

食品器具、容器、包裝檢驗方法－聚氯乙烯之檢驗修正總說明

為加強食品器具、容器、包裝之管理，並依據食品衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，由中央主管機關定之」，爰擬具「食品器具、容器、包裝檢驗方法－聚氯乙烯之檢驗」，其修正要點如下：

- 一、鉛及鎘之檢驗：增列儲存瓶、硝酸溶液之配製、標準溶液之配製濃度範圍及含量測定。
- 二、二丁錫化物、甲酚磷酸酯、氯乙烯單體之檢驗：檢驗方法由氣相層析法修正為氣相層析質譜儀分析之方法，其他裝置、試藥、器具及材料等內文一併修正。
- 三、高錳酸鉀消耗量之檢驗：增列容量瓶及試劑之調製，修正測定。
- 四、重金屬之檢驗：增列容量瓶及試劑之調製，修正鉛標準溶液之配製及可盛裝液體容器類之檢液之調製。
- 五、蒸發殘渣之檢驗：增列試劑之調製，修正含量測定。
- 六、修正鉛、鎘及二丁錫化物之定量極限。
- 七、增列附註二及三。

食品器具、容器、包裝檢驗方法－聚氯乙烯之檢驗修正對照表

修正規定	現行規定	說明
1. 適用範圍：本檢驗方法適用於聚氯乙烯塑膠類食品器具、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：<u>檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。</u> 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$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$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；<u>去離子水(比電阻於25°C可達$18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$以上)；鉛對照用標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。</u> 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^(註)：10 mL、<u>50 mL及100 mL</u>，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. <u>0.1N硝酸溶液之調製：</u> <u>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。</u>	1. 適用範圍：本檢驗方法適用於聚氯乙烯塑膠類食品器具、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：原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS) 3.1.1.1 裝置： 3.1.1.1.1 原子吸收光譜儀(Atomic absorption spectrophotometer)：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$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$以內者。 3.1.1.1.3 加熱板(Hot plate)。 3.1.1.1.4 <u>去離子水製造器(Deionized water generator)：製造去離子水之電阻係數可達$18\text{ m}\Omega/\text{cm}$以上。</u> 3.1.1.2 器具及材料： 3.1.1.2.1 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.1.1.2.2 容量瓶^(註)：10 mL、100 mL，pyrex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。 3.1.1.3 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級，鉛標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 3.1.1.4 標準溶液之配製： 精確量取<u>適量</u>鉛標準品，以0.1N硝酸溶液稀釋為<u>濃度$2.0\sim 10.0$</u>	一、鉛及鎘之檢驗：增列儲存瓶、硝酸溶液之配製、標準溶液之配製濃度範圍及含量測定。 二、二丁錫化物、甲酚磷酸酯、氯乙烯單體之檢驗：檢驗方法由氣相層析法修正為氣相層析質譜儀分析之方法，其他裝置、試藥、器具及材料等內文一併修正。 三、高錳酸鉀消耗量之檢驗：增列容量瓶及試劑之調製，修正測定。 四、重金屬之檢驗：增列容量瓶及試劑之調製，修正鉛標準溶液之配製及可盛裝液體容器類之檢液之調製。 五、蒸發殘渣之檢驗：增列試劑

3.1.1.5. 標準溶液之配製： 精確量取<u>鉛對照用標準品</u>1 mL，置於50 mL容量瓶中，以0.1N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0.1N硝酸溶液稀釋至0.5~10 µg/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0.1N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處測定其吸光度，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)： $\text{檢體中鉛之含量 (ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$ 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：<u>檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。</u> 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	µg/mL，供作標準溶液。 3.1.1.5 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0.1N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸10滴，同樣操作，供作空白檢液。 3.1.1.6 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處測定其吸光度，就檢液扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)。 $\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度(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：<u>原子吸收光譜法(atomic absorption spectrophotometry, AAS)</u> 3.2.1.1 裝置： 3.2.1.1.1 原子吸收光譜儀(Atomic absorption spectrophotometer)：具波長228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管者。	之調製，修正含量測定。 六、修正鉛、鎘及二丁錫化物之定量極限。 七、增列附註二及三。
---	--	---

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$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$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$18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$以上)；鎘對照用標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)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^(註)：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，再以往去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.2.1.4. 0.1N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： 精確取鎘對照用標準品1 mL，置於50 mL容量瓶中，以0.1N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0.1N硝酸溶液稀釋至$0.05 \sim 1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$，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°C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0.1N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。	3.2.1.1.2 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在$\pm 1.5^{\circ}\text{C}$以內者。 3.2.1.1.3 加熱板(Hot plate)。 3.2.1.1.4 去離子水製造器 (Deionized water generator)：製造去離子水之電阻係數可達$18\text{ m}\Omega/\text{cm}$以上。 3.2.1.2 器具及材料： 3.2.1.2.1 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。 3.2.1.2.2 容量瓶^(註)：10 mL、100 mL，pyrex 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，再以往去離子水潤洗後，乾燥備用。 3.2.1.3 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級，鎘標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。 3.2.1.4 標準溶液之配製： 精確量取適量鎘標準品，以0.1N硝酸溶液稀釋為濃度$0.2 \sim 1.0\text{ }\mu\text{g/mL}$，供作標準溶液。 3.2.1.5 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°C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0.1N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一坩堝，滴加硫酸10滴，同樣操作，供作空白檢液。 3.2.1.6 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處測定其吸光度，就檢液扣除空白檢液測定值後與標準溶液所得吸光值比較之，依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)。	
--	--	--

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處測定其吸光度，就檢液及空白檢液之吸光值，依下列計算式求出檢體中鎘之含量(ppm)： $\text{檢體中鎘之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$ 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) 3.3. 二丁錫化物之檢驗： 3.3.1. 檢驗方法：檢體經萃取及衍生化後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)分析之方法。 3.3.1.1. 裝置： 3.3.1.1.1. 氣相層析質譜儀： 3.3.1.1.1.1. 離子源：電子撞擊離子化(electron impact ionization)。 3.3.1.1.1.2. 層析管：DB-5 MS毛細管，內膜厚度0.25 μm，內徑0.25 mm×30 m，或同級品。 3.3.1.1.2. 吹氣濃縮裝置(Nitrogen evaporator)。 3.3.1.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。 3.3.1.1.4. 振盪器(Shaker)。 3.3.1.2. 試藥：四氫呋喃(tetrahydrofuran)、正己烷及乙醇均採用殘量分析級；無水醋酸鈉、冰醋酸、二乙基二硫代氨基甲酸鈉(sodium diethyldithiocarbamate trihydrate)及四乙基硼化鈉(sodium tetraethylborate)均採用試藥特級；二氯二丁錫(dibutyltin dichloride)對照用標準品；氯化三丙基錫(tri-n-propyltin chloride)內部標準品。	檢體中鎘之含量(ppm) = $\frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 3.3 二丁錫化物之檢驗： 3.3.1 檢驗方法：氣相層析法(gas chromatography, GC) 3.3.1.1 裝置： 3.3.1.1.1 氣相層析儀(Gas chromatograph)： 3.3.1.1.1.1 檢出器：火焰光度檢出器(flame photometric detector, FPD)，附有波長 394 nm 之硫選擇性濾光鏡或波長 610 nm 之錫選擇性濾光鏡。 3.3.1.1.1.2 層析管：DB-608 毛細管，內膜厚度 0.83 μm，內徑 0.53 mm×30 m，或同級品。 3.3.1.1.2 迴流冷凝器 (Reflux condenser)。 3.3.1.1.3 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。 3.3.1.2 試藥：硫酸、乙醚、葛林納試劑 (Grignard reagent, ethylmagnesium bromide, 3 mol/L)、二氯二丁錫(dibutyltin dichloride)均採用試藥特級，亞硫酸鈉及無水硫酸鈉均採用試藥級，四氫化呋喃(tetrahydrofuran)及正己烷均採用氣相層析級。 3.3.1.3 衍生化標準溶液之配製： 3.3.1.3.1 標準溶液之配製：	
---	--	--

3.3.1.3. 器具及材料： 3.3.1.3.1. 容量瓶：10 mL 及 50 mL，Pyrex 材質。 3.3.1.3.2. 反應瓶：100 mL，Pyrex 材質，附 Teflon 瓶蓋。 3.3.1.3.3. 濾紙。 3.3.1.4. 試劑之調製： 3.3.1.4.1. 助萃溶液： 稱取二乙基二硫代氨基甲酸鈉 3 g，以乙醇溶解使成至 50 mL。 3.3.1.4.2. 醋酸緩衝溶液： 稱取無水醋酸鈉 16.4 g，加去離子水 190 mL 溶解，以冰醋酸調整 pH 值至 4.5，再加去離子水使成 200 mL。 3.3.1.4.3. 衍生化溶液： 稱取四乙基硼化鈉 1 g，以四氫呋喃溶解使成 10 mL。 3.3.1.5. 內部標準溶液之配製： 取氯化三丙基錫內部標準品約 10 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至 10 mL，作為內部標準原液。臨用時，取適量內部標準原液以乙醇稀釋至 10 µg/mL，供作內部標準溶液。 3.3.1.6. 標準溶液之配製： 取二氯二丁錫對照用標準品約 10 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至 10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時，取適量標準原液及內部標準溶液，以乙醇稀釋至 0.5~2 µg/mL (含內部標準溶液 2 µg/mL)，供作標準溶液。 3.3.1.7. 衍生化標準溶液之配製： 精確量取不同濃度之標準溶液各 1 mL，分別置於反應瓶中，加乙醇 20 mL，混勻後，加醋酸緩衝溶液 20 mL 及衍生化溶液 0.2 mL，於室溫時時輕搖反應 10 分鐘。加正己烷 10 mL，以振盪器振盪 10 分鐘，取正己烷層。下層液再加正己烷 10 mL，同樣操作一次，合併正己烷層，於 40°C 水浴濃縮至乾，殘留物以正己烷 1 mL 溶解，並加亞硫酸	取二氯二丁錫約 10 mg，精確稱定，以正己烷溶解並定容至 100 mL，作為標準原液。使用時，再以正己烷稀釋至 0.5~10 µg/mL，供作標準溶液。 3.3.1.3.2 衍生化反應： 取標準溶液各 1 mL，分別置於 25 mL 共栓試管中，加葛林納試劑 1 mL，慢慢振盪混合，於室溫下靜置 30 分鐘後，於反應液逐滴加入 0.5M 硫酸溶液 10 mL，再加水 10 mL 及正己烷 5 mL，振搖混合均勻後，取正己烷層，下層再以正己烷 5 mL 同樣操作，合併正己烷層，以無水硫酸鈉脫水，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，以正己烷 2 mL 溶解，並加亞硫酸鈉約 0.1 g，供作衍生化標準溶液。 3.3.1.4 檢液之調製： 3.3.1.4.1 萃取： 將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於 150 mL 共栓燒瓶中，加四氫化呋喃 30 mL 使之溶解，加正己烷 150 mL 使樹脂析出，過濾，以少量正己烷洗濾紙及燒瓶，合併濾液及洗液，於 40°C 水浴中減壓濃縮至乾，殘留物以乙醚 2 mL 溶解，並置於 25 mL 共栓試管中，供衍生化用。 3.3.1.4.2 衍生化反應： 於 3.3.1.4.1 節供衍生化反應之溶液，加葛林納試劑 1 mL，以下依 3.3.1.3.2 節進行衍生化反應，以正己烷 2 mL 溶解，並加亞硫酸鈉約 0.1 g，供作檢液。 3.3.1.5 含量測定： 精確量取檢液及衍生化標準溶液各 1 µL，分別注入氣相層析儀中，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與衍生化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二丁錫化物之含量(ppm)^(註)。 檢體中二丁錫化物之含量(ppm)	
--	--	--

鈉約 0.1 g，供作衍生化標準溶液。 3.3.1.8. 檢液之調製： 3.3.1.8.1. 萃取： 將檢體細切成 5 mm 以下之小塊，取約 1 g，精確稱定，置於反應瓶中，加入乙醇 20 mL、助萃溶液 0.1 mL 及內部標準溶液 0.2 mL，於室溫以超音波振盪 1 小時，經濾紙過濾後，取濾液供衍生化用。 3.3.1.8.2. 衍生化反應： 於 3.3.1.8.1. 節供衍生化用溶液中，加入醋酸緩衝溶液 20 mL 及衍生化溶液 0.2 mL，於室溫下，時時輕搖反應 10 分鐘。依 3.3.1.7 節進行衍生化反應，供作檢液。 3.3.1.9. 標準曲線之製作： 精確量取衍生化標準溶液各 1 μL，注入氣相層析質譜儀中，依下列條件進行分析，就二氯二丁錫與內部標準品之波峰面積比，與對應之二氯二丁錫濃度製作標準曲線。 氣相層析質譜測定條件^(註)： 層析管溫度： 初溫：50℃ 初溫時間：2 min <table border="1"> <thead> <tr> <th>升溫速率 (°C/min)</th> <th>末溫 (°C)</th> <th>末溫時間 (min)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>30</td> <td>120</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>180</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>230</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>300</td> <td>3</td> </tr> </tbody> </table> 移動相氦氣流速：1 mL/min。 注入器溫度：280℃。 介面溫度：250℃。 離子源溫度：280℃。 離子化模式：電子撞擊(electron impact)，70 eV。 注入模式：不分流(splitless)。 偵測模式：選擇性離子偵測(selective ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表： <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析物</th> <th>定量離子 (m/z)</th> <th>定性離子 (m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>二氯二丁錫</td> <td>179</td> <td>263、235、149</td> </tr> <tr> <td>氯化三丙基錫(I.S.)</td> <td>249</td> <td>—</td> </tr> </tbody> </table>	升溫速率 (°C/min)	末溫 (°C)	末溫時間 (min)	30	120	1	30	180	1	30	230	1	30	300	3	分析物	定量離子 (m/z)	定性離子 (m/z)	二氯二丁錫	179	263、235、149	氯化三丙基錫(I.S.)	249	—	$= \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中二氯二丁錫之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 氣相層析測定條件： 層析管溫度：初溫：120℃，3 min 溫度上升速率：20℃/min 終溫：240℃，5 min 檢出器溫度：280℃ 注入器溫度：280℃ 移動相氣體氦氣流速：20 mL/min 燃燒用氣體氦氣流速：30 mL/min 助燃用氣體空氣流速：300 mL/min 註：檢體中二丁錫化物之含量以二氯二丁錫計。	
升溫速率 (°C/min)	末溫 (°C)	末溫時間 (min)																								
30	120	1																								
30	180	1																								
30	230	1																								
30	300	3																								
分析物	定量離子 (m/z)	定性離子 (m/z)																								
二氯二丁錫	179	263、235、149																								
氯化三丙基錫(I.S.)	249	—																								

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。

3.3.1.10. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及衍生化標準溶液各 1 µL，分別注入氣相層析質譜儀中，依 3.3.1.9.節條件進行分析，就檢液與衍生化標準溶液所得波峰之滯留時間及選擇性離子偵測相對離子強度鑑別之，並依下列計算式求出檢體中二丁錫化物之含量(ppm)：

$$\text{檢體中二丁錫化物之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

M

C：由標準曲線求得檢液中二氯二丁錫之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

註：1. 檢體中二丁錫化物之含量以二氯二丁錫計。

2. 相對離子強度由定性離子與定量離子之波峰面積相除而得(≤100%)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	±10
> 20~50	±15
> 10~20	±20
≤ 10	±50

3.4. 甲酚磷酸酯之檢驗：

3.4.1. 檢驗方法：檢體經萃取後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS)分析之方法。

3.4.1.1. 裝置：

3.4.1.1.1. 氣相層析質譜儀：

3.4.1.1.1.1. 離子源：電子撞擊離子化(electron impact ionization)。

3.4.1.1.1.2. 層析管：HP-INNOWax毛細管，內膜厚度 0.25 µm，內徑 0.25 mm × 30 m，或同級品。

3.4.1.1.2. 迴流冷凝裝置(Reflux condenser)。

3.4.1.1.3. 減壓濃縮裝置(Rotary

3.4 甲酚磷酸酯之檢驗：

3.4.1 檢驗方法：氣相層析法(gas chromatography, GC)

3.4.1.1 裝置：

3.4.1.1.1 氣相層析儀 (Gas chromatograph)：

3.4.1.1.1.1 檢出器：火燄離子檢出器(flame ionization detector, FID)。

3.4.1.1.1.2 層析管：Chromosorb W (80~100 mesh)上覆被有 10% 三甲苯磷酸酯(tricresyl phosphate)及 0.5%磷酸之玻璃管或不銹鋼管，內徑 3~4 mm × 3 m，或同級品。

3.4.1.1.2 迴流冷凝器(Reflux condenser)。

evaporator)。 3.4.1.2. 試藥：乙醇及硫酸均採用試藥特級；乙醚、四氫呋喃(tetrahydrofuran)及氫氧化鉀均採用試藥級；鄰甲酚(<i>o</i>-methyl phenol)、間甲酚(<i>m</i>-methyl phenol)及對甲酚(<i>p</i>-methyl phenol)對照用標準品。 3.4.1.3. 器具及材料： 3.4.1.3.1. 容量瓶：100 mL。 3.4.1.3.2. 共栓燒瓶：250 mL。 3.4.1.3.3. 分液漏斗：250 mL。 3.4.1.3.4. 濾紙。 3.4.1.4. 試劑之調製： 3.4.1.4.1. 0.5N氫氧化鉀乙醇溶液：稱取氫氧化鉀35 g，以水30 mL溶解，再加乙醇使成1000 mL。 3.4.1.4.2. 1N硫酸溶液：取硫酸13.9 mL，緩緩加入去離子水300 mL中，再加去離子水使成500 mL。 3.4.1.5. 標準溶液之配製：稱取鄰甲酚、間甲酚及對甲酚對照用標準品各約0.1 g，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，以乙醇溶解並定容至100 mL，作為標準原液。臨用時，取適量標準原液以乙醇稀釋至2~200 µg/mL，供作標準溶液。 3.4.1.6. 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，置於共栓燒瓶中，加四氫呋喃15 mL溶解，再加乙醇150 mL，使樹脂析出後，以濾紙過濾，再以少量乙醇清洗燒瓶並過濾，合併濾液，於40℃減壓濃縮至乾，殘留物以乙醇5 mL溶解，置於共栓燒瓶中，加0.5N氫氧化鉀乙醇溶液60 mL，加熱迴流2小時，冷卻後，加水30 mL，減壓濃縮至約30 mL，以1N硫酸溶液調整至pH 3，移入分液漏斗中，共栓燒瓶以每次乙醚20 mL洗滌兩次，洗液併入分液漏斗中，激烈振盪後靜置分離，下層液移入另一分液漏斗中，再以每次乙醚40 mL萃取兩次，合併乙醚層，於40℃水浴減壓濃縮至約1 mL，再加入乙醇並定容至5 mL，供作檢液。	3.4.1.1.3 減壓濃縮裝置(Rotary evaporator)。 3.4.1.2 試藥：乙醇及硫酸採用試藥特級，鄰甲酚(<i>o</i>-methyl phenol)、間甲酚(<i>m</i>-methyl phenol)、對甲酚(<i>p</i>-methyl phenol)、乙醚、四氫呋喃(tetrahydrofuran)及氫氧化鉀均採用試藥級。 3.4.1.3 0.5N氫氧化鉀乙醇溶液之配製：稱取氫氧化鉀35 g，以水30 mL溶解，加乙醇使成1000 mL。 3.4.1.4 標準溶液之配製：精確稱取鄰甲酚、間甲酚及對甲酚各約0.294 g，共置100 mL容量瓶中，以乙醇溶解並定容至100 mL，作為標準原液(相當於甲酚磷酸酯10000 µg/mL)。使用時，以乙醇稀釋至200~2000 µg/mL，供作標準溶液。 3.4.1.5 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，置於共栓燒瓶中，加四氫呋喃15 mL，使之溶解，加乙醇150 mL，使析出樹脂後過濾，以少量乙醇清洗燒杯，並過濾，合併濾液，於40℃減壓濃縮至乾，殘留物以乙醇5 mL溶解，置於共栓燒瓶中，加0.5N氫氧化鉀乙醇溶液60 mL，加熱迴流2小時，冷卻後，加水30 mL，減壓濃縮至約30 mL，以1N硫酸調整至pH 3，移入分液漏斗中，共栓燒瓶以每次乙醚20 mL洗滌兩次，洗液併入分液漏斗中，激烈振盪後靜置分離，下層液移入另一分液漏斗中，再以每次乙醚40 mL萃取兩次，合併乙醚層，於40℃水浴減壓濃縮至約1 mL，再加入乙醇並定容至5 mL，供作檢液。 3.4.1.6 含量測定：精確量取檢液及標準溶液各5 µL，分別注入氣相層析儀，參照下列條件進行氣相層析，就檢液與標	
---	---	--

振盪後靜置分離，下層液移入另一分液漏斗中，再以每次乙醚 40 mL 萃取兩次，合併乙醚層，於 40℃ 水浴減壓濃縮至約 0.5 mL，再加入乙醇並定容至 5 mL，供作檢液。 3.4.1.7. <u>鑑別試驗及含量測定</u>： 精確量取檢液及標準溶液各 1 μL，分別注入氣相層析質譜儀，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及選擇性離子偵測相對離子強度^(註1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中甲酚磷酸酯之含量(ppm)： 檢體中甲酚磷酸酯之含量 $(\text{ppm}) = \frac{\sum C \times V}{M} \times 1.135$ $\sum C$：由標準曲線求得檢液中鄰甲酚、間甲酚及對甲酚之濃度總和(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 1.135：甲酚磷酸酯分子量與鄰甲酚、間甲酚及對甲酚之總分子量比值 氣相層析質譜測定條件^(註2)： 層析管溫度：初溫：100℃，1 min； 升溫速率：30℃/min； 中溫：150℃，10 min； 升溫速率：30℃/min； 終溫：260℃，3 min。 移動相氮氣流速：1 mL/min。 注入器溫度：260℃ 介面溫度：260℃。 離子源溫度：230℃。 離子化模式：電子撞擊(electron impact)，70 eV。 注入模式：分流(split)，50：1。 偵測模式：選擇性離子偵測(selective ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表：	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酚磷酸酯之含量(ppm)。 檢體中甲酚磷酸酯之含量(ppm) $= \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中甲酚磷酸酯之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 氣相層析測定條件： 層析管溫度：140℃ 檢出器溫度：220℃ 注入器溫度：220℃ 移動相氣體氮氣流速：30 mL/min 燃燒用氣體氫氣流速：30 mL/min 助燃用氣體空氣流速：300 mL/min	
---	---	--

分析物	定量離子 (<i>m/z</i>)	定性離子 (<i>m/z</i>)
鄰甲酚、間 甲酚、對甲 酚	107	108、90、 79

註：1. 相對離子強度由定性離子與
定量離子之波峰面積相除而得
(≤100%)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	±10
> 20~50	±15
> 10~20	±20
≤ 10	±50

2. 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。

3.5. 氯乙烯單體之檢驗：

3.5.1. 檢驗方法：檢體經萃取後，
以 氣 相 層 析 質 譜 儀 (gas
chromatograph/mass spectrometer,
GC/MS)分析之方法。

3.5.1.1. 裝置：

3.5.1.1.1. 氣相層析質譜儀：

3.5.1.1.1.1. 離子源：電子撞擊游離
子化法(electron impact ionization)。

3.5.1.1.1.2. 層析管：DB-624 毛細
管，內膜厚度 1.4 μm，內徑 0.25 mm
×30 m，或同級品。

3.5.1.2. 試藥：乙醇及四氫呋喃
(tetrahydrofuran)均採用氣相層析
級；氯 乙 烯 單 體 對 照 用 標 準 品
(vinyl chloride monomer, 50 μg/mL
in ethanol)。

3.5.1.3. 器具及材料：

3.5.1.3.1. 容量瓶：20 mL及50 mL。

3.5.1.4. 標準溶液之配製：

精確量取氯乙烯單體對照用標準
品，以預冷至5℃以下之乙醇稀釋
至0.01~1 μg/mL，供作標準溶
液，保存於-20℃冷凍庫中，臨時時

3.5 氯 乙 烯 單 體 之 檢 驗：

3.5.1 檢驗方法：氣相層析法(gas
chromatography, GC)

3.5.1.1 裝置：

3.5.1.1.1 氣相層析儀(Gas
chromatograph)：

3.5.1.1.1.1 檢出器：火燄離子檢出
器(flame ionization detector, FID)

3.5.1.1.1.2 層析管：Chromosorb W
(80~100 mesh)上覆被有 15~20%
聚乙二醇(polyethylene glycol)之玻
璃管或不銹鋼管，內徑 3~4 mm ×
2 m，或同級品。

3.5.1.2 試藥：乙醇及四氫化呋喃
(tetrahydrofuran)均採用氣相層析
級，氯 乙 烯 單 體 對 照 用 標 準 品
(vinyl chloride monomer, 50 μg/mL
in ethanol)。

3.5.1.3 標準溶液之配製：

精確量取氯乙烯單體對照用標準
品，以預冷至5℃以下之乙醇稀釋至
0.05~1 μg/mL，供作標準溶液，
保存於冷凍庫中。

3.5.1.4 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 20 mL
容量瓶中，加入適量四氫化呋喃，
置於冷處，時時輕搖，溶解後加入
預冷至 5℃ 以下之四氫化呋喃定容

配製。 3.5.1.5. 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 20 mL 容量瓶中，加入適量四氫呋喃，置於冷處，時時輕搖，溶解後以預冷至 5°C 以下之四氫呋喃定容，保存於 -20°C 冷凍庫中，供作檢液。 3.5.1.6. 鑑別試驗及含量測定： 精確量取檢液及標準溶液各 1 μL，分別注入氣相層析質譜儀中，依下列條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及選擇性離子偵測相對離子強度^(註 1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中氯乙烯單體之含量(ppm)： $\text{檢體中氯乙烯單體之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中氯乙烯單體之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 氣相層析質譜測定條件^(註 2)： 層析管溫度：初溫：35°C，1 min；升溫速率：7°C/min；中溫：70°C，0 min；升溫速率：60°C/min；終溫：250°C，1 min。 移動相流速：氦氣，1 mL/min。 注入器溫度：220°C 介面溫度：220°C 離子源溫度：230°C。 離子化模式：電子撞擊(electron impact)，70 eV。 注入模式：分流(split)，10：1。 偵測模式：選擇性離子偵測(selective ion monitoring, SIM)，偵測離子如下表： <table border="1"> <thead> <tr> <th>分析物</th> <th>定量離子 (m/z)</th> <th>定性離子 (m/z)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>氯乙烯單體</td> <td>62</td> <td>64、63</td> </tr> </tbody> </table> 註：1. 相對離子強度由定性離子與	分析物	定量離子 (m/z)	定性離子 (m/z)	氯乙烯單體	62	64、63	至 20 mL，保存於冷凍庫中，供作檢液。 3.5.1.5 含量測定： 精確量取檢液及標準溶液各 10 μL，分別注入氣相層析儀中，參照下列測定條件進行氣相層析，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氯乙烯單體之含量(ppm)。 $\text{檢體中氯乙烯單體之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$ C：由標準曲線求得檢液中氯乙烯單體之濃度(μg/mL) V：檢體最後定容之體積(mL) M：取樣分析檢體之重量(g) 氣相層析測定條件： 層析管溫度：60~70°C 檢出器溫度：200°C 注入器溫度：150°C 移動相氣體氮氣流速：30 mL/min 燃燒用氣體氫氣流速：30 mL/min 助燃用氣體空氣流速：300 mL/min	
分析物	定量離子 (m/z)	定性離子 (m/z)						
氯乙烯單體	62	64、63						

定量離子之波峰面積相除而得
($\leq 100\%$)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 10
$> 20 \sim 50$	± 15
$> 10 \sim 20$	± 20
≤ 10	± 50

2. 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。

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 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 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：

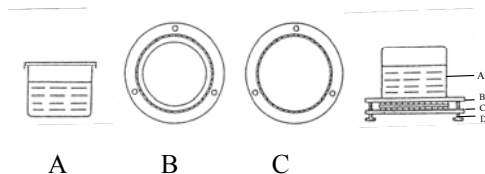
4.1.1.3.1. 單面溶出器具：依圖一各部分組成：

A：移行槽，玻璃製，內徑 9 cm (表面積為 63.62 cm^2)，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. 溶出試驗：

4.1 高錳酸鉀消耗量之檢驗：

4.1.1 檢驗方法：滴定法(titrimetry)

4.1.1.1 裝置：

4.1.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.1.1.2 器具及材料：

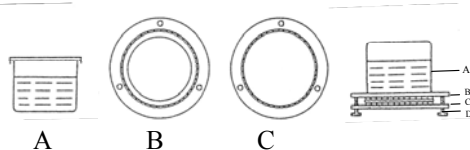
4.1.1.2.1 單面溶出器具：依圖一各部分組成：

A：移行槽，玻璃製，內徑 9 cm (表面積為 63.62 cm^2)，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

4.1.1.2.2 三角燒瓶：250 mL。

4.1.1.2.3 滴定管：25 mL，最小刻度為 0.05 mL，褐色。

4.1.1.3 試藥：高錳酸鉀及草酸鈉均採用試藥特級，硫酸採用試藥級。

4.1.1.4 檢液之調製：

4.1.1.4.1 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

4.1.1.3.4. 容量瓶：1000 mL。

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. 0.01N 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 0.01N 草酸鈉溶液標定其
力價。

4.1.1.4.3. 0.01N 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 cm^2 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
水浴中，並時時輕搖，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 cm^2 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
------	----

之預先加熱至規定溫度之水，或
以表面積每 cm^2 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
水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後
取出溶出液，供作檢液。

4.1.1.4.2 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 cm^2 為
單位，加入預先加熱至規定溫度
之水 2 mL，以下同 4.1.1.4.1 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°C，30 分鐘	食品製造加工或調理 等過程中之使用溫度 為 100°C 以下者
95°C，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

4.1.1.5 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
0.01N 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 0.01N 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 0.01N
草酸鈉溶液 10 mL 脫色，

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	並立即滴加 0.01N 高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為 0.01N 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)。	
95℃, 30 分鐘	食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為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 0.01N 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 0.01N 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 0.01N 草酸鈉溶液 10 mL 脫色，並立即滴加 0.01N 高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為 0.01N 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) = $\frac{(a - b) \times f \times 1000}{100} \times 0.316$ a：檢液之 0.01N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) b：空白試驗之 0.01N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) f：0.01N 高錳酸鉀溶液之力價 $\frac{(a - b) \times f \times 1000 \times 0.316 \times V}{100 \times 2 \times A}$ a：檢液之 0.01N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) b：空白試驗之 0.01N 高錳酸鉀溶液滴定量(mL) f：0.01N 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：<u>檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。</u> 4.2.1.1 裝置： 4.2.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在±1℃以內者。 4.2.1.1.2 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：冰醋酸採用試藥特
---	---

級；<u>硝酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級</u>；<u>去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 MΩ·cm 以上)</u>；<u>鉛對照用標準品(1000 µg/mL)採用原子吸光分析級。</u> 4.2.1.3. <u>器具及材料：</u> 4.2.1.3.1. <u>單面溶出器具：同 4.1.1.3.1 節。</u> 4.2.1.3.2. <u>納氏比色管(Nessler tube)：50 mL，內徑為 20 mm，並附有刻度者。</u> 4.2.1.3.3. <u>容量瓶：100 mL，Pyrex 材質。</u> 4.2.1.4. <u>試劑之調製：</u> 4.2.1.4.1. <u>0.1N 硝酸溶液：</u> <u>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。</u> 4.2.1.4.2. <u>硫化鈉溶液：</u> <u>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。</u> 4.2.1.4.3. <u>4%醋酸溶液：</u> <u>取冰醋酸 40 mL，加去離子水使成 1000 mL。</u> 4.2.1.5. <u>鉛標準溶液之配製：</u> <u>精確量取適量鉛對照用標準品，以 0.1N 硝酸溶液稀釋至 10 µg/mL，供作標準溶液。</u> 4.2.1.6. <u>檢液之調製：</u> 4.2.1.6.1. <u>可盛裝液體容器類：</u> <u>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，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，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。</u> 4.2.1.6.2. <u>單層薄膜及薄板類：</u> <u>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</u>	4.2.1.2 <u>器具及材料：</u> 4.2.1.2.1 <u>單面溶出器具：同 4.1.1.2.1 節。</u> 4.2.1.2.2 <u>納氏比色管 (Nessler tube)：50 mL，內徑為 20 mm，並附有刻度者。</u> 4.2.1.3 <u>試藥：冰醋酸及硝酸鉛均採用試藥特級，硝酸、硫化鈉及甘油均採用試藥級。</u> 4.2.1.4 <u>鉛標準溶液之配製：</u> <u>精確稱取硝酸鉛 159.8 mg，溶於 10%硝酸溶液 10 mL，再加水並定容至 1000 mL，作為標準原液(含鉛 100 µg/mL)^(註)。使用時，精確量取標準原液 10 mL，加水定容至 100 mL，供作標準溶液(含鉛 10 µg/mL)。</u> <u>註：本溶液之調製及保存均須使用不含可溶性鉛鹽之玻璃器具。</u> 4.2.1.5 <u>硫化鈉溶液之配製：</u> <u>稱取硫化鈉 5 g，溶於水 10 mL，加甘油 30 mL 混合，密封貯存於避光處，使用期限 3 個月。</u> 4.2.1.6 <u>檢液之調製：</u> 4.2.1.6.1 <u>可盛裝液體容器類：</u> <u>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，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，30 分鐘後取出溶出液，供作檢液。</u> 4.2.1.6.2 <u>單層薄膜及薄板類：</u> <u>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</u>	
---	--	--

為檢體之面積，以每 cm^2 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°C 以下者
95°C，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 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 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。

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°C 以下者
95°C，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 並加水至 50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液兩滴，振搖混合，放置兩分鐘，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：重量法(gravimetry)

4.3.1.1 裝置：

4.3.1.1.1 水浴(Water bath)：溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.3.1.1.2 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，其溫差在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 以內者。

4.3.1.2 器具及材料：

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 cm^2 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，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，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 cm^2 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。	4.3.1.2.1 單面溶出器具：同 4.1.1.2.1 節。 4.3.1.2.2 蒸發皿：材質為石英或白金製。 4.3.1.3 試藥：乙醇、冰醋酸及正庚烷均採用試藥特級。 4.3.1.4 檢液之調製： 4.3.1.4.1 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 cm^2 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，置於規定溫度之水浴中，並時時輕搖，於規定時間後取出溶出液，供作檢液。 4.3.1.4.2 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 cm^2 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 4.3.1.4.1 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。 表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件 <table border="1" data-bbox="655 1805 1142 2029"> <tr> <th>用途別</th><th>溶出用溶劑</th><th>溶出條件</th></tr> <tr> <td rowspan="2">pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝</td><td rowspan="2">水</td><td>60°C，30 分鐘^a</td></tr> <tr> <td>95°C，30 分鐘^b</td></tr> </table>	用途別	溶出用溶劑	溶出條件	pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝	水	60°C，30 分鐘 ^a	95°C，30 分鐘 ^b	
用途別	溶出用溶劑	溶出條件							
pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝	水	60°C，30 分鐘 ^a							
		95°C，30 分鐘 ^b							

表三、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件

用途別	溶出用溶劑	溶出條件
pH 5 以上之食品用器具、容器、包裝	水	60℃，30 分鐘 ^a
		95℃，30 分鐘 ^b
pH 5 以下(含 pH 5)之食品用器具、容器、包裝	4%醋酸	60℃，30 分鐘 ^a
		95℃，30 分鐘 ^b
油脂及脂肪性食品用器具、容器、包裝	正庚烷	25℃，1 小時
酒類用器具、容器、包裝	20%乙醇	60℃，30 分鐘

a 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者。

b 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 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，鎘為 0.5 ppm，二丁錫化合物為 0.5 ppm，甲酚磷酸酯為 50 ppm，氯乙烯單體為 0.2 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

pH 5 以下(含 pH 5)之食品用器具、容器、包裝	4%醋酸	60℃，30 分鐘 ^a
		95℃，30 分鐘 ^b
油脂及脂肪性食品用器具、容器、包裝	正庚烷	25℃，1 小時
酒類用器具、容器、包裝	20%酒精	60℃，30 分鐘

^a 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以下者。

^b 食品製造加工或調理等過程中之使用溫度為 100℃ 以上者。

4.3.1.5 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，於水浴中蒸發乾涸後，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)

$$= \frac{(a - b) \times 1000}{V}$$

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)

V：檢液之取量 (mL)

備註：本檢驗方法之最低檢出限量鉛為 1 ppm，鎘 0.1 ppm，二丁錫化合物 0.10 ppm，甲酚磷酸酯 50 ppm，氯乙烯單體 0.2 ppm。

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。		
--	--	--