體發生量測定法：

本法係測定合成膨脹劑所發生氣體量是否符合規定。

此規定通常以檢品2 g，應發生氣體量在70 mL以上。

裝置：如圖所示




A：厚質圓底燒瓶，容量約300 mL。
B：水浴，75℃
C：酸液添加漏斗
D：冷凝管
E：三向玻璃開關
F：氣體量管，容量約300 mL，附有每1 mL刻度
G：水位調節瓶，容量約為400 mL
H：溫度計。
J, K及L：橡皮管。
M及N：橡皮管。

置換溶液：

稱取食鹽約100 g，以水350 mL溶解之，再加入碳酸氫鈉1 g，繼續加入稀鹽酸(10%)，使前述鹼液對甲基橙呈酸性反應為止。此溶液供G及F二處使用。

測定法：

首先將預熱之水100 mL裝入圓底瓶A中，將檢品2 g (二劑式混合膨脹劑時，採取依使用時之混合比率混合之檢品2 g)先以糯米紙包妥，再裹以濾紙後投入，再將橡皮塞蓋緊，並將三向開關E放於常壓位置，使D及F可與大氣相通，調整水位調節瓶之高低，使氣體量管中之水位歸零。打開冷凝管之冷卻水後，將三向開關置於僅D、F相通之位置，即刻將稀鹽酸(10%) 20 mL由漏斗C迅速加入檢液中，時時搖動燒瓶，並於75℃水浴中加熱，當氣體量管之液面往下移時，將水位調節瓶亦往下移。3分鐘後F及G之液面達到平衡時，讀取發生氣體量V (mL)及溫度t℃，並按下式計算標準狀態下發生氣體量Vo (mL)。另作空白試驗，其值v (mL)用來修正發生氣體量V (mL)。

$$Vo\ (mL) = (V - v) \times \frac{P - p}{17.} \times \frac{273}{273 + t}$$

P：測定時之大氣壓(mmHg)
p：t℃時之水蒸氣壓(mmHg)

17. 一般鑑別試驗法：

下列各項試驗法，係供本檢驗法中單純食品添加物鑑別之用，除另有規定外，試料溶液之濃度約為1%，如檢品係屬數種混合物，則除另有規定外，均不適用。

亞硝酸鹽：

(1) 取亞硝酸鹽溶液(1：20)加稀硫酸(1：20)使呈酸性時，發生具有特異臭之黃棕色氣體，繼加硫酸亞鐵結晶少許，則液呈暗棕色。
(2) 取亞硝酸鹽溶液加碘化鉀試液2～3滴，並滴加稀鹽酸(1：3)，則液呈黃棕色，次生成黑紫色沉澱，繼加澱粉試液即呈深藍色。

亞硫酸鹽及亞硫氫鹽：

(1) 取亞硫酸鹽或亞硫酸氫鹽之醋酸酸性溶液(1：20)滴加碘・碘化鉀試液時，試液之色消褪。
(2) 取亞硫酸鹽或亞硫酸氫鹽之醋酸酸性溶液，加等容量稀鹽酸(10%)時發生二氧化硫臭氣，而溶液不起混濁。繼加硫化鈉試液1滴時，即變白濁，並逐漸生成黃色沉澱。

鋁鹽：

(1) 取鋁鹽溶液(1：20)加氨試液，即生白色膠狀沉澱，此沉澱不溶於過量之氨試液中。
(2) 取鋁鹽溶液，加氫氧化鈉試液(1 N)，即生白色膠狀沉澱，此沉澱可溶於過量氫氧化鈉試液(1 N)中。

鋅鹽：

(1) 取鋅鹽之中性或鹼性溶液，加硫化銨或硫化鈉試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於醋酸，但可溶於稀鹽酸(10%)中。
(2) 取鋅鹽溶液，加亞鐵氰化鉀試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)，但可溶於氫氧化鈉試液(1 N)中。

苯甲酸鹽：

(1) 取苯甲酸鹽之中性溶液加氯化鐵試液，即生赭色沉澱。
(2) 取苯甲酸溶液(1：20)加稀鹽酸(10%)使呈酸性，即生結晶性沉澱，取其沉澱，以冷水充分洗滌，乾燥後測定其熔融溫度時，其熔融溫度約為122℃。

銨鹽：

取銨鹽，加氫氧化鈉試液(1 N)，即分解而放出氨之特臭，熱之則分解更快，其放出之氣體能使潤濕之紅色石蕊試紙變藍。

氯化物：

(1) 取氯化物溶液(1：20)加硫酸及過錳酸鉀，加熱，即放出氯之特臭，此氣體能使潤濕之碘化鉀澱粉試紙變藍。
(2) 取氯化物溶液，加消酸銀試液即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀硝酸(10%)，但可溶於微過量之氨試液中。

過氧化物：

(1) 取過氧化物之溶液，加硫酸使呈酸性，再加重鉻酸鉀試液即呈深藍色，用等量醋酸乙酯振搖放置時，醋酸乙酯層即呈藍色。

(2) 取過氧化物之硫酸酸性溶液，滴加過錳酸鉀溶液(1：300)，即起泡並使過錳酸顏色消失。

鉀鹽：

(1) 取鉑絲，用鹽酸濕潤後，蘸以鉀鹽，在無色火焰中燃燒，用藍色鈷玻璃透視，火焰即呈紫堇色。
(2) 取鉀鹽之中性濃溶液，加酒石酸氫鈉試液，則徐徐生成白色結晶性沉澱，可用玻棒攪拌，或摩擦試管內壁或加冰醋酸或乙醇少許，以加速沉澱析出，此沉澱可溶於氨試液或鹼金屬之氫氧化物或其碳酸鹽之溶液中。

鈣鹽：

(1) 取鉑絲，用鹽酸濕潤後，蘸以鈣鹽，在無色火焰中燃燒，火焰即呈瞬即消失之黃紅色。
(2) 取鈣鹽溶液，加草酸銨試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於醋酸，但可溶於鹽酸中。

檸檬酸鹽：

取少量檸檬酸鹽加吡啶．乙酐混合溶液(3：1)數mL，即呈胭脂紅色。

甘油磷酸鹽：

(1) 取甘油磷酸鹽溶液，加氯化鈣試液，煮沸即生沉澱。
(2) 取甘油磷酸鹽之冷溶液，加鉬酸銨試液，不生沉澱，煮沸後即生黃色沉澱。
(3) 取甘油磷酸鹽，加等量之硫酸氫鉀粉末，混合後置試管中，加微熱即放出丙烯醛之刺激性臭。

琥珀酸鹽：

取琥珀酸鹽溶液，調整其pH值至6～7，加氯化鐵試液，即生棕色沉澱。

醋酸鹽：

(1) 取醋酸鹽，加稀硫酸(10%)，加熱即放出醋酸之特臭。
(2) 取醋酸鹽加硫酸及乙醇，加熱即放出乙酸乙酯之特臭。
(3) 取醋酸鹽之中性溶液，加氯化鐵試液，即現深紅色。煮沸，即生紅棕色沉澱，再加鹽酸，沉澱則溶解而成黃色溶液。

水楊酸鹽：

(1) 取水楊酸鹽之中性溶液加氯化鐵試液，即呈紫堇色，但加稀鹽酸(10%)則其色漸變紫色後消失。
(2) 取水楊酸鹽之濃溶液，加稀鹽酸(10%)，即生白色結晶性沉澱，此沉澱之熔融溫度為158～161℃

溴化物：

(1) 取溴化物溶液，滴加氯試液，溴即游離，加氯仿振搖，氯仿層即呈紅棕色。
(2) 取溴化物溶液，加硝酸銀試液，則生黃白色沉澱，此沉澱不溶於硝酸，但在氨試液中微能溶解。

溴酸鹽：

(1) 取溴酸鹽之硝酸酸性溶液，加硝酸銀試液，即生白色結晶性沉澱，加熱時沉澱溶解，再滴加亞硝酸鈉試液即生淡黃色沉澱。

(2) 取溴酸鹽之硝酸酸性溶液，加亞硝酸鈉試液，即呈黃色～紅棕色，加氯仿振搖，氯仿層則呈黃色～紅棕色。

酒石酸鹽：

(1) 取酒石酸鹽之中性溶液，加硝酸銀試液，即生白色沉澱，取沉澱加適量之氨試液使之溶解，加熱後即析出金屬銀，附著於試管內壁，形成銀壁。
(2) 取酒石酸鹽溶液，加醋酸使呈酸性，再加硫酸亞鐵試液1滴，過氧化氫試液數滴及過量之氫氧化鈉試液(1 N)，即呈深紫堇色。
(3) 取少量酒石酸鹽，吡啶．乙酐混合溶液(3：1)數mL，即呈翡翠綠色。

硝酸鹽：

(1) 取硝酸鹽溶液，加等量之硫酸，混合後放冷，小心沿管壁加硫酸亞鐵試液使成二液層，界面即呈暗棕色輪帶。
(2) 取硝酸鹽加硫酸與金屬銅，加熱，即放出黃棕色氣體。
(3) 取硝酸鹽之硫酸酸性溶液，加過錳酸鉀試液，過錳酸鉀之紫色仍不消失(與亞硝酸鹽之區別)。

碳酸鹽：

(1) 取碳酸鹽加稀鹽酸(10%)，即起泡而放出二氧化碳之無色氣體，此氣體通入氫氧化鈣試液中，即生白色沉澱。
(2) 取碳酸鹽溶液，加硫酸鎂溶液(1→10)，即生白色沉澱，此沉澱可溶於稀醋酸(10%)中。
(3) 取碳酸鹽之冷溶液，滴加酚酞試液，則呈石竹紅色(與碳酸氫鹽之區別)。

碳酸氫鹽：

(1) 取碳酸氫鹽加稀鹽酸(10%)，即起泡而放出二氧化碳之無色氣體，此氣體通入氫氧化鈣試液中，即生白色沉澱。
(2) 取碳酸氫鹽溶液，加硫酸鎂溶液(1→10)，於常溫下不生沉澱，但煮沸時即生白色沉澱。
(3) 取碳酸氫鹽之冷溶液，滴加酚酞試液，則不呈色或僅微呈石竹紅色(與碳酸鹽之區別)。

硫氰酸鹽：

(1) 取硫氰酸鹽溶液，加過量之硝酸銀試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於稀硝酸(10%)，但可溶於氨水中。
(2) 取硫氰酸鹽溶液，加氯化鐵試液，即現紅色，再加鹽酸，紅色仍不消褪。

硫代硫酸鹽：

(1) 取硫代硫酸鹽溶液，加鹽酸即生白色沉澱，迅即變為黃色，並放出二氧化硫之特臭。
(2) 取硫代硫酸鹽溶液，加過量之硝酸銀試液，即生白色沉澱。放置則沉澱變為黑色。

亞鐵鹽：

(1) 取亞鐵鹽溶液，加鐵氰化鉀試液，即生暗藍色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)中，再加氫氧化鈉試液(1 N)，則沉澱分解。
(2) 取亞鐵鹽溶液加氫氧化鈉試液(1 N)，即生淡綠色沉澱，振盪後顏色隨即轉變為綠色，再變為褐色。

鐵鹽：

(1) 取鐵鹽之酸性試液，加亞鐵氰化鉀試液，即生暗藍色沉澱，再加過量氫氧化鈉試液(1 N)，生成紅褐色沉澱。

(2) 取鐵鹽溶液，加硫氰酸銨試液，即呈深紅色，再加稀鹽酸(10%)，顏色仍不消褪。

鐵：

取鐵鹽或亞鐵鹽溶液加硫化銨試液，即生黑色沉澱，此沉澱可溶於冷稀鹽酸(10%)中，並釋出二氧化硫。

銅鹽：

(1) 取銅鹽溶液，通以硫化氫，即生棕黑色沉澱，此沉澱不溶於稀鹽酸(10%)或氫氧化鈉試液(1 N)，但遇熱稀硝酸(10%)，則分解而溶解。
(2) 取銅鹽溶液，加少量氨試液，即生藍綠色沉澱，再加過量之氨試液，沉澱即溶解而成深藍色溶液。
(3) 取銅鹽溶液，加亞鐵氰化鉀試液，即生紅色沉澱，此沉澱不溶於稀醋酸(10%)，但可溶於氨試液而成深藍色溶液。
(4) 取銅鹽溶液，加鹽酸使呈酸性，將磨成光亮之鐵片浸入，鐵片上即生成紅色之銅膜。

鈉鹽：

(1) 取鉑絲用鹽酸潤濕後，蘸以鈉鹽，在無色火焰中燃燒之，火焰即呈顯著之黃色。
(2) 取鈉鹽0.1 g，溶於水2 mL中，加碳酸鉀溶液(15%) 2 mL，加熱至沸騰，不生沉澱，再加焦銻酸鉀試液4 mL，加熱至沸騰後，以冰水冷卻，即生濃密沉澱，必要時可輔以玻棒摩擦試管內壁。

乳酸鹽：

取乳酸鹽溶液，加硫酸使呈酸性，再加過錳鉀試液，加熱，即放出乙醛氣體，此氣體能使預先以新鮮配製之20%嗎啡啉(morpholine)溶液：亞硝基鐵氰化鈉試液(1:1, v/v)混合溶液濕潤之濾紙呈藍色。

鎂鹽：

鎂鹽溶液在氯化銨試液存在時，加碳酸銨試液不生沉澱，但再加磷酸鈉試液，則生白色結晶性沉澱，且此沉澱不溶於氨試液中。

硫酸鹽：

(1) 取硫酸鹽溶液，加氯化鋇試液，即生白色沉澱，此沉澱不溶於鹽酸或硝酸。
(2) 取硫酸鹽溶液，加醋酸鉛試液，即生白色沉澱，此沉澱可溶於醋酸銨試液中。
(3) 取硫酸鹽溶液加鹽酸，不生沉澱(與硫代硫酸鹽之區別)。

磷酸鹽(正磷酸鹽)：

(1) 取磷酸鹽之中性溶液，加硝酸銀試液(0.1 N)，即生淡黃色沉澱，此沉澱可溶於稀硝酸(10%)或氨試液中。
(2) 取磷酸鹽之中性溶液，加稀硝酸(10%)與鉬酸銨試液，加熱即生黃色沉澱，此沉澱可溶於氨試液中。

18. 煤焦色素試驗法：

(1) 水不溶物：

先將坩鍋型玻璃過濾器(1G4)於135℃乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。取檢品約2 g，精確稱定，加熱水200 mL充分振搖混合後放冷，不溶物濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，水洗至洗液呈無色為止。玻璃過濾器於135℃乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。

(2) 氯化物及硫酸鹽：

精確稱取檢品約2 g，溶於水約100 mL中，加活性碳10 g振搖混合，靜靜煮沸3分鐘，放冷。加稀硝酸(1→2) 1 mL，充分振搖混合後，加水使成200 mL。用乾燥濾紙過濾，所得無色濾液，所得無色濾液，作為檢品溶液。若活性碳品質低劣，至濾液非無色時，須更換活性碳重新操作。

①氯化物：

精確量取檢品溶液50 mL加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL (氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。

$$\text{NaCl量} = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200 - b}{50} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數

$a_0$：空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數

b：調至檢品溶液時所用活性碳之容積(mL)，係指取同批同重量之活性碳置於量筒中加一定量水，所測得活性碳佔有容積之mL數

②硫酸鹽：

精確量取檢品溶液25 mL，加酚酞試液1滴，以氫氧化鈉溶液(1→500)滴加至液呈紅色，復以稀鹽酸(1→500)滴至紅色消失。次加無水酒精25 mL搖勻，再加四羥基醌二鈉·氯化鉀混合試藥0.4 g溶解，持續振搖混合下以氯化鋇標準溶液滴定至液呈紫紅色，如終點不易觀察時，可由測方以燈光照射觀察，另作一空白試驗校正之。

$$Na_2SO_4\text{量} = \frac{(a - a_0) \times k}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{200 - b}{25} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗氯化鋇標準溶液之mL數。

$a_0$：空白試驗所消耗氯化鋇標準溶液之mL數。

k：氯化鋇標準溶液1 mL相當於硫酸鈉($Na_2SO_2$)之g數。

b：調製檢品溶液所用活性碳之容積(mL)，係指取同批同重量之活性碳置於量筒中加一定量水，所測得活性碳佔有容積之mL數。

(3) 砷：

取檢品0.5 g置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加硝酸鎂·乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450～550℃徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450～550℃強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之。

(4) 重金屬：

除另有規定外，取檢品2.5 g置白金、石英或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450～550℃強熱熾灼3小時後，放冷。加鹽酸3 mL攪拌混合，再加水7 mL搖勻，以定量分析用濾紙過濾。濾紙上之殘留物以稀鹽酸(1→4) 5mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。

①鐵：

除另有規定外，精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 m及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，加鐵標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管。

測定波長：248.3 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔。

②鉻：

除另有規定外，精確量取檢品溶液1.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鉻檢液。另精確量取空白試液1.0 mL，加鉻標準溶液10 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鉻中空陰極射線管。

測定波長：357.9 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔。

③鋅：

除另有規定外，精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鋅檢液，另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管。

測定波長：213.9 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔或氫氣。

④錳：

除另有規定外，精確量取檢品溶液20 mL，加稀酸鹽(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為錳檢液，另精確量取空白試液20 mL，加錳標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得者為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：錳中空陰極射線管。

測定波長：279.5 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔。

⑤其他重金屬：

量取檢品溶液20 mL置50 mL納氏管中，加酚酞試液1滴，以氨試液滴加至液呈紅色，再加稀醋酸(1→4) 2 mL，必要時過濾，水洗，並加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL至另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，酚酞試液1滴，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘，然後將兩管並立白紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。

(5) 其他色素：

①取檢品0.10 g加水溶解使成100 mL，供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μL，用正丁醇：1%氨水：無水酒精(6：3：2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。

②以下同①法，但展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1：1)，進行濾紙層析操作。

③取檢品0.30 g，加水溶解使成100 mL，供作檢品溶液。以下同①法，但展開溶媒改用丙酮：乙酸異戊酯：異戊醇：水：丙酸(20：13：5：5：2)，以上昇法展開至30公分，進行濾紙層析分析。

④取檢品0.1 g，加水溶解使成200 mL，供作檢品溶液。以下準用①法進行濾紙層析分析。

(6) 含量測定法：

①三氯化鈦法：

A. 精確量取正文規定量之檢品溶液，置於500 mL廣口三角燒瓶中，加檸檬酸鈉15 g及水至約200 mL，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定。終點為檢品之固有色消褪時。

B. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。

C. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。

D. 同A法，但檸檬酸鈉改用酒石酸鈉20 g，終點為檢品之固有色消褪轉呈橙色時。

②重量法：

先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135℃乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。

精確量取正文規定之檢品溶液，置500 mL燒杯中，煮沸後加稀鹽酸(1→50) 25 mL再煮沸。燒杯內壁以水約5 mL洗之，蓋上錶玻璃，於水浴上加熱約5小時後，放冷，沉澱物濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，先以每次10 mL之稀鹽酸(1→200)洗滌三次，再以每次約10 mL之水洗滌兩次，將沉澱物連同玻璃過濾器於135℃乾燥3小時後，移入乾燥器中放冷，精確稱定。

19. 煤焦色素鋁麗基試驗法：

(1) 鹽酸及氨水不溶物：

先將坩堝型玻璃過濾器(1G4)於135℃乾燥30分鐘，置乾燥器中放冷，精確稱定。精確稱取檢品約2 g，加水20 mL混合後，加鹽酸20 mL充分攪勻，再加熱水300 mL充分振搖混合。蓋上錶玻璃，於水浴上加熱30分鐘後，放冷，上清液先濾入已知重量之前述玻璃過濾器中，不溶物再用水約300 mL移入過濾器，以每次5 mL之水洗滌二次，再以1 %氨水洗至洗液殆無色為止。繼以稀鹽酸(1→35) 10 mL洗滌，再以水洗至洗液滴加硝酸銀試液不再呈白濁反應為止。玻璃過濾器於135℃乾燥3小時，置乾燥器中放冷，精確稱定。

(2) 水溶性氯化物及水溶性硫酸鹽：

取檢品約10 g，精確稱定，置於400 mL燒杯中，精確加入水250 mL，攪拌以濕潤檢品，並偶爾攪拌30分鐘後，過濾，取濾液供作檢品溶液。

①氯化物：

精確量取檢品溶液50 mL，加稀硝酸(1→2) 2 mL、0.1 N硝酸銀液10.0 mL (氯化物含量多時，須酌量增加)及硝基苯5 mL振搖混合，以硫酸鐵銨試液1 mL為指示劑，用0.1 N硫氰酸銨液滴定過量之硝酸銀。另作一空白試驗校正之。

$$\mathrm{NaCl}\ (\%) = \frac{(a_0 - a) \times 0.00584}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{250}{50} \times 100$$

a ：檢品溶液所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數

$a_0$：空白試驗所消耗0.1 N硫氰酸銨液之mL數

②硫酸鹽：

精確量取檢品溶液50 mL，以水稀釋至300 mL，加入過量鹽酸1 mL使其酸化。將此溶液加熱至沸騰並於攪拌下逐滴加入過量0.25 N氯化鋇溶液，於加熱板上靜置4小時或於室溫下放至隔夜。將混合物加熱至約80℃並使沉澱物沉降，過濾出硫酸鋇沉澱物，以熱水洗淨，並於已知重量之坩堝中乾燥至恆重(a)。另作一空白試驗校正之($a_0$)。

$$Na_2SO_4\ (\%) = \frac{(a - a_0) \times 0.6086}{\text{檢品取量(g)}} \times \frac{250}{50} \times 100$$

a ：檢品溶液所產生硫酸鋇沉澱物之重量(g)

$a_0$：空白試驗所產生硫酸鋇沉澱物之重量(g)

(3) 砷：

取檢品0.25 g，置白金、石英或瓷製坩堝中，加硝酸鎂．乙醇溶液(1→50) 10 mL，將乙醇點火燃燒完全後，於450～550℃徐徐加熱灰化，如仍有碳化物殘存時，以少量硝酸潤濕，再於450～550℃強熱灰化。冷後，殘渣加鹽酸3 mL，必要時再加水約10 mL，於水浴上加溫溶解，作為檢品溶液。另取砷標準溶液1.0 mL，與檢品同法操作，作為對照液；檢品溶液與對照液按照砷檢查法(附錄A-8)檢查之，但酸性氯化亞錫試液改用10 mL，無砷鋅粉改用4 g。

(4) 重金屬：

取檢品2.5 g，置白金製、石英製或瓷製坩堝中，加少量硫酸潤濕，徐徐加熱至完全灰化後，放冷，再加硫酸1 mL，徐徐加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450～550℃強熱熾灼3小時後，放冷，加鹽酸5 mL及硝酸1 mL，將殘渣充分溶解，放冷，以定量分析用濾紙過濾，容器及濾紙上之殘留誤以稀鹽酸(1→4) 5 mL及水5 mL洗滌，合併洗液與濾液，並加水使成50 mL，作為檢品溶液。另以不含檢品按照同法操作，作為空白試液。

①鐵：

精確量取檢品溶液2.0 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL，作為鐵檢液。另精確量取空白試液2.0 mL，加鐵標準溶液5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管。

測定波長：248.3 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔。

②鋅：

精確量取檢品溶液2.5 mL，加稀鹽酸(1→4) 10 mL及適量水使成50 mL作為鋅檢液。另精確量取空白試液2.5 mL，加鋅標準溶液2.5 mL及稀鹽酸(1→4) 10 mL，再加水使成50 mL，作為對照液。就檢液與對照液參照下列原子吸光分析測定條件分別測定其吸光度。檢液所得吸光度不得較對照液所得為大。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管。

測定波長：213.9 nm。

助然性氣體：空氣。

可然性氣體：乙炔或氫氣。

③其他重金屬：

量取檢品溶液20 mL，置50 mL納氏管中，以醋酸銨溶液(1→10)調整其pH值至約4後，再加水使成50 mL，作為其他重金屬檢液。另量取空白試液20 mL，置另一50 mL納氏管中，加鉛標準溶液2.0 mL，以下按檢液同法操作，作為對照液。就檢液與對照液分別滴加硫化鈉試液2滴振搖混合，放置5分鐘。然後將兩管並立紙上，由管口向下檢視比較之，檢液之色不得較對照液之色為深。

(5) 鋇：

精確稱取檢品約1 g，置白金製坩堝中，加少量硫酸潤濕，用小火熾灼至充分碳化，放冷，再加硫酸1 mL，小心加熱至不再生白煙，移入灰化爐中以450～550℃強熱熾灼3小時。冷後，加無水碳酸鈉5 g充分混合，加蓋並加熱至熔融。繼續加熱10分鐘。冷後，加水20 mL，於水浴上加熱使熔融物溶解。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水洗至洗液不再呈硫酸鹽反應，濾紙及殘留物一併移入燒杯中，加稀鹽酸(1→4) 30 mL，充分振搖混合後煮沸。冷後，過濾，濾紙上之殘留物以水10 mL洗滌，合併洗液與濾液，於水浴上蒸發乾涸。殘留物加水5 mL溶解，必要時過濾，再加水使成10 mL，加稀鹽酸(1→4) 0.1 mL，充分混合後，再加稀硫酸(1→20) 1 mL混合，放置10分鐘時不得混濁。

(6) 其他色素：

①取相當於含色素酸0.10 g之檢品，加稀醋酸(1→3) 60 mL，加熱至沸騰後，放冷，加丙酮至100 mL，充分混合，取上清液供作檢品溶液。量取檢品溶液2 μL，用正丁醇：1%氨水：無水酒精(6：3：2)為展開溶媒，以上昇法展開至15公分，進行濾紙層析分析。層析圖譜上應為單一斑點而不得檢出其他斑點。

②準用①法，但稀醋酸(1→3)改用1%氨水，而展開溶媒改用25%乙醇：5%氨水(1：1)，進行濾紙層析操作。

③取相當於含色素酸50 mg之檢品，以下準用①法。

④準用①法，但稀醋酸(1→3)改用稀醋酸(1→20)。

(7) 含量測定法：

①精確稱取正文規定量之檢品，置於500 mL廣口瓶中，加稀硫酸(1→20) 20mL，充分振搖混合後，加熱水50 mL，並加熱溶解。再加熱水150 mL及檸檬酸鈉15 g，將二氧化碳通入此液，並同時激烈煮沸下用0.1 N三氯化鈦液滴定，終點為檢品之固有色消褪時。

②準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g。

③準①用法，但檸檬酸鈉改用酒石酸氫鈉15 g，另指示劑用亮綠SF淡黃(Light Green SF Yellowish, $C_{37}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$)溶液(1→1000) 10 mL，並作一空白試驗校正之。

20. 鈣鹽定量法：

本法係採用乙烯二胺四醋酸二鈉(EDTA)定量鈣含量之方法，分為以EDTA之直接滴定法(第I法)及加過量之EDTA後用醋酸鋅之逆滴定法(第II法)。除另有規定外，依照下列任一方法進行操作。

第I法：

精確量取正文規定之檢品溶液10 mL加水50 mL、氫氧化鉀溶液(1→10) 10 mL，放置約1分鐘後，以NN試藥約0.1 g為指示劑，立即用0.05 M乙烯二胺四醋酸二鈉液滴定至紅紫色完全消失變成青色為止。

第II法：

精確量取正文規定之檢品溶液20 mL，加0.02 M乙烯二胺四醋酸二鈉液25.0 mL，再加水50 mL及氨·氯化銨緩衝液(pH 10.7) 5 mL，放置約1分鐘後，以愛麗黑T試液2滴為指示劑，立即用0.02 M醋酸鋅液滴定過量之乙烯二胺四醋酸二鈉，至青色變成紅紫色為止，另作一空白試驗予以校正。

21. 油脂類試驗法

(1) 酸價測定法

酸價為中和檢品1 g所需氫氧化鉀之mg數。

第I法：

除另有規定外，取正文規定量之檢品，加乙醇與乙醚等容混合液50 mL，必要時加溫溶解，供作檢品溶液。冷後加酚酞試液1 mL為指示劑，用0.1 N酒精性氫氧化鉀液滴定至液呈淡紅色持續30秒鐘為止，另作一空白試驗校正之。根據滴定結果按下式計算其酸價。

$$酸價 = \frac{0.1\ N酒精性氫氧化鉀液之消耗量(mL) \times 5.611}{檢品之採取量(g)}$$

第II法

異丙醇與甲苯之等容混合液125 mL，加1%酚酞異丙醇溶液2 mL，以鹼中和至持續呈淡粉紅色。依下表取適量混合均勻之液狀檢品，精確稱定，加中和之混合液，必要時加溫溶解。以0.1 N氫氧化鉀液滴定並充分振搖至呈持續之淡粉紅色。由下式計算其酸價。

$$酸價 = \frac{0.1\ N氫氧化鉀液之消耗量(mL) \times 5.611}{檢品之採取量(g)}$$

| 酸價 | 檢品之採取量(g) |
|---|---|
| 0～1 | 20 |
| 1～4 | 10 |
| 4～15 | 2.5 |
| 15～75 | 0.5 |
| 75以上 | 0.1 |

(2) 皂化價測定法

皂化價為中和及皂化檢品1 g中之游離酸及酯所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，取檢品約1 g，精確稱定，置三角燒瓶中，加乙醇40 mL，必要時加溫溶解，精確加0.5 N酒精性氫氧化鉀液20 mL，接裝回流冷凝器，置水浴中時時搖混加熱30分鐘。冷後，加酚酞試液1 mL，即用0.5 N鹽酸液滴定過量之氫氧化鉀。另作一空白試驗校正之。根據滴定結果按下式計算其皂化價。

$$皂化價 = \frac{(a - b) \times 28.05}{檢品之採取量(g)}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

b：檢品所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(3) 酯價測定法：

酯價係指皂化檢品1 g中酯所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，測定皂化價及酸價，按下式求得酯價。

酯價 = 皂化價－酸價

(4) 羥基價測定法

羥基價為依下述條件將檢品1 g乙醯化時，與羥基結合之醋酸中和所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，取檢品約1 g，精確稱定，移入長頸圓底燒瓶中，精確加無水醋酸·吡啶試液5 mL，瓶口以小漏斗覆蓋，浸入油浴中，於95～100℃加熱乙醯化1小時。冷後，加水1 mL充分搖混後，再置油浴中加熱10分鐘，冷後，將漏斗及燒瓶頸部附著物以中和乙醇5 mL洗入，加酚酞試液1 mL，用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定，另作一空白試驗校正之。根據滴定結果，按下式計算其羥基價。

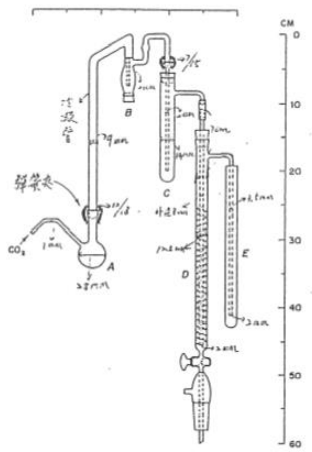
$$\text{羥基價} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{檢品之採取量(g)}} + \text{酸價}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

b：檢品所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

(5) 氧乙烯含量測定法

裝置：如圖所示



圓底燒瓶A：具$CO_2$之毛細管入口，以冷凝管與B相連。

收集管B：含紅磷水懸浮液。

收集管C：含硝酸銀溶液以吸收碘乙烷。

收集管D：具1.75 mm螺旋鈕(23轉，上升8.5 mm/轉)，且提供溴．溴化物溶液與釋出之乙烯較長的接觸。長而尖細之接收器與開關可將溴．溴化物溶液移至滴定三角瓶中而不致漏失。

收集管E：含碘化鉀溶液，以接收被$CO_2$趕出之溴。

硝酸銀溶液之調製：

取硝酸銀15 g，溶於50 mL之水中，家乙醇400 mL及硝酸數滴，混勻。

測定法：

取紅磷60 mg，加水100 mL使成懸浮液，置於收集管B中，使其量足以覆蓋插入管。精確量取硝酸銀溶液10 mL，置於收集管C，另取溴．溴化物溶液15 mL，置於收管D中，碘化鉀溶液(1→10) 10 mL置於收集管E。取本品精確稱定，置於圓燒瓶A中，加入氫碘酸10 mL與少許沸石，接上冷凝管，通$CO_2$氣體，流速為每秒產生一個氣泡。燒瓶置於油浴中，保持140～145℃至少40分鐘，持續加熱至冷凝管迴流霧狀呈透明且收集管C之上層液幾乎完全澄清。於此反應終止前5分鐘時，收集管C於50～60℃水浴中加熱，以逐出溶入之烯類。在分解完成時，小心依序移去收集管C及D，再移去$CO_2$供源及油浴。連接收集管D於內置有水150 mL及碘化鉀溶液(1→10) 10 mL之500 mL碘瓶

中。將收集管D內之溴・溴化物溶液移入碘瓶中，以水數mL潤洗收集管及螺旋鈕，將收集管E中之碘化鉀溶液移入碘瓶中，以水數mL潤濕側臂與收集管，碘瓶加蓋靜置5分鐘，加稀硫酸試液5 mL及指示劑澱粉試液2 mL，立即以0.05 N硫代硫酸鈉液滴定之。另作一空白試驗校正之。依下式計算氧乙烯之含量。

$$\text{氧乙烯含量(\%)} = \frac{(B - S) \times N \times 2.203}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

B：空白試驗所消耗0.05 N硫代硫酸鈉液之mL數
S：檢品所消耗0.05 N硫代硫酸鈉液之mL數
N：硫代硫酸鈉液之當量
2.203：氧乙烯之當量係數

(6) 游離脂肪酸測定法

除另有規定外，依下表所示採取檢品，精確稱定，置入250 mL三角瓶中。另取酚酞試液2 mL加入下表所示熱酒精中，滴加鹼液中和至持續淡粉紅色，將此酒精溶液加入置有檢品之三角瓶中，以下表所示之氫氧化鈉液滴定之，激烈振搖，至呈現與原中和酒精相同深度之淡粉紅色，並持續30秒為止，根據滴定結果按下式計算其含量。

游離脂肪酸(FFA)含量(%)

$$= \frac{\text{氫氧化鈉液消耗量(mL)} \times \text{氫氧化鈉液當量} \times \text{正文規定之係數}}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

| 游離脂肪酸含量範圍<br>(%) | 檢品之採取量<br>(g) | 酒精量<br>(mL) | 氫氧化鈉液濃度<br>(N) |
|---|---|---|---|
| 0.00～0.2 | 56.4 ± 0.2 | 50 | 0.1 |
| 0.2～1.0 | 28.2 ± 0.2 | 50 | 0.1 |
| 1.0～30.0 | 7.05 ± 0.05 | 75 | 0.25 |
| 30.0～50.0 | 7.05 ± 0.05 | 100 | 0.25～1.0 |
| 50.0～100 | 3.525 ± 0.001 | 100 | 1.0 |

(7) 碘價測定法(Wijs法)

本法係測定檢品之不飽和程度，依下述條件測定100 g檢品所能吸收之碘g數。

①Wijs溶液之調製：

取再昇華碘13 g溶於冰醋酸1000 mL中，取此溶液10.0 mL置於250 mL燒瓶中，加碘化鉀試液20 mL及水100 mL，以0.1 N硫代硫酸鈉液滴液定之，於接近滴定終點時加入澱粉指示劑，繼續滴定至藍色完全消失為止，消耗之滴定量為A mL。取碘・醋酸溶液100 mL置於一旁，於剩餘之碘・醋酸溶液中通入經硫酸洗淨乾燥之氯氣，直到取出10 mL以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定時，會有一特殊之顏色反應產生。

Wijs溶液之另一調製法：

取氯化碘16.5 g溶於冰醋酸100 mL，貯於褐色瓶中，並以石蠟紙封好備用，且須於30天內使用。

總鹵素含量：

取Wijs溶液10.0 mL於含新煮沸冷卻之水150 mL及碘化鉀試液15 mL之250 mL燒瓶中，立刻以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定之，消耗之滴定量為B mL。

鹵素(I/Cl)比值：A/(B-A) [A：碘．醋酸溶液10 mL之0.1 N硫代硫酸鈉液滴定量(mL)；B：Wijs溶液10 mL之0.1 N硫代硫酸鈉液滴定量(mL)]，其值應為1.0～1.2。若其值不在此範圍內時，可加入原來之碘．醋酸溶液或通入更多氯氣來調整之。

②測定法：

取正文規定碘價除以25所得 g數之檢品，若有需要，熔解並以乾燥之濾紙過濾之。將精確稱定之檢品置入含冰醋酸：環己烷(1：1, v/v) 20 mL之乾淨有玻璃蓋之500 mL燒瓶或三角瓶中，加入Wijs溶液25.0 mL，攪拌後置於暗處30分鐘。加碘化鉀試液20 mL及新煮沸冷卻之水100 mL，以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定過量之碘，於滴定時應緩慢並持續振搖直至黃色幾乎消失時，加入澱粉試液，繼續滴定至藍色完全消失，接近終點時應蓋上瓶蓋大力振搖，使瓶內碘能完全釋出。於同樣溫度下操作空白試驗，並依下式計算出碘價。

$$\text{碘價} = \frac{(a - a_0) \times 12.69 \times \text{硫代硫酸鈉液之當量}}{\text{檢品取量(g)}}$$

a：空白試驗所消耗0.1 N硫代硫酸鈉液之mL數

$a_0$：檢品溶液所消耗0.1 N硫代硫酸鈉液之mL數

(8) 非皂化物測定法

本法係測定可溶於一般油溶性溶劑卻不被鹼性氫氧化物皂化之物質。

測定法：

取檢品5.0 g，精確稱定，置於250 mL燒瓶中，加氫氧化鉀．乙醇溶液(2→40)，上置冷凝管，溫和迴流加熱煮沸1小時或直至皂化完全後，倒入量筒(長度約30 cm，直徑約3.5 cm且附蓋，並標有40、80及130 mL刻度)，以酒精洗燒瓶，洗液併入量筒至40 mL，續以溫水及冷水至80 mL，最後以少量石油醚洗滌，並併入量筒內，待量筒內之溶液冷卻至室溫，再加石油醚50 mL。

量筒蓋上蓋子，劇烈振搖至少1分鐘，待兩層澄清，儘可能吸取上層液移至500 mL分液漏斗，再各以50 mL石油醚萃取6次(每次均劇烈振搖)，吸取並收集石油醚萃取液於分液漏斗中，再每次以25 mL之10%乙醇洗至洗液呈中性(酚酞指示劑)並去除洗液。將石油醚萃取液倒入已稱重過之燒杯，另以乙醚10 mL潤洗分液漏斗並倒入燒杯中，於蒸氣浴上揮發至乾，並乾燥殘留物至恆量，最好在不超過200 mmHg下75～80℃或在100℃下乾燥30分鐘，置於乾燥器冷卻並稱重(A)。

殘留物中脂肪酸之定量(B)：以溫的乙醇(預先以酚酞當指示劑，氫氧化鈉滴定至淡粉紅色) 50 mL溶解殘留物，以0.02 N氫氧化鈉液滴定至呈現中和時相同之淡粉紅色，每mL之0.02 N氫氧化鈉液相當於5.659 mg之脂肪酸(以oleic acid計)。

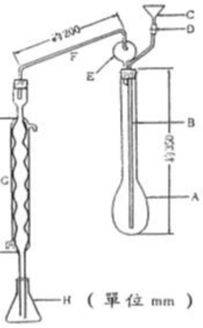
$$\text{非皂化物}(\%) = \frac{(A - B)}{\text{檢品之採取量(g)}} \times 100(\%)$$

22. 氮測定法

下列二法均屬凱氏(Kjeldahl)法，用於有機物中氮含量之測定。

第I法：

裝置：如圖。全部採用硬質玻璃，瓶口等連接部份用磨砂玻璃接口亦可。




A：凱氏分解燒瓶(容量約300 mL)。
B：玻璃管。
C：注入鹼液用漏斗。
D：附管鋏之橡皮管。
E：蒸餾滯氣球。
F：蒸餾管。
G：冷凝管。
H：接收瓶(容量約300 mL)。

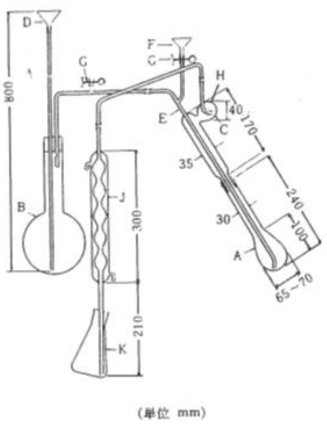
操作法：

精確稱(量)取相當於含氮量約20～30 mg之檢品，置凱氏分解燒瓶A中，加硫酸鉀與硫酸銅(10：1)之混合物粉末5.5 g，用少量之水將附著於瓶口之檢品入洗後，沿燒瓶內壁加入硫酸20 mL，將燒瓶傾斜成45°角，徐徐加熱至殆不再起泡，再提高溫度使沸騰，俟內容液變為藍色透明且瓶內壁已無焦化物質存在後，繼續加熱2小時。冷後，小心加水150 mL，放冷，加沸石數粒，並按圖示裝配之。

精確量取0.1 N硫酸液25 mL置接收瓶H中，加水約50 mL，使冷凝管之G之末端浸沒於此液中。取氫氧化鈉溶液(2→5) 85 mL，經漏斗C徐徐加入，並以少量之水沖洗後，立即將橡皮管D之管鋏關閉。輕搖分解燒瓶使內容物混合後，徐徐加熱，俟開始沸騰後，提高溫度加熱至內容物約三分之二容量餾出為止。冷凝管G末端移離液面後，繼續作短暫之蒸餾，並用少量之水洗入接收瓶中，以溴甲酚綠・甲基紅混合試液3滴為指示劑，用0.1 N硫酸液相當於1.4007 mg之氮(N)。

第II法：

裝置：如圖。全部採用硬質玻璃，瓶口等連接部份用磨砂玻璃接口亦可，惟連接裝置用之橡皮管應先置氫氧化鈉溶液(1→25)中煮沸10～30分鐘，再於水中煮沸30～60分鐘，最後用水充分洗淨後備用。




A：凱氏分解燒瓶。
B：蒸氣發生器(貯水中加硫酸2～3滴，並加沸石數粒以防止突沸)。
C：蒸餾滯氣球。
D：加水用漏斗。
E：蒸餾管。
F：注入鹼液用漏斗。
G：附管鋏之橡皮管。
H：小孔(孔徑略等於玻管之內徑)。
J：冷凝管(末端開口呈斜面)。
K：接收瓶。

操作法：

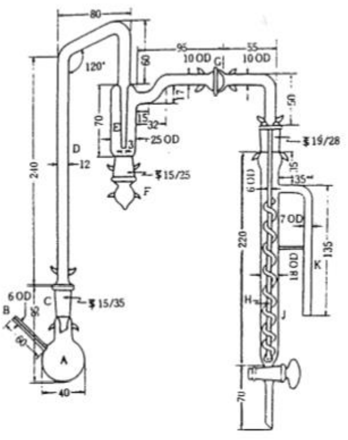
精確稱(量)取相當於含氮量約2～3 mg之檢品，置凱氏分解燒瓶中A中，加硫酸鉀與硫酸銅(10：1)之混合物粉末1 g，用少量之水將附著瓶口之檢品洗入後，沿燒瓶內壁加入硫酸7 mL。然後一面搖動燒瓶，一面沿內壁分數次加入過氧化氫1 mL，將燒瓶傾斜45°角，徐徐加熱至殆不再起泡，再提高溫度使沸騰，俟內容液變為藍色透明且瓶內壁已無焦化物質存在為止。必要時，於冷卻後追加少量之過氧化氫，繼續加熱。冷後，小心加水20 mL，冷卻之。然後將燒瓶與已通蒸氣洗淨之蒸餾裝置連接，接收瓶K內貯硼酸溶液(1→25) 15 mL，溴甲酚綠・甲基紅試液3滴及適量之水，使冷凝管J之末端浸沒於此液中。取氫氧化鈉溶液(2→5) 30 mL，經漏斗F徐徐加入，並以水10 mL小心沖

洗漏斗。立即將橡皮管G用管鋏關閉，隨即進行蒸氣蒸餾，俟餾出液達80～100 mL後，冷凝管末端移離液面後用少量之水沖洗，洗液併入接收瓶中，用0.01 N硫酸液滴定之，另作一空白試驗校正之。每mL之0.01 N硫酸液相當於0.1401 mg之氮(N)。

23. 甲氧基測定法：

本法採檢品與氫碘酸加熱，所得碘代甲烷以溴氧化生成碘酸，再用硫代硫酸鈉液滴定，以定量甲氧基含量之方法。

裝置：如圖所示：



(單位 mm)

A：分解燒瓶。
B：氣體導入管。
C：磨砂連結部。
D：空氣冷卻管。
E：氣體洗淨器。
F：磨砂玻璃栓。
G：球面磨砂連結部。
H：氣體導管。
J：吸收管。
K：排氣管。

洗淨液及吸收液之調製：

洗淨液：取赤磷(Phosphorus, Red) 1 g，加水100 mL使成懸濁液。

吸收液：取醋酸鉀15 g，溶於醋酸：醋酸酐(9：1)混合液150 mL中，取此液145 mL加溴5 mL，臨用時調製。

操作法：

氣體洗淨器E中加入二分之一容量之洗淨液，於吸收管J中加入約20 mL之吸收液。另取相當於含甲氧基($CH_3O$：31.03)的6.5 mg之檢品，精確稱定，移入分解燒瓶A中，次加沸石及氫碘酸約6 mL，A之磨砂連結部C以氫碘酸1滴潤濕後，連接空氣冷卻管D，以適量矽油將球面磨砂連接部G密接，使裝置組合。由氣體導入管B通入氮氣或二氧化碳，並調節至每秒通過兩個氣泡之速率為度。將A瓶置於150℃油浴中(浴溫加熱於20～30分鐘後達到150℃)繼續煮沸60分鐘，除去油浴，並在連續通氣體下放冷，冷後將連結部G鬆開，將J管內容物倒入預置醋酸鈉溶液(1→5) 10 mL之500 mL共栓三燒瓶中，吸收管以水洗滌，洗液併入三角燒瓶中，再加水使成約200 mL。逐滴加入甲酸並轉動之，至溴之外紅棕色消失時，再多加1 mL甲酸，另加碘化鉀3 g及稀硫酸(1→20) 15 mL，栓緊，輕輕搖混後放置5分鐘，以澱粉試液為指示劑，用0.1 N硫代硫酸鈉液滴定游離之碘，另作一空白試驗校正之。每mL之0.1 N硫代硫酸鈉液相當於0.5172 mg之$CH_3O$。

24. 鉛試驗法(原子吸光分光光度法)：除第I、II法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鉛含量。

第I法

本品係檢查檢品中所含鉛是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，移入電器爐以450～550℃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，供作對照溶液。除另有規定外，另取鉛標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，就檢品溶液與對照液，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。

操作條件：

光源燈管：鉛中空陰極射線管。

分析波長：283.3 nm。

助然氣體：空氣。

可燃氣體：乙炔。

第II法：

以下所選擇之試劑均含極低濃度之鉛含量，且均貯藏在矽酸硼材質之玻璃容器內。所有玻璃容器經水洗後浸泡在燒熱的稀硝酸中(1→2)。

(1) 檢品溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取檢品1.0 g於適當的燒瓶中，加硫酸5 mL及少量玻璃珠，於不超過120℃下進行消化直至焦黑開始(硫酸量不能超過10 mL)，小心滴加30%過氧化氫1滴，俟反應完畢後，微熱，撤火，再繼續滴加第2滴。在滴加最初幾滴時，應儘量小心，緩慢，以防反應過劇，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。若混合液有顏色時，則滴加過氧化氫，繼續分解，並逐漸升溫至250～300℃，直至檢品全部分解而釋出大量三氧化硫之白煙且溶液呈無色或淡黃色，放冷，小心加水10 mL，再加熱至冒出大量的煙，放冷，再加少量的水溶解，轉移至分液漏斗，供作檢品溶液。

(2) 試驗法：

除另有規定外，將檢品溶液移入分液漏斗，加檸檬酸銨試液6 mL及羥胺試液2 mL (若檢驗鐵鹽中鉛限量時，則加檸檬酸試液10 mL)，加酚紅試液2滴，再以較強的氨試液滴定至剛呈鹼性(紅色)，放冷或用自來水沖冷，再加氰化鉀試液2 mL，立刻以每次5 mL的二苯硫腙萃取液萃取，直至二苯硫腙溶液維持其綠色，合併二苯硫腙萃取液，加稀硝酸(1→100) 20mL，振搖30秒，去除氯仿層，再加二苯硫腙標準液5.0 mL及銨・氰化鉀試液4 mL，振搖30秒。若有任何二苯硫腙鉛存在，則氯仿層溶液會呈紫色，檢品溶液所呈之色不得較對照溶液按照同法操作所呈者為深。

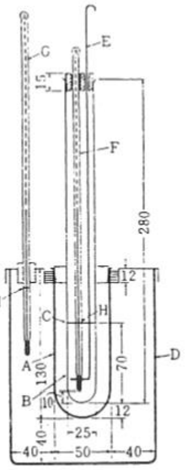
25. 不溶物檢查法：

取一定量之檢品，置燒杯中，如無特殊規定，加熱水100 mL溶解之。燒杯覆以錶面玻璃，置水浴上加熱1小時，如有不溶物則用已知重量之熔砂坩堝或古氏坩堝過濾，殘留物用熱水洗淨，並於105～110℃乾燥後稱定之。

26. 凝固溫度測定法：

凝固溫度按照下述方法測定之。

裝置：如圖所示。




A：玻璃製圓筒(內外壁均勻塗矽油)。
B：檢品容器(硬質玻璃製試管，管之兩壁均勻塗矽油，但與檢品接觸之部份除外，插入A中，以軟木塞固定)。
C：標線。
D：玻璃製或塑膠製冷卻水浴。
E：玻璃製或塑膠製攪拌棒(直徑3 mm，下端為外徑18 mm之環狀者)。
F：附浸線之棒狀溫度計。
G：補助溫度計。
H：浸線。

測定法：

檢品常溫下為固體時，於玻璃製或塑膠製冷卻水浴D中裝滿較檢品凝固溫度低5℃水；檢品常溫下如為液體時，則水浴D之溫度應較檢品之凝固溫度低10～15℃。檢品置入容器B中，液層至標線C。檢品如為固體，先用不超過其凝固點溫度20℃之溫度使之溶解，再置入B中。將B插入玻璃製圓筒A內，將附浸線之溫度計上的浸線H與檢品之凹面對齊。當檢品之溫度冷卻至較其凝固溫度仍高5℃時，將攪拌棒以每分鐘60～80次之速度上下攪動，每隔30秒記錄檢品之溫度，初時溫度徐徐下降，結晶開始析出時，溫度漸趨穩定，或微微上升，則停止攪動。

通常溫度上升後，暫時維持不變，記錄其最高溫度(如圖2)，如溫度不再上升時則記錄暫時靜止之溫度(圖3)，連續四次以上之記錄數值，值差不超過0.2℃時，即以其平均值為檢品之凝固溫度。

又若檢品中不純物含量多時，凝固溫度之曲線不為圖2，而變圖3、圖4或圖5。若曲線為圖4及圖5時，以固相及液相延長線之交點為檢品之凝固溫度，由圖求出凝固溫度，若為圖3時，則準用途2求出凝固溫度。

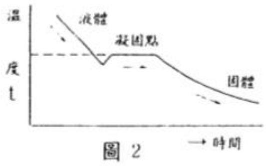


圖 2

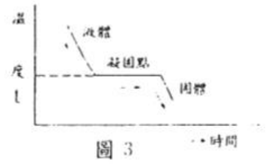


圖 3

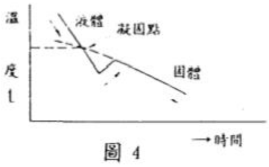


圖 4

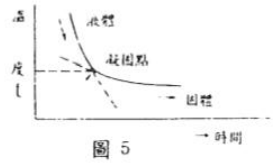


圖 5

註：若溫度較凝固溫度低之狀態時，可摩擦B之內壁，於接近凝固溫度時，投入固體檢品一小片，則有加速凝固之效。

27. 沸騰溫度及蒸餾範圍測定法：

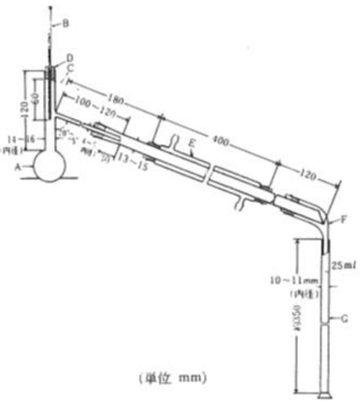
其測定法除另有規定外，按照下述第I法及第II法檢查之。

除另有規定外，沸騰溫度之下限溫度乃是最初第5滴餾出液餾出時之溫度，上限溫度乃是最後1滴液體從蒸餾瓶底蒸發時之溫度。

蒸餾範圍係指於規定之溫度範圍內所蒸餾出之容量。

第I法：本法適用於沸騰溫度之範圍小於5℃之液體。

裝置：如圖所示。



A：硬質玻璃製蒸餾瓶(50～60 mL)
B：附浸線之棒狀溫度計
C：浸線
D：軟木塞
E：冷凝管
F：連接管
G：量筒(25 mL，刻度為0.1 mL)

玻璃器具用時必須乾燥，瓶口插溫度計B，其浸線C至軟木塞D下端，或汞球之上端應位於支管開口處之中央，蒸餾瓶A則與冷凝管E連接，冷凝管E再接上連接管F，連接管F之末端插入接受器量筒內，空氣必須稍微流通。

蒸餾瓶中加沸石或毛細管，用適當之熱源加熱，當直火加熱時，蒸餾瓶A置於石棉板(150 mm × 150 mm，厚6 mm，中央有直徑30 mm之圓孔之石棉板)上加熱。

測定法：

首先以量筒G量取檢品25 mL，置蒸餾瓶A中，量筒G無須洗滌，直接當作接受器。裝妥後，冷凝管E通水，開始加熱蒸餾，約10分鐘後開始蒸餾出，除另有規定外，蒸餾之餾出速度，測定溫度再200℃以下者，每分鐘4～5 mL，200℃以上者，每分鐘3～4 mL，俟以有刻度之量筒所接收餾出液之溫度與樣品之液溫相同時，測定其容積。

如檢品之蒸餾溫度在80℃以內者，應先冷卻至10～15℃，再量定其容積，蒸餾時，從量筒G上部25 mL以下冷卻之。

檢讀氣壓錶，凡較1大氣壓(760 mmHg)每高2.7 mmHg，應於測定溫度減去0.1℃，每低2.7 mmHg，則加0.1℃。

第II法：本品適用沸騰溫度之範圍超過5℃之液體。

裝置：

裝置與第I法相同，其中蒸餾瓶A之容積為200 mL，瓶頭內徑為18～24 mm，支管內徑為5～6 mm。直火加熱時，石棉板之圓孔直徑為50 mm，接受器量筒G之容積為100 mL，刻度為1 mL。

測定法：

用刻度1 mL之100 mL量筒，量取檢品100 mL，以下與第I法法同樣操作。

28. 香料試驗法：

(1) 醇類含量定量法

醇類含量係指檢品中游離狀態之醇類含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

第I法：

精確量取檢品10 mL，置於100 mL之三角燒瓶中，加乙酐10 mL及新加熱融解之無水醋酸鈉1 g，附上冷卻管，於砂浴或加熱包中慢慢加熱煮沸1小時，冷卻15分鐘後，加水50 mL，再於水浴中加熱15分鐘，時時振搖。冷後，移入分液漏斗中，使水層分離。油層以無水碳酸鈉溶液(1→8)洗至液呈鹼性，再以氯化鈉溶液(1→10)洗至液呈中性，移入乾燥之容器內，加無水硫酸鈉2 g，振搖混合，使之脫水，放置30分鐘後，過濾。按正文規定，稱取所得之乙醯化油，精確稱定，按照香料試驗法中「3酯價」檢查之，所得酯價，即為乙醯價，依下試計算之。

$$乙醯價 = \frac{(a - b) \times 28.053}{乙醯化油之採取量(g)}$$

$$醇類含量 = \frac{醇之分子量 \times (a - b) \times 0.5}{[乙醯化油之採取量(g) - 0.02102\,(a - b)] \times 1000} \times 100(\%)$$

$$= \frac{乙醯價 \times 醇之分子量}{561.1 - (0.4204 \times 乙醯價)}\ (\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。
b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

第II法：

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之共栓三角瓶中，精確加乙酐．吡啶試液5 mL，磨砂部份以2～3滴之吡啶潤濕，輕輕栓上瓶蓋，於水浴中加熱1小時。冷後，瓶蓋及三角瓶之內壁以水10 mL清洗，再栓上，充分振混後，冷卻至常溫，以中和乙醇5 mL洗磨砂部份及內壁，以結晶紫．瑞香酚藍試液2～3滴為指示劑，用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定之，另作空白試驗校正之。

$$醇類含量 = \frac{醇之分子量 \times (a - b) \times 0.5}{檢品之採取量(g) \times 1000} \times 100(\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。
b：檢品溶液所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

(2) 醛類或酮類含量定量法

醛類或酮類含量係利用醛或酮與鹽酸羥胺(Hydroxylamine hydrochloride, $NH_2OH \cdot HCl$)反應之性質，求出其含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

第I法

取正文規定之檢品重量，精確稱定，精確加0.5 N鹽酸羥胺試液50 mL，充分振搖混合後，按照正文規定之時間放置，或連接冷凝管於水浴中按照正文規定之時間徐徐煮沸，冷卻至室溫，游離之酸用0.5 N酒精性氫氧化鉀液滴定之，終點用電位差計，或溶液由紫色變為黃綠色為止，另作空白試驗校正之，依照下式計算其含量。

$$醛類或酮類含量 = \frac{醛或酮之分子量 \times (a - b) \times 0.5}{檢品之採取量(g) \times 1000} \times 100(\%)$$

a：檢品溶液所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。
b：空白試驗所消耗0.5 N酒精性氫氧化鉀液之mL數。

第II法

取正文規定之檢品重量，精確稱定，精確加鹽酸羥胺試液75 mL，充分振搖混合後，按正文規定之時間放置，或連接冷凝管於水浴中按取正文規定之時間徐徐煮沸，冷卻至室溫，過量之羥胺用0.5 N鹽酸液滴定之，終點用電位差計，或溶液由紫色變黃綠色為止，另作空白試驗校正之，依照下式計算其含量。

$$\text{醛類或酮類含量} = \frac{\text{醛或酮之分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。
b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(3) 酯價測定法

酯價係指檢品1 g中所含之酯皂化時所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之三角燒瓶中，加乙醇10 mL及酚酞試液3滴，以氫氧化鉀溶液(1→250)中和，正確加0.5 N酒精性氫氧化鉀液25 mL，連接冷凝管，於水浴中慢慢煮沸1小時，冷後，過量之氫氧化鉀，以酚酞試液2～3滴為指示劑，用0.5 N鹽酸液滴定，另作空白試驗校正之，依照下式計算酯價。

$$\text{酯價} = \frac{(a - b) \times 28.053}{\text{檢品之採取量(g)}}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。
b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(4) 酯含量定量法

鹽基性酯含量係依照香料試驗法中酯價測定法測定之，依照下式計算酯含量。

$$\text{酯含量} = \frac{\text{酯之分子量} \times (a - b) \times 0.5}{\text{檢品之採取量(g)} \times 1000} \times 100(\%)$$

$$= \frac{\text{酯價} \times \text{酯之分子量}}{561.1} (\%)$$

a及b即(3)酯價測定法之a及b。

(5) 氯化合物檢查法

本試驗法係利用氯化銅之顏色反應。

測定法：

將寬1.5 cm，長5 cm，網目約1 mm之銅卷附於銅線之末端，此銅網於無色火焰中燃燒至火燄不呈綠色為止，放冷，反覆操作數次。冷後，將銅網加檢品2滴，再燃燒，反覆操作3次後，再將銅網調整為4 cm高之無色火燄之外緣燃燒，其火燄不得呈綠色。

(6) 皂化價測定法

皂化價係指檢品1 g中皂化所含之酯及中和游離酸所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取正文規定之檢品重量，精確稱定，置於200 mL之三角燒瓶中，精確加0.5 N酒精性氫氧化鉀液25 mL，連接冷凝管，於水浴中慢慢加熱煮沸1小時，冷後，以酚酞試液1 mL為指示劑，用0.5 N鹽酸滴定過量之鹼，另作空白試驗校正之，依照下式計算皂化價。

$$皂化價 = \frac{(a - b) \times 28.053}{檢品之採取量(g)}$$

a：空白試驗所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。
b：檢品溶液所消耗0.5 N鹽酸液之mL數。

(7) 酸價測定法

酸價係指中和檢品1 g所需氫氧化鉀之mg數。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

取檢品約10 g，精確稱定，加中和酒精約50 mL，必要時加溫溶解，加酚酞試液數滴，時時振搖混合，用微量滴定管，以0.1 N氫氧化鉀液滴定至溶液呈持續30秒之淡粉紅色，或用電位差計滴定之。

$$酸價 = \frac{0.1\ N氫氧化鉀液之消耗量(mL) \times 5.611}{檢品之採取量(g)}$$

(8) 酚類含量定量法

酚類含量係檢品中所含氫氧化鉀可溶物之含量。

測定法：

除另有規定外，按照下述方法測定之。

精確量取本品10 mL，置於150 mL之Cassia flask中，一邊充分振搖混合，一邊將75 mL之1 N氫氧化鉀液分三次加入，再充分振搖混合5分鐘，放置30分鐘後，徐徐加入1 N氫氧化鉀液，使不溶性之油分上升至Cassia flask之刻度部份，放置1小時後，測定油量(mL)，按照下式計算其含量。

酚類含量 = 10 × [10－不溶性之油量(mL)][% (v/v)]

29. 紅外線吸收光譜定法

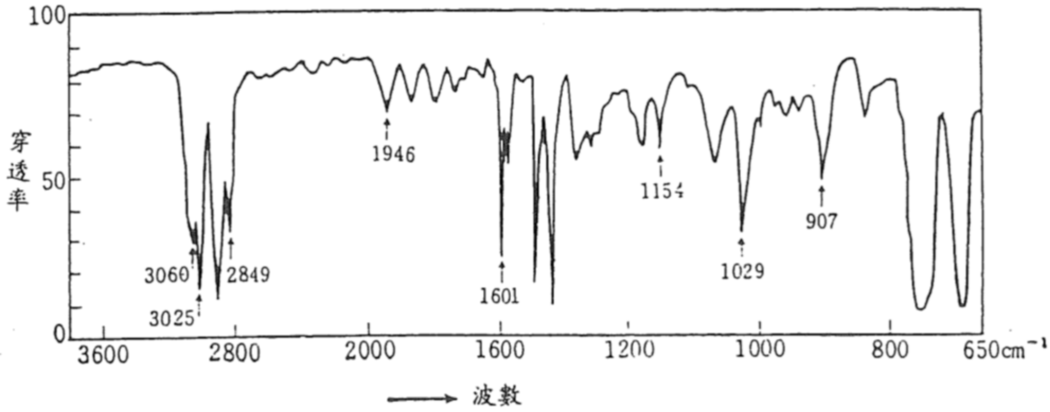
紅外線光譜測定法係利用物質化學構造上一定之性質，使檢品於波數4000～667 $cm^{-1}$紅外線通過時，依據各波數所測定之吸收能量予以鑑別。

紅外線吸收光譜是以橫軸為波數，縱軸為穿透率或吸光度所繪製之圖譜。

裝置及測定法：

雙光束式是紅外線分光光度計置於溼度50%以下，振動少且清淨之室內，溫度以20～25℃最宜。

紅外線分光光度計使用時，按照說明書調整，吸光度之直線部份介於穿透率20～80% (±1%以下)之間，穿透率之再現性，重複2次測定時在±0.5%以下，波數之再現性，於波數3000 $cm^{-1}$附近±5 $cm^{-1}$以下，1000 $cm^{-1}$附近±1 $cm^{-1}$以下。使用時先以聚乙烯標準膜(厚約0.03 mm)調整其吸收光譜為如下圖所示之標準吸收光譜。




檢品之調製：

於最大吸收帶之穿透率為20～80%之範圍內，依下列任何方法調製檢品。光窗使用氯化鈉、溴化鉀或TlBr與TlI 45.7 M%：54.3 M%之混合物(KRS-5)。

(1) 溴化鉀錠劑法

將固體檢品1～2 mg及經乾燥後供紅外線吸光譜測定用之溴化鉀100～200 mg置於瑪瑙製研缽中迅速充分研磨混合，勿使吸濕，研磨至粒子很細且完全混合後，移入成型器中，於5 mmHg以下之真空下，對錠劑面加5000～10000 kgs/cm$^2$之壓力，5～8分鐘成型，然後測定。

(2) 溶液法

固體或液體檢品按照正文規定之溶媒溶解，注入貯液槽中測定。參考光束置以同樣溶媒校正之，一般貯液槽之厚度為0.1 mm或0.5 mm。

(3) 糊狀(Paste)法

固體檢品先磨成細粒，再於研玻中與IR用之蠟油充分研磨混合，然後夾在二片光窗之間測定，注意勿使空氣進入。

(4) 液膜法

液體檢品中1～2滴夾在二片光窗之間，於光窗間生成液層，而後測定。若液層必須厚些時，則先於二片光窗間夾鋁箔，再將液體檢體置於其中。

(5) 薄膜法

按照正文規定之溶媒將檢體溶解，塗抹一片光窗上，以熱風將溶媒除去，然後再將附著於光窗之薄膜檢體予以測定。若檢品為厚度約0.02 mm以下之薄膜物品時，則可直接測定。

(6) 氣體檢品測定法

於預先排氣之5～10 cm長之氣體槽中，按正文規定將檢品壓入測定之，必要時用1 m以上之長光徑氣體槽。

30. 羧甲基纖維素鈉粘度測定法

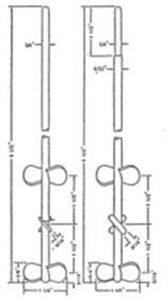
裝置：

粘度計：使用Brookfield粘度計(型號：LVG)或同類型粘度計，測定羧甲基纖維素鈉之粘度於25℃之測定範圍為25至10000 cps。本儀器提供數種轉軸來測定不同粘度型態之羧甲基纖維素鈉。測定不同粘度範圍之轉軸與轉速列表如下：

| 粘度範圍 (cps) | 轉軸號碼 Spindle No. | 轉速 (rpm) | 刻度範圍 Scale | 係數 Fator |
|---|---|---|---|---|
| 10 -100 | 1 | 60 | 100 | 1 |

| | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 100-200 | 1 | 30 | 100 | 2 |
| 200-1000 | 2 | 30 | 100 | 10 |
| 1000-4000 | 3 | 30 | 100 | 40 |
| 4000-10000 | 4 | 30 | 100 | 200 |

攪拌器：如圖所示。



本攪拌器可接於轉速高達1500 rpm之可調整轉速馬達上(本攪拌器裝有1 $^{1}/_{2}$吋、三葉不銹鋼螺旋槳)。

檢品容器：使用5 $^{1}/_{4}$吋(133 mm)深之廣口玻璃瓶，其外徑約2吋(60 mm)，容積約8盎斯(236 mL)。

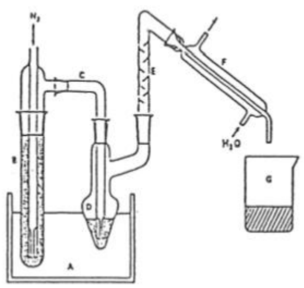
測定法：

取羧甲基纖維素鈉以乾品計4.8 g，精確稱定，記錄實際重量S g，精確稱取(240–S) g水至於檢品容器中，置攪拌器於檢品容器中，儘量使其與容器底部最少間距。開始攪拌，慢慢地加入檢品並調整轉速約800±100 rpm而不得超過900 rpm，完全地混合達2小時後，移去攪拌器，置檢品容器於25±0.2℃恆溫中，1小時後檢測檢品溫度使其達檢測溫度。

移去水浴，以Brookfield粘度計測其粘度。使用表中所示正確之轉軸與轉速，使轉軸旋轉至讀數固定為止。計算粘度，以cps表示，即讀數乘上由表中所得之正確係數。

31. 羥丙基測定法

裝置：如圖所示。



A：油浴，具溫度調節器，溫度可達155℃及可控制加熱速度

B：蒸氣發生器，浸於油浴中

C：Bleeder管，將由B之氮氣與蒸氣導至D底部

D：三角燒瓶，浸於油浴中，具側臂與E相連

E：Vigreaus管柱

F：冷凝管

G：150 mL燒杯

測定法：

除另有規定外，取預經105℃乾燥2小時之檢品100 mg，精確稱定，於三角燒瓶中加入三氧化鉻溶液(60→140) 10 mL，將蒸氣發生器與三角瓶浸於油浴(室溫)中使其蓋過三氧化鉻溶液，打開冷凝水並通氮氣入三角瓶中，其速度保持每秒一個氣泡，使油浴溫度於30分鐘內由室溫升至155℃且保持一溫度至測定結束。蒸餾至收集之餾出液達50 mL，自Vigreauxe管柱移去冷凝管並以水清洗之，合併清洗液於餾出液。以0.02 N氫氧化鈉液滴定至以酸鹼測定計測其pH值為7.0 (亦可使用酚酞試液當指示劑)，記錄氫氧化

鈉液消耗量(mL)為Va。加入碳酸氫鈉500 mg與稀硫酸試液10 mL，俟$CO_2$氣體停止釋出後，加入碘化鉀1 g，加蓋振搖混合並於暗處靜置5分鐘，以0.02 N硫代硫酸鈉液滴定生成之碘，加入少許澱粉試液測其終點至黃色瞬間消失。記錄硫代硫酸鈉液消耗量(mL)為Ya。令作試藥之空白試驗，以三氧化鉻溶液重複上述步驟，記錄氫氧化鈉液與硫代硫酸鈉液之消耗量(mL)分別為Vb與Yb。另以甲基纖維素(不含外來物質) 100 mg替代檢品作一空白試驗，記錄氫氧化鈉液與硫代硫酸鈉液之消耗量(mL)分別為Vm與Ym。由下式計算檢品中羥丙基含量。

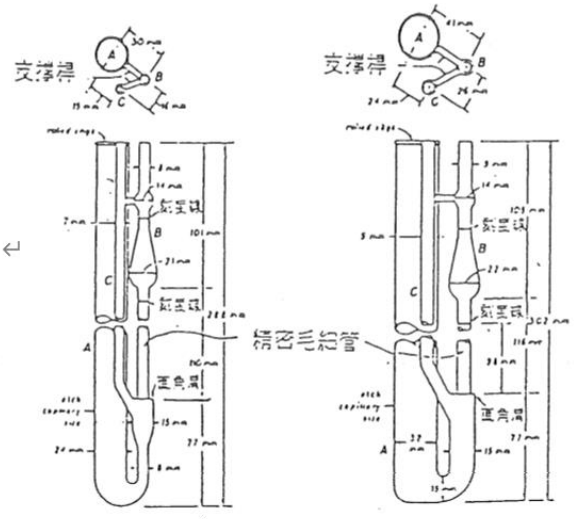
羥丙基含量(mg) = $75.0 \times [N_1(Va - Vm) - KN_2(Ya - Ym)]$

$N_1$：0.02 N氫氧化鈉液之實際當量
$N_2$：0.02 N硫代硫酸鈉液之實際當量
K：$VbN_1/YbN_2$

32. 甲基纖維素粘度測定法

裝置：如圖所示。

(1)低粘度粘度計　　(2)高粘度粘度計




A：大填充管。
B：孔管(含精密毛細管)。
C：貯槽之空氣出口。

(1) 低粘度粘度計：
粘度為15、25、100及400 cps，分別使用內徑1.5、1.8、2.4及3.2 mm之精密毛細管。

(2) 高粘度粘度計：
粘度為1500及4000 cps，分別使用內徑5.0及6.0 mm之精密毛細管。

粘度計之校正：

用已知粘度之油(選擇與檢品粘度相近的油)來測定粘度計之常數K。置過量之檢品溶液(20±0.1℃)於A大填充管中，以溫和之吸力移至B孔管中，關閉C空氣出口以避免檢液含氣泡。調整B孔管中之檢液與上刻度線齊，打開B與C藉大氣壓力使檢液流入貯槽。在測定粘度前若打開空氣出口將產生錯誤的結果。記錄檢液由上刻度線至下刻度線所需之時間。由下式計算粘度計常數K。如更換孔管B精密毛細管時，必須重新校正K值。

$K = V/dt$

V：檢液之粘度(cps)
K：粘度計常數
d：檢液之比重(20℃/20℃)
t：檢液由上刻度線至下刻度線所需之秒數

測定法：

製備2%甲基纖維素或其他纖維素衍生物溶液，如圖所示至於正確之粘度計，並記錄檢液於B孔管由上刻度線至下刻度線所需之時間(t)，分別測得於20℃/20℃之比重(d)，即可由粘度計校正方程式計算粘度，V = Kdt。

33. 硒檢查法

本法係檢查檢品中所含硒是否超過其規定之限量。此限量通常以Se計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

取正文規定量之檢品置於150 mL燒杯中，加4 N鹽酸液25 mL，攪拌並慢慢加熱至沸騰，於蒸氣浴上分解15分鐘後移開熱源，加水25 mL冷卻至室溫，供作檢品溶液。精確量取硒標準溶液2 mL至150 mL燒杯中，加2 N鹽酸液50 mL混合均勻後供作對照溶液，另取150 mL燒杯加入2 N鹽酸液50 mL作為空白試驗。

(2) 檢查法：

於分置檢品溶液、對照溶液及空白試驗之燒杯中，分別加氨水5 mL。冷後以稀氫氧化銨溶液(1→2)調整其pH值至2.0±0.2。各加鹽酸羥胺(Hydroxylamine hydrochloride) 200 mg於每個燒杯，小心攪拌溶解後立即各加2,3-二胺基萘試液5 mL，混合後，以表玻璃覆蓋燒杯，於室溫下靜置100分鐘。將靜置後溶液移至分液漏斗中，並加水10 mL沖洗燒杯壁，加環己烷5 mL萃取，經激烈震盪2分鐘後放置分層，去水層，並將環己烷層離心去除其中少量的水。將萃取液移入1 cm貯液管，於380 nm測定其吸光度。當檢品取200 mg時，檢品溶液所得之吸光度不得較對照溶液所得為大。而當檢品取100 mg時，則檢品溶液所的之吸光度不得較對照溶液所得之一半值為大。

34. 氟化物檢查法

第I法(硝酸釷比色分析法)：

本法係檢查檢品中所含氟化物是否超過其規定之限量。此限量通常以F計算，並以其重量百萬分率(ppm)表示之。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製

除另有規定外，取正文規定量之檢品，置於連結冷凝管含測管之125 mL蒸餾瓶中，加水30 mL，並將配置餘瓶上之溫度計和毛細管伸入液面下，緩緩攪拌加入過氯酸10 mL後，加稀硝酸銀溶液(1→2) 2～3滴及少許玻璃珠。接水蒸氣發生器和毛細管，並將$^{1}/_{3}$之蒸餾瓶墊著石綿網，隔著火直接加熱至135℃後，通入水蒸氣並保持蒸餾溫度在135～140℃之間(以免過熱爆炸)，收集蒸餾液前100 mL為檢品溶液A，繼續收集蒸餾液50 mL為檢品溶液B，確定所有氟均已揮發。另以水經上述方法蒸餾所得50 mL為檢品溶液B，確定所有氟均已揮發。另以水經上述方法蒸餾所得50 mL供作對照液，並按下述步驟檢查之。

(2) 檢查法：

取檢品溶液A 50 mL及對照液50 mL分置納氏管中，各加過濾之磺酸茜素鈉溶液(Sodium alizarinsulfonate T.S.) (1→1000) 0.1 mL及臨用配製之鹽酸羥胺溶液(1→1000) 1 mL，混合均勻。於檢品溶液一面攪拌一面滴加1 N或0.05 N氫氧化鈉液至呈淺粉紅色。於檢品溶液及對照液分別各加0.1 N鹽酸液1 mL，混合均勻。以稀硝酸釷溶液(1→4000)滴定檢品溶液A至淺粉紅色出現，記錄滴定量。並於對照溶液中加入相同量之稀硝酸釷溶液，再以10 ppm氟化鈉液滴定之，直到與檢品溶液A所呈之顏色相同，記錄氟化鈉液之滴定量。檢品溶液B 50mL加水定容至100 mL，混合均勻後取50 mL於納氏管中，重複上述檢品溶液A之檢查步驟，並記錄氟化鈉液之滴定量。檢品溶液A及檢品溶液B之氟化鈉液之總滴定量不得超過2.5 mL。

第II法(離子選擇電極A法)：

緩衝溶液A：6 N醋酸溶液與水以2：1(v/v)之比例混合，以50%氫氧化鉀溶液調pH至5.0。

緩衝溶液B：取檸檬酸鈉150 g及乙烯二胺四醋酸二鈉10.3 g加入水800 mL，以50%氫氧化鈉溶液調pH至8.0，以水稀釋至1000 mL。

緩衝溶液C：取環己烯二四醋酸(Cyclohexylenedinitrilotetrzacetic acid) 36 g溶於氫氧化鈉試液(1 N)使成200 mL，加熱沸騰，冷後以玻璃纖維過濾紙過濾之，取濾液30 mL加入含水750 mL、氯化鈉87 g及冰醋酸85.5 g之混合液中，以50%氫氧化鈉溶液調pH至5.0～5.5，冷後以水稀釋至3000 mL。

氟標準溶液：取預經200℃乾燥4小時之氟化鈉22.2 g溶解於水中使成100 mL。

檢品溶液之調製：

取正文規定量之檢品，置入100 mL量瓶中，以少量水或正文規定量之鹽酸溶液溶解，加正文規定之緩衝溶液A、B或C 50 mL，加水至刻度，混合均勻。

檢查法：

取檢品溶液50 mL置入塑膠杯中，置入放置氟離子電極及參考電極之溶液中，以磁石慢慢攪拌，調整儀器斜率為100%，調整溫度至室溫，校正使所得值為最大，並使儀器平衡。加入正文規定量之氟標準溶液，持續攪拌，電極平衡後，讀取增加之計算值S。取與檢品溶液相同之緩衝溶液50 mL，同檢品溶液操作，所得值為B，並依下式計算其含量。

氟(F)之含量＝ $[(S \times \triangle) - B] \times (100/W)$

$\triangle = (V \times C)/50$

V：氟標準溶液取量(mL)
C：氟標準溶液濃度(ppm)
50：檢品溶液取量(mL)
W：檢品重量(g)

第III法(離子選擇性電極B法)：

氟化鈉溶液(5 μg F/mL)：

精確稱取預先於110℃乾燥2小時之氟化鈉2.210 g，置於400 mL塑膠燒杯中，加水200 mL，並攪拌使溶解。移入1000 mL容量瓶中，加水定容並混勻，作為氟化鈉原液，儲存於塑膠瓶。使用時，取氟化鈉原液5.0 mL於1000 mL容量瓶中加水定容，並混勻，作為氟化鈉溶液。

標準曲線之製作：

分別量取上述氟化鈉溶液1.0、2.0、3.0、5.0、10.0及15.0 mL於250 mL塑膠燒杯中，各加水50 mL、1 N鹽酸液5 mL、1 M檸檬酸鈉溶液10 mL及0.2 M乙烯二胺四醋酸二鈉溶液10 mL，混合均勻。分別移入100 mL容量瓶中，加水定容，並混勻。每一溶液各取50 mL置於125 mL塑膠燒杯中，以適合的離子選擇性電極設備(如：Orion Model No.94-09，具solid-state membrane)量測每一溶液之電位差，並使用適當的參考電極(如：Orion Model No.90-01，具single junction)，結果以two-cycle semilogarithmic紙繪製成檢量線，並以μg F/100 mL 為濃度單位標示於對數刻度上。

檢查法：

取檢品1.0 g於150 mL玻璃燒杯中，加水10 mL，持續不斷攪拌中緩慢加入1 N鹽酸液20 mL使檢體溶解，快速煮沸1分鐘後，移入250 mL塑膠燒杯中，以冰水快速冷卻之，加1 M檸檬酸鈉溶液15 mL及0.2 M乙烯二胺四醋酸二鈉溶液10 mL，並混合均勻。若有

必要，則以1 N鹽酸液或1 M氫氧化鈉液調整pH至5.5±0.1，移入100 mL容量瓶中，加水定容，並混勻。取此溶液50 mL置於125 mL塑膠燒杯中，並以上述檢量線製作時使用之設備量測檢品溶液之電位差，量測結果於檢量線中求得檢品之氟化物含量(μg)。

第IV法(離子選擇性電極C法)：

緩衝溶液：

6 N醋酸溶液與水以2：1(v/v)之比例混合，以50%氫氧化鉀溶液調整pH值至5.0。

氟標準溶液：

1000 μg/mL氟標準溶液：

取預經200℃乾燥4小時之氟化鈉2.2108 g，以水溶解並定容1000 mL。

50 μg/mL氟標準溶液：

取1000 μg/mL氟標準液50 mL，以水定容至1000 mL。

10 μg/mL氟標準溶液：

取50 μg/mL氟標準液100 mL，以水定容至500 mL。

氟限值溶液(1 g檢品用)：

50 ppm氟限值溶液(1 μg/mL氟標準溶液)：取10 μg/mL之氟標準液50 mL，以水定容至500 mL。

10 ppm氟限值溶液(0.2 μg/mL氟標準溶液)：取10 μg/mL之氟標準液10 mL，以水定容至500 mL。

氟限值溶液(2 g檢品用)：

50 ppm氟限值溶液(2 μg/mL氟標準溶液)：取10 μg/mL之氟標準液100 mL，以水定容至500 mL。

10 ppm氟限值溶液(0.4 μg/mL氟標準溶液)：取10 μg/mL之氟標準液20 mL，以水定容至500 mL。

註：標準溶液與限值溶液均需置於塑膠容器中。

檢品溶液之調製：

精確稱取正文規定量之檢品，置於100 mL容量瓶中，以少量水溶解並加入緩衝溶液50 mL，以水定容之。

電極校正：

取緩衝溶液50 mL於塑膠燒杯中，放入氟離子電極及參考電極(或組合式電極)，並以磁石攪拌，每隔5分鐘，加入1000 μg/mL氟標準溶液100 μL及1000 μL，並量測其電位。於25℃下，兩者之電位差應為54～60 mV。若其電位差不再此範圍內，檢查之，必要時更換電極、儀器或溶液。

檢查法：

將檢品溶液移至塑膠燒杯中，放入電極，以磁石攪拌5分鐘使溶液平衡後，量測其電位。取出電極並以水清洗。於另一燒杯中，依次加入緩衝溶液50 mL及氟限值溶液50 mL，放入電極，平衡3分鐘後，量測其電位。樣品溶液之電位不得較氟限值溶液之電位高。

35. 醇類測定法

醇類中之揮發性物質可由氣相層析法加以分離及鑑別。此方法可作為含量測定及純度試驗之用。

第I法：

本法適用於正丁醇、正丙醇及異丙醇之測定。

精確量取檢品溶液及標準溶液1～5 μL，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢品溶液所得波峰之滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並依另取之標準溶液按上述方法作出檢量線，求出檢品中之含量。

氣相層析條件：

層析管：Chromosorb W (60/80 mesh)上附被有10% P.E.G. 400，內徑6.4 mm，長度1.8 m之玻璃管柱或相似之層析管。

檢出器：火焰離子檢出器

層析管溫度：90℃

檢出器溫度：150℃

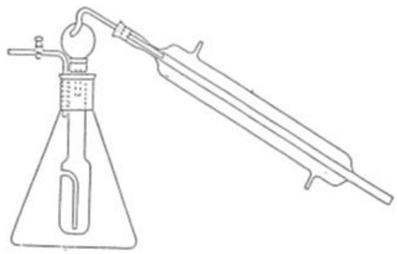
注入器溫度：150℃

移動相氣體氦氣流速：45 mL/min

36. 揮發性酸測定法

裝置：改良式Hortvet-Sellier蒸餾器

U形內管尺寸：38 × 203 mm



操作法：

取正文規定量之檢品，精確稱定，移入U內管中，將此管放置於已裝有煮沸熱水300 mL之三角燒瓶內，檢品加入4 N過氯酸液10 mL，接裝冷凝管，進行水蒸氣蒸餾，分段收集餾液，每20～25分鐘收集蒸餾液100 mL為一單位，以酚酞試液當指示劑，用0.5 N氫氧化鈉液滴定之，記錄其滴定量(mL)，直到餾液之0.5 N氫氧化鈉液消耗量低於0.5 mL，則停止蒸餾。並由下式計算揮發性酸含量。

揮發性酸含量(mg) = 0.5 N氫氧化鉀液消耗量(mL) × e (e值見正文內規定值)

37. 甲醇測定法

本法係利用氣相層析法對甲醇之定性及定量。

(1) 檢品溶液對照溶液之調製：

取檢品10 g置蒸餾瓶中，加水20 mL，氯化鈉2 g，矽油1滴及不含甲醇之乙醇10 mL，於70～80℃徐徐蒸餾之。取蒸餾液15 mL，加乙醇使呈50 mL，作為檢品溶液。另取適量甲醇標準溶液，供作對照溶液。

(2) 檢查法：

定性：

取甲醇標準溶液按下述條件作氣相層析，由氣相層析圖上測定甲醇波峰(peak)之滯留時間。取檢品溶液同樣操作，求出檢品溶液波峰之滯留時間，與標準溶液所得相同比較，以作定性。

定量：

取檢液1～5 μL，按定性項同樣操作，自標準曲線求出檢品溶液之甲醇濃度(%, v/v)後，計算檢品中甲醇含量。

標準線之製作：

調配甲醇含量分別為0.01、0.025、0.05、0.1、0.15及0.2% (v/v)之一系列標準溶液。各取檢品溶液1～5 μL，按定性項同樣操作，測定所得氣相層析圖上各波峰之面積，以波

峰之面積為縱軸，甲醇濃度(%, v/v)為橫軸，作為標準曲線。上述層析操作反覆3次，取其平均值作為波峰之面積。

氣相層析條件

檢出器：火燄離子化檢出器(flame ionization detector)。

層析管：內徑3～4 mm，長度150～300 cm之不銹鋼或玻璃管柱。

層析管用填充劑：

固定相之擔體：Chromosorb W, Shimalite TPA (60～80 mesh)，或同級品。

固定相液體：1. 10～25% PEG 400。
2. 10% PEG 1500。
3. 10～25% Silicone DC 550。
4. 10～20% Dilaurylphthalate。

層析管溫度：50～70℃

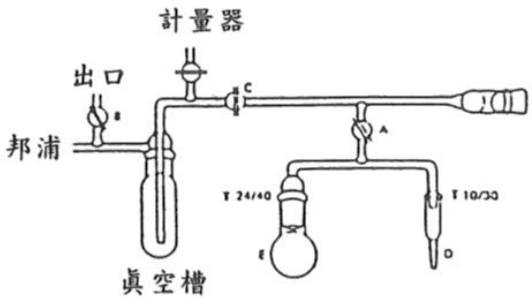
注入器溫度：200℃

檢出器溫度：150～170℃

移動相氣體流量：$N_2$或He，20～40 mL/min。

38. 1,4-二氧雜環己烷測定法

密閉式真空濃縮裝置：如圖所示




A：玻璃開關

B：玻璃開關

C：玻璃開關

D：Chromaflex濃縮管：使用硼矽酸或石英製玻璃(非鉛玻璃)具10/30接口。精確刻度足以定量至0.9 mL或更多，可使蒸餾液正確地稀釋至2.0 mL。

E：50 mL圓底燒瓶，具24/40毛玻璃頸口。

標準溶液之製備：

取1,4-二氧雜環己烷溶於水中。使每mL含100 μg之1,4-二氧雜環己烷。本溶液冷藏保存，並每星期新鮮配製。

檢品溶液之製備：

取檢品約20 g，精確稱定，置於圓底燒瓶E中(半固體或蠟狀檢品應先於水浴中加熱成液狀再取樣)。若結晶狀檢品則加入水2 mL，而液狀、半固體或蠟狀檢品則加入水1 mL，另置入鐵弗龍磁棒蓋上蓋子，攪拌混合後，燒瓶進入冰浴中冷卻1分鐘。於連接Chromaflex濃縮管與圓底燒瓶之管子上包裹加熱線，並通電10 V。於毛玻璃接口處抹以少許高真空矽膠油，然後將Chromaflex管接接上10/30接口，而圓底燒瓶接上24/40接口，將真空槽浸入裝滿液態氮之Dewar燒瓶中。關上開關A、B並打開C，以幫浦抽至真空，以粉狀冰與甲醇製備一冰浴。升起冰浴至圓底燒瓶頸部，冷凍內容物約10分鐘後，且當真空壓力降至0.05 mm或更低時，打開開關A，20秒再關閉，移去冰浴而使燒瓶於室溫中升溫約1分鐘。以磁棒緩慢且持續攪拌之同時，將燒瓶進入20～25℃之水浴約5分鐘後，將水浴溫度升至35～40℃以使大部份檢品液化。加入冰以冷卻水浴約2分鐘。以冰浴代替水浴，冷卻燒瓶內容物約10分鐘。打開開關A，20秒後再關閉，移去冰浴，重複前述加熱步驟而使最後溫度達45～50℃或可使檢品溶化之溫度。如果連接圓底燒瓶與Chromaflex管之管子內有冷凝現象時，緩慢地增加加熱線之電壓至冷凝現象消失。

在以下所有步驟中，以磁棒攪拌之，非常緩慢地將Chromaflex管浸入含液態氮之Dewar燒瓶中，(注意當Chromaflex管有液態蒸餾物時，必須非常緩慢地浸入液態氮中，否則

Chromaflex管會破裂)，水將開始蒸餾至管中，當冰於管中形成時，提高Dewar燒瓶使液態氮層維持於只稍低於管中冰層，當水開始於10/30接口處頸部結冰或液態氮Chromaflex管2.0 mL刻度記號時，移去Dewar燒瓶，使冰溶化，待冰溶化後測定蒸餾出水的體積，重覆冷卻溶解步驟直至至少收集水0.9 mL，再次冷卻此管約2分鐘。打開開關B以解除真空狀態，接著打開關閉A。移去Chromaflex管，以抹有油之蓋子蓋住，讓冰溶解，記錄蒸餾水體積，如有需要以水定容至2.0 mL，當作檢品溶液。

測定法：

精確量取檢品溶液與標準溶液2～4 μL，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，其檢品溶液之波峰高度不得超過標準溶液之波峰高度。

氣相層析條件：

檢出器：火燄離子化檢出器(flame ionization detector)

層析管：內徑4 mm，長度6尺之玻璃管

層析管用填充劑：Chromosorb 104 (80/100或100/120 mesh)

層析管溫度：140℃

注入器溫度：200℃

檢出器溫度：250℃

移動相氣體$N_2$流量：35 mL/min

(在移動相氣體管線與層析管間裝置一個脫氧裝置(Oxygen scrubber)，本層析管須預先以移動相氣體流量每分鐘30～40 mL於250℃調節72小時，Chromosorb 104對氧敏感，無論新與舊層析管每次上機升溫前須先以移動相氣體沖以30至60分鐘)。

註：如有干擾，可使用另一氣相層析條件：

層析管：內徑2 mm，長度6呎之玻璃管

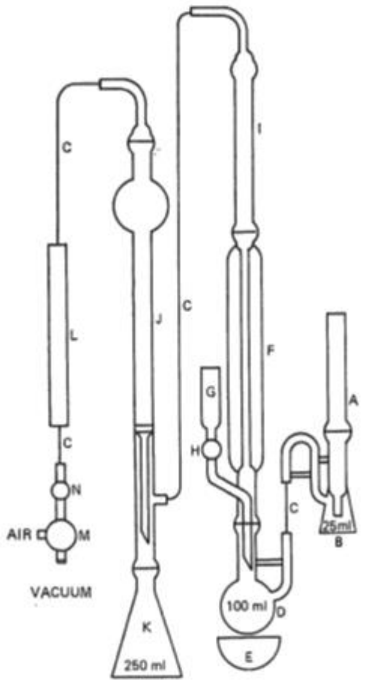
層析管用填充劑：Carbopark C上覆被有0.2% Carbwax 1500

層析管溫度：100℃

移動相氣體氦氣流量：20 mL/min

39. 海藻酸定量法

(1) 裝置：如圖所示。




A：鹼石灰吸著管

B：水銀活塞

C：側臂(橡膠連接物)

D：反應燒瓶(100 mL之長頸圓形沸騰燒瓶)

E：電熱包(加熱反應燒瓶用)

F：迴流冷凝管

G：注入管(安裝在迴流冷凝管，有40 mL容量)

H：開關(注入開關用)

I：捕捉器(接在迴流冷凝管末端，其中含有20 mesh之鋅或錫25 g)

J：吸收塔(連接I，係一長度45 cm之管，側壁上方管內裝定有中間多孔性之磁玻盤並有輸入管延長至下端及約有100 mL容積之球莖吹在磁玻盤上方，而球莖上方，以圓形接合物，連接至外面部分所組成)

K：250 mL三角瓶(連接吸收塔)

L：鹼石灰塔(連接吸收塔上方，下方連接之幫浦，用於抽真空及供氣之用)

M：三孔開關(用於選擇)

N：控制空氣容量及壓力之磁針活塞全部接合處(C)之尺寸為35/25，圓形

(2) 操作法：

取預經在60℃減壓乾燥4小時之本品約250 mg，精確稱定，移入反應燒瓶D中，加0.1 N鹽酸液25 mL及數粒沸石，連接迴流冷凝管F (以濃磷酸潤濕連接部分，但其他連接處用活塞潤滑油)，檢查裝置裂縫，將水銀柱由水銀活塞B內部之管，升高約5 cm，用開關M轉出壓力，如果在1～2分鐘後水銀高度無明顯降下，則此裝置沒有裂縫，然後以每小時3000～6000 mL之速度抽取不含二氧化碳之空氣，將電熱包E提高與反應燒瓶接觸，加熱檢品至沸騰，並徐徐煮沸2分鐘，關閉電熱包並降下，放冷檢品15分鐘，從注入管G注入濃鹽酸23 mL，解開吸收塔J，迅速加入0.25 N氰氧化鈉液25 mL及正丁醇5滴於塔內，再連接吸收塔，並以每小時2000 mL之速度吸進不含二氧化碳之空氣，由注入管G加入鹽酸於反應瓶，升高電熱包，加熱反應混合物至沸騰。經2小時後停止空氣及加熱，以緩慢空氣壓力使氫氧化鈉液流入燒瓶K，然後以水15 mL洗滌吸收塔3次，每次用空氣壓力，加壓使洗液流入燒瓶，取出燒瓶，加10%氯化鋇($BaCl \cdot 2H_2O$) 液10 mL，將燒瓶加蓋，徐徐振搖2分鐘，加酚酞試液，用0.1 N鹽酸液滴定，另作空白試驗，每mL之0.25 N氫氧化鈉液之消耗量相當於5.5 mg之二氧化碳($CO_2$)，結果以乾重計。

40. 糖醇測定法：

本法係以高效液相層析法測定乳糖醇製造時所得的乳糖醇及其他糖醇副產品；主要其他糖醇副產品包括有sorbitol, mannitol, galactitol (dulcitol)，其他hexitol及glycitols等。

測定法：

取檢品精確稱重，配製約40%之檢品溶液。精確量取檢品溶液與標準溶液10 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，就檢品溶液所得乳糖醇及其他糖醇(波峰介於乳糖醇及山梨醇間)之滯留時間與標準溶液比較鑑別之，並以波峰面積分別計算乳糖醇及其他糖醇之含量。

高效液相層析條件：

層析管：Aminex HPX 87 (calcium form)，0.45～90 µm，7.8 ID × 300 mm，或其他適合糖類分析的層析管

層析管溫度：85℃

標準品：lactitol、sorbitol及mannitol等

檢出器：折射率檢出器(RI檢出器)

移動相：水(經脫氣處理者)

流速：0.6 mL/min

乳糖醇及其他糖醇波峰之滯留時間如下：

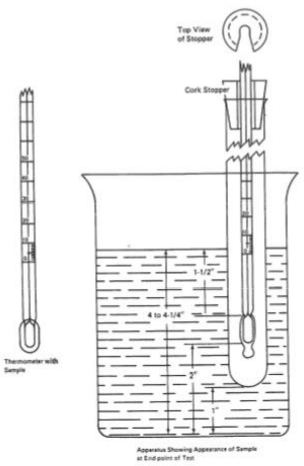
| 糖醇 | 滯留時間(min) |
|---|---|
| lactitol | 12 |
| ribitol | 15 |
| erythritol | 16 |
| mannitol | 18 |
| galactitol | 20 |
| sorbitol | 21 |

41. 還原糖測定法：

取銅試劑25 mL及乳糖醇15 g於300 mL之燒瓶中，加水25 mL使其溶解，加數粒沸石，以手持瓶，於火上加熱約於2分鐘內開始沸騰，將燒瓶置於石綿網上，接上迴流裝置，加熱煮沸正好10分鐘，立刻以水沖冷，5分鐘後，加碘化鉀3 g，再加25%鹽酸20 mL酸化之，並振搖直到停止產生氣體，剩餘泡沫，可加數滴乙醚去除。
加2%澱粉1 mL當指示劑，以0.1 N硫代硫酸鈉液滴定直至藍色消失及沈澱物變成乳白色，另以銅試劑25 mL及水25 mL作一空白試驗校正之，對照下表以計算還原糖量(以乳糖計)。

| 0.1 N硫代硫酸鈉液(mL) | 乳糖(mg) |
|---|---|
| 1 | 3.6 |
| 2 | 7.3 |
| 3 | 11.0 |
| 4 | 14.7 |
| 5 | 18.4 |
| 6 | 22.1 |
| 7 | 25.8 |
| 8 | 29.5 |
| 9 | 33.2 |
| 10 | 37.0 |
| 11 | 40.8 |
| 12 | 44.6 |
| 13 | 48.4 |
| 14 | 52.2 |
| 15 | 56.0 |
| 16 | 59.9 |
| 17 | 63.8 |
| 18 | 67.7 |
| 19 | 71.7 |
| 20 | 75.7 |
| 21 | 79.8 |
| 22 | 83.9 |
| 23 | 88.0 |

42. 軟化溫度試驗法：
本法係將松香或松香衍生物置於特定溫度計球底端，而此溫度計架於恆溫浴中之試管內，偵測其於球底端形成延長欲滴狀時之溫度。
裝置：如圖所示




溫度計：

使用特定整體浸入式軟化溫度計，溫度範圍為0～250℃，分為10區段，球之長度為15.9±0.8 mm，直徑為6.35±0.4 mm。

恆溫浴：

使用內含適當溶劑之800～2000 mL燒杯，松香之軟化溫度低於80℃，使用水，高於80℃，視其溫度範圍，使用甘油或矽油。保持加熱的溶劑溫度於特定規格溫度±1℃，測定時，以機械攪拌溶劑，以確保其加熱均勻。

試管：內徑22 mm，長度200～250 mm，具軟木塞。

檢品溫度計製備：

取檢品約20 g，置於50 mL的燒杯中，於烘箱中、砂浴、電熱板上或油浴中加熱且超過其軟化點溫度，但不超過其軟化點溫度以上25～30℃並避免過度加熱。將已稱重過的溫度計，其底端的球小心地在火焰上或電熱板上加熱，直到其溫度超過檢品軟化點溫度以上15～20℃，立刻將溫度計底端的球浸入已熔融的檢品中，一邊拉並旋轉，使已熔融的檢品包在球的表面上形成薄膜且小心地避免使檢品的薄膜延展超過球的上端，快速地將溫度計放在天平上稱重，檢品重約在0.5～0.55 g。若太少，則將溫度計再插入已熔化的檢品中，重新取量；若太多，則用手指將檢品推掉一些。當取得適量檢品時，一邊旋轉一邊用手掌或指間將附於球上的熔融檢品塑成厚度一致且不要使檢品延展至溫度計的柄上(若檢品已冷卻且薄膜厚薄不一致時，則必須將檢品完全去除，再製作一次，不可就原檢品再加熱後塑造)，置冷至室溫，約需15分鐘。

測定法：

將適當的加熱溶劑注入燒杯，深度為4～4.25 in. (100～108 mm)，燒杯內放入攪拌器及溫度計，以本生燈、電熱板或其它適合之加熱源加熱；攪拌器置在一邊且其輪葉離燒杯底端約0.5 in. (13 mm)。

將已附著檢品之溫度計固定在附有塞子的試管上，溫度計底端的球離試管底端約1 in. (25 mm)，試管置入燒杯裡，使溫度計底端的球離燒杯底端約2 in. (51 mm)，而溫度計底端的球頂離燒杯的液面約1.5 in. (38 mm)。水浴持續攪拌以保持均勻溫度，觀察溫度計並記錄其軟化點溫度，即檢品開始在球底端形成延長欲滴狀時之溫度。

43. 膠強度測定法：

取本品200 mg，精確稱定，置於瓷製均質機內，加水10 mL，在3500 rpm攪拌均質5分鐘，移入直徑15 mm試管中，在10 mm Hg以下，抽出空氣後，在沸騰水浴中，精確加熱10分鐘，使形成膠狀，試管立即用流水冷卻10分鐘後於室溫放置30分鐘，從試管取出膠物，除去雙邊，切成10 mm長度切片，用膠強度測定器(Curd Meter)測定，並按下式求出膠強度：

$$膠強度(g/cm^2) = \frac{W}{S} \times \frac{a}{100}$$

W：掛在彈簧之重量(g)

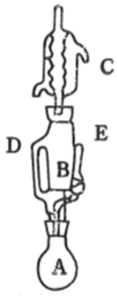
S：切片之切面面積($cm^2$)

a：膠裂開點

44. 粗脂肪測定法

裝置：

索氏脂肪抽出器 (Soxhlet Apparatus)：如圖所示




A：燒瓶：內放有數粒沸石，使用前必須乾燥至恆量。
B：抽出管：圓筒濾紙(口徑比抽出管內徑2～4 mm略小，高度略低於粟氏脂肪抽出器E管之頂點)。
C：冷凝管。
D：乙醚蒸氣上昇路。
E：虹吸管。

測定法：

取研成粉末之檢品2～10 g，精確稱定，置於圓筒濾紙中，輕塞適量脫脂棉，於100～105℃乾燥2～3小時去除水分後，於乾燥器放冷，將圓筒濾紙置入抽出管中，加約1/2燒瓶容量之乙醚，置於60～70℃水浴上，迴流萃取至少8小時後，取出圓筒濾紙，接回冷凝管，再於水浴上加溫至燒瓶中之乙醚幾乎蒸乾，卸下燒瓶，置於水浴上繼續蒸乾，再將燒瓶外面擦拭乾淨後，置於98～100℃烘箱中乾燥至恆量。並依下式計算粗脂肪含量。

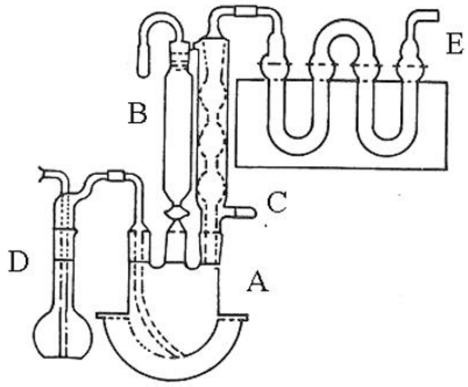
$$\text{粗脂肪含量} = \frac{W - W_0}{S} \times 100(\%)$$

$W_0$：放有沸石之燒瓶重量(g)
W：抽出脂肪經乾燥後連燒瓶之重量(g)
S：檢品重量(g)

45. 二氧化硫測定法

本法係檢查檢品中所含二氧化硫是否超過其規定限量。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「食品中二氧化硫之檢驗方法」分析檢品中二氧化硫含量。

(1) 裝置：




A：1000 mL三孔圓底蒸餾瓶。
B：125 mL柱狀分離管，頂端有橡皮塞及附小段U形管。
C：30 cm冷凝管，出口處附一小段經稀鹽酸(1：20)預煮及水清洗過之矽膠管，以連接第一個U形管。

D：250 mL氣體洗瓶。取焦棓酚(pyrogallol) 4.5 g於氣體洗瓶，加水5 mL成泥狀物，並以水5 mL洗2次，通入氮氣趕走空氣。以長柄漏斗加入氫氧化鉀溶液(65：85)。臨用時配製。

E：8 × 25 mmU形管。由出口處加入3 mm之玻璃珠10 mL，過氧化氫10 mL及甲基紅試液1滴。

(2) 測定法：

取檢品約100 g，精確稱定，置於300 mL新煮沸且已冷卻之水中，將泥狀物水洗，經大口徑漏斗移至圓底蒸餾瓶中，加水稀釋至400 mL，並把分液漏斗開關關上。加4 N鹽酸溶液90 mL至分液漏斗，由連結於分液漏斗瓶口上之管子緩緩吹氣，使鹽酸緩緩流入圓底蒸餾瓶中，將分液漏斗蓋子蓋上。

裝好U形管，以氮氣穩定吹著，以加熱包加熱圓底蒸餾瓶並迴流約20分鐘，達穩定迴流狀態後，加熱並迴流約1小時45分鐘。關掉冷凝管中的水，持續加熱至第一個U形管有冷凝現象且有些微熱，移開分液漏斗並去除熱源。當冷凝管頂端冷卻後，移開第一個U形管冷凝管之進口，直接連接於第二個U形管冷凝管之進口，並將原先連接於第一個U形管之出口及第二個U形管冷凝管進口之連結管，接於第一個U形管冷凝管之進口。取下之第一個U形管冷凝管，加一滴甲基紅試液，並以0.1 N氫氧化鈉液滴定至呈黃色，時時振盪均勻。移開連接於第一個U形管之出口及第二個U形管冷凝管進口之連結管，接於第二個U形管冷凝管之出口，同上述方法操作第二個U形管。記錄兩次滴定量之和為S mL。另作一空白試驗，記錄0.1 N氫氧化鈉液之滴定量為B mL。依下列公式計算二氧化硫含量百分比：

$$\text{二氧化硫}(\%) = \frac{(S - B) \times 0.0032 \times 100}{W}$$

S：兩次滴定量之和(mL)

B：空白試驗之滴定量(mL)

W：檢品重量(g)

46. 乙醯基(acetyl groups)測定法

取檢品約5 g，精確稱定，置於圓底燒瓶中，加水50 mL溶解，再加數滴酚酞試液，並以0.1 N氫氧化鈉液滴定至呈永久粉紅色。加0.45 N氫氧化鈉溶液25 mL，塞住瓶口，激烈振盪30分鐘後，去除瓶塞，以少許水清洗瓶塞及瓶壁，以0.2 N鹽酸溶液滴定多餘鹼液至粉紅色消失，記錄0.2 N鹽酸之消耗量為S mL。另作一空白試驗校正之，記錄0.2 N鹽酸之消耗量為B mL。依下列公式計算乙醯基含量百分比：

$$\text{乙醯基}(\%) = (B - S) \times N \times 0.043 \times 100/W$$

N：鹽酸溶液之正確當量濃度(normality)

W：檢品重量(g)

47. 丙氯仲醇(propylene chlorohydrin)測定法

本法係測定檢品中所含之丙氯仲醇含量。

(1) 丙氯仲醇標準溶液之調製：

以注射針取丙氯仲醇約25 μL，精確稱重，注入於已加部份水之500 mL定量瓶中，注射針再稱重，以記錄丙氯仲醇之實際取量，加水定容至500 mL (使每mL約含丙氯仲醇55 μg)，臨用前配製。

(2) 檢品溶液之調製：

取檢品50.0 g於耐壓瓶中，加2 N硫酸125 mL，加蓋後攪拌均勻，於水浴煮沸10分鐘，振搖均勻後再於水浴繼續加熱15分鐘。冷卻至室溫，以25%氫氧化鈉溶液中和至pH 7，經

Whatman No. 1濾紙於布氏漏斗抽氣過濾，以水25 mL清洗濾紙及瓶壁，合併洗液及濾液，加無水硫酸鈉30 g，加攪拌子攪拌5至10分鐘，或待無水硫酸鈉完全溶解，移至500 mL分液漏斗中，以水25 mL清洗瓶壁並併入分液漏斗中。加乙醚50 mL激烈振搖後至少靜置5分鐘，將上層乙醚分離，重複上述萃取步驟5次。合併乙醚層於濃縮瓶，在50～55℃水浴濃縮至4 mL，放冷至室溫，加乙醚定容至5 mL，供作檢品溶液。

註：若有干擾物影響分析時，則乙醚萃取液於50～55℃水浴濃縮至8 mL (取代原步驟濃縮至4 mL)。另取預經130℃乾燥16小時之矽酸鎂10 g，填充於適當之層析管內，再加入無水硫酸鈉1 g於層析管上層，加乙醚25 mL濕潤之。將乙醚濃縮液加入矽酸鎂管柱，並以每次乙醚25 mL沖洗3次，收集所有流洗液，移入濃縮瓶，再濃縮至4 mL。

(3) 對照溶液之調製：

取未經修飾之糯性玉米澱粉各50 g於五個耐壓瓶中，各加2 N硫酸125 mL，分別加入丙氯仲醇各0.0、0.5、1.0、2.0及5.0 mL，使其各含丙氯仲醇0、0.5、1、2及5 ppm之對照溶液(精確計算每個耐壓瓶中丙氯仲醇之濃度)。以下之水解，中和、過濾、萃取、濃縮及定量等步驟均按照檢品溶液之方法同樣實施以製備對照溶液。

(4) 測定法：

取檢品溶液及對照溶液各2 μL，按下列操作條件進行氣相層析分析，由氣相層析圖上檢測丙氯仲醇之兩種異構物波峰之面積總和，及對照溶液之精確濃度，作成標準曲線。取檢品溶液2 μL，依上述操作步驟，自標準曲線求出對照溶液之丙氯仲醇濃度，依下列公式計算丙氯仲醇含量：

丙氯仲醇含量(ppm) = (C × a) / A

C：對照溶液之丙氯仲醇濃度(ppm)

a：檢品溶液中丙氯仲醇之波峰面積總和

A：對照品溶液中丙氯仲醇之波峰面積總和

氣相層析條件：

檢出器：火焰離子化檢出器(flame ionization detector)。

層析管：內徑3.2 mm，長度3 m之不銹鋼管柱。

層柱管用填充劑：

固定相擔體：Gas Chrom 2 (80～100 mesh)，或具相似性質之擔體。

固定相：10% Carbowax 20 M。

層析管溫度：110℃。

注入器溫度：210℃。

檢出器溫度：240℃。

移動相氣體流量：He, 25 mL/min；$H_2$, 30 mL/min；air, 350 mL/min。

48. 錳測定法

本法係檢查檢品中所含錳是否超過其規定限量，用原子吸光光度法測定。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中錳含量。

(1) 檢品溶液及標準溶液之調製：

取檢品10 g，精確稱定，置於預經0.5 N鹽酸溶液潤濕之200 mL定量三角瓶中，加0.5 N鹽酸溶液140 mL，激烈振盪15分鐘，加0.5 N鹽酸溶液定容至200 mL，振盪均勻，取此溶液約100 mL，於2000 rpm離心5分鐘，取澄清液供作檢品溶液。另取錳1.0 g，精確稱定，加0.5 N鹽酸10 mL及水10 mL，加溫溶解後，加水定容至1000 mL，取此溶液5 mL，加水定容至50 mL，再分別取5.0、10.0、15.0及20.0 mL，各加水定量至1000 mL，以配製成各含0.5、1.0、1.5及2.0 μg/mL錳之標準溶液。

(2) 測定：

將檢品溶液及標準溶液按下列操作條件利用火焰原子吸光光度法測定，對照標準曲線求出檢品溶液之對應值，所得值乘以20即為檢品中錳之含量(ppm)。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：錳中空陰極射線管

測定波長：279.5 nm

助然性氣體：空氣

可然性氣體：乙炔。

49. 磷測定法

本法係測定檢品中磷之含量。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中磷含量。

(1) 磷標準曲線之製作：

分別取磷酸鹽標準溶液5.0、10.0及15.0 mL，各依序加硝酸溶液(1→10) 10 mL、0.25%釩酸銨溶液及5%鉬酸銨溶液各10 mL，每加完1種溶液後均勻混和溶解，再加水定容至100 mL，同時配製一空白對照溶液，放置10分鐘後於波長460 nm (以空白對照溶液調整零點)測其吸光值。以磷濃度(mg/100 mL)對吸光值製成標準曲線。

(2) 檢品溶液之調製：

取檢品20～25 g於250 mL燒杯中，再加甲醇：水混合液(7：3) 200 mL溶解，激烈攪拌15分鐘後，經布氏漏斗抽氣過濾，沈澱物以甲醇：水混合液(7：3) 200 mL清洗，再將沈澱物以甲醇：水混合液(7：3) 200 mL溶解，重複上述過濾及清洗步驟。將沈澱物於50℃乾燥後研成可通過20 mesh的粉末，取此粉末5 g於120℃真空乾燥箱(100 mmHg)乾燥5小時測乾物重。另取上述經處理之檢品粉末約10 g，精確稱定，於蒸發皿中加10%醋酸鋅溶液10 mL，攪拌均勻，置電熱板上加熱至乾，再繼續升溫碳化後，於550℃灰化1～2小時，冷卻，加水15 mL濕潤，再沿皿壁徐徐加29%硝酸溶液5 mL，加熱至沸騰，放冷，移入200 mL定量瓶，以水20 mL清洗皿壁3次，洗液併入定量瓶，以水定容至200 mL。精確量取此溶液V mL (含磷量不超過1.5 mg)於100 mL定量瓶，另取水50 mL於第二支100 mL定量瓶作為空白試驗，每支定量瓶各依序加29%硝酸溶液10 mL、0.25%釩酸銨溶液及5%鉬酸銨溶液各10 mL，每加完一種溶液後，各均勻混合溶解，再加水定容至100 mL，放置10分鐘後供作檢品溶液。

(3) 測定：

各取檢品溶液及標準溶液，利用分光光度計於波長460 nm測其吸光值。依下列公式計算磷含量：

磷含量(ppm) = $(A \times 200 \times 1000) / (V \times W)$

A：檢品溶液對照標準所製成之標準曲線所得含磷含量(mg)

V：相當於不超過1.5 mg磷之經處理後之檢品溶液體積(mL)

W：檢品重量(g)

50. 非皂化物測定法

本法係定脂質中之以鹼不能皂化之脂質。

測定法：

取本品5.0 g，置於250 mL燒瓶中，加氫氧化鉀・乙醇溶液(氫氧化鉀2 g溶於乙醇40 mL)，置迴流冷凝器煮沸1小時使皂化完全後，趁熱時移入附蓋之萃取量筒內(長度30 cm，直徑3.5 cm，標有40，80及130 mL之刻度)，燒瓶分別以溫水及冷水洗至總量為80 mL，最後再以石油醚2～3mL洗燒瓶，並移入萃取量筒內，冷卻至室溫後，再加入石油醚50 mL蓋上蓋子激烈的萃取1分鐘以上，靜置使分層，分取上層液於另一500 mL分

液漏斗內，下層液加石油醚同樣操作，各激烈的萃取6次以上，合併萃取液於500 mL分液漏斗內，以10%乙醇25 mL激烈的振洗此合併萃取液，至洗液加酚酞試液呈中性，丟棄洗液，上層液移入已知重量之燒杯內，分液漏斗以乙醚10 mL潤洗，合併洗液於燒杯中，移置水浴上蒸乾，置於100℃乾燥箱內烘乾30分鐘，稱重，所得重量為未校正之非皂化物。

取上述所得殘渣加已中和之溫乙醇【含酚酞試液，並預經氫氧化鈉試液(1 N)中和至呈粉紅色】 50 mL溶解，以0.02 N氫氧化鈉液滴定之，每mL之0.02 N氫氧化鈉液相當於5.659 mg之脂肪酸(以油酸計)。

從殘渣重量減去脂肪酸重量所得的已校正之重量為檢體之非皂化物。

51. 銅試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含銅是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中銅含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550℃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。除另有規定外，另取銅標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，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。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：銅中空陰極射線管

測定波長：324.8 nm

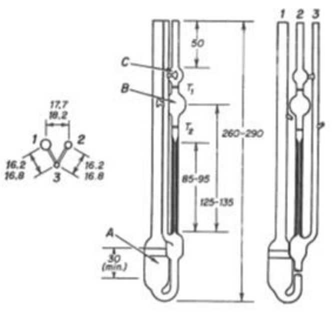
助然性氣體：空氣

可然性氣體：乙炔。

52. Dimethylpolysiloxane黏度測定法

裝置：

如圖所示Ubbelohde黏度計或選用Cannon-Ubbelohde黏度計。有最小流動時間為200秒，黏度單位從300到600釐史(centistokes)。No.3型Ubbelohde或No.400型Cannon-Ubbelohde黏度計，以垂直的支撐架支撐。




A：指示適合操作時液體之最大及最小容量。

B：球狀物之容量約為5 mL。

C：已知黏度之油。

圖、Ubbelohde黏度計(單位：mm)

黏度計之校正：

使用C內已知黏度的油(儘可能選擇與檢品黏度相近的油)測定黏度計黏度常數。將垂直的黏度計裝置傾斜30°，然後從1管導入足夠量的檢品使流滿到下面低的標線，當黏度計回正至垂直位置後，檢品流至1管時不可高過高的標線，並充滿U型底部，不可有空氣。

當黏度計在恆溫槽使檢品恆溫至25±0.2℃後，用手指壓住第3號管上，並從第2管吸引，直到液體流至C中心。移開第2管上之吸引，然後從第3號管移開手指，並再壓在第2號管上，直到檢液由毛細管下端滴完後，移開手指頭，並精確測量如圖示($T_1$)段及($T_2$)段之時間，記錄時間位數至0.1秒。依下式計算黏度計黏度常數C。

$C = cs/ t_1$

cs：黏度 (contistokes)

$t_1$：標準液流出時間(秒)

Dimetylpolysiloxane黏度測定：

黏度測定依上述校正方法，測定檢品流出時間，並依下式計算dimetylpolysiloxane 之黏度。

Dimetylpolysiloxane之黏度＝$C \times t_2$

C：黏度計黏度常數

$t_2$：檢品流出時間

53. 鐵試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鐵是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鐵含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550℃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。除另有規定外，另取鐵標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，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。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鐵中空陰極射線管

測定波長：248.3 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔

54. 鎘試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鎘是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鎘含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550℃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。除另有規定外，另取鎘標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，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。

操作條件：

光源燈管：鎘中空陰極射線管。

分析波長：228.8 nm。

助燃性氣體：空氣。

可燃性氣體：乙炔。

55. 鎳試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鎳是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鎳含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550℃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。除另有規定外，另取鎳標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，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。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鎳中空陰極射線管

分析波長：231.6 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔

56. 鋅試驗法(原子吸光分光光度法)：

本法係檢查檢品中所含鋅是否超過其規定限量，用原子吸光分光光度法測定。並以重量百萬分率(ppm)表示之。除本法外，亦可依衛生福利部公告之「重金屬檢驗方法總則」分析檢品中鋅含量。

(1) 檢品溶液及對照溶液之調製：

除另有規定外，按下述方法調製檢品溶液。

取規定量檢品，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，徐徐加熱至不再生硫酸白煙，移入電器爐以450～550℃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。除另有規定外，另取鋅標準溶液1.0 mL，加稀硝酸(1→150)使成10 mL，供作對照溶液。

(2) 試驗：

除另有規定外，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。

原子吸光分析測定條件：

光源燈管：鋅中空陰極射線管

分析波長：213.9 nm

助燃性氣體：空氣

可燃性氣體：乙炔