

食品器具、容器、包裝檢驗方法－聚苯砜樹脂塑膠類嬰兒奶瓶之檢驗

Methods of Test for Food Utensils, Containers and Packages-

Test of Polyphenylene Sulfone Baby Bottles

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於聚苯砜樹脂塑膠類嬰兒奶瓶之檢驗。
2. 材質鑑別：依「食品器具、容器、包裝檢驗方法－塑膠類之檢驗」進行鑑別。
3. 材質試驗：
 - 3.1. 鉛之檢驗：
 - 3.1.1. 檢驗方法：檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。
 - 3.1.1.1. 裝置：
 - 3.1.1.1.1. 原子吸收光譜儀：具波長283.3 nm，並附有鉛之中空陰極射線管者。
 - 3.1.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，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；去離子水(比電阻於 25°C 可達 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 以上)；鉛標準品($1000\text{ }\mu\text{g/mL}$)採用原子吸光分析級。
 - 3.1.1.3. 器具及材料：
 - 3.1.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。
 - 3.1.1.3.2. 容量瓶^(註)：10 mL、50 mL及100 mL，Pyrex材質。
 - 3.1.1.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。

註：器具經洗淨後，浸於硝酸：水(1:1, v/v)溶液，放置過夜，取出將附著之硝酸溶液以水清洗，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。
 - 3.1.1.4. 0.1 N硝酸溶液之調製：

取硝酸7 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。
 - 3.1.1.5. 標準溶液之配製：

精確量取鉛標準品1 mL，置於50 mL容量瓶中，以0.1 N硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確

量取適量標準原液，以0.1 N硝酸溶液稀釋至0.5～10 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°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0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一空白坩堝，滴加硫酸10滴，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

3.1.1.7. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長283.3 nm處測定其吸光值，就檢液及空白檢液之吸光值依下列計算式求出檢體中鉛之含量(ppm)：

$$\text{檢體中鉛之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$$

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：檢體經灰化後，以原子吸收光譜儀(atomic absorption spectrophotometer, AAS)分析之方法。

3.2.1.1. 裝置：

3.2.1.1.1. 原子吸收光譜儀：具波長228.8 nm，並附有鎘之中空陰極射線管者。

3.2.1.1.2. 灰化爐(Furnace)：附有自動溫度調節器，其溫差在±1.5°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 MΩ·cm以上)；鎘標準品(1000 µg/mL)

採用原子吸光分析級。

3.2.1.3. 器具及材料：

3.2.1.3.1. 坩堝^(註)：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。

3.2.1.3.2. 容量瓶^(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，再以去離子水潤洗後，乾燥備用。

3.2.1.4. 0.1 N硝酸溶液之調製：

取硝酸7 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。

3.2.1.5. 標準溶液之配製：

精確量取鎘標準品1 mL，置於50 mL容量瓶中，以0.1 N硝酸溶液定容，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時精確量取適量標準原液，以0.1 N硝酸溶液稀釋至0.05~1 µg/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0.1 N硝酸溶液溶解並定容至10 mL，供作檢液。另取一空白坩堝，滴加硫酸10滴，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液。

3.2.1.7. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液分別注入原子吸收光譜儀中，於波長228.8 nm處測定其吸光值，就檢液及空白檢液之吸光值依下列計算式求出檢體中鎘之含量(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)

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，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. 三角燒瓶：250 mL。

4.1.1.3.2. 滴定管：25 mL，最小刻度0.05 mL，褐色。

4.1.1.3.3. 容量瓶：1000 mL，Pyrex材質。

4.1.1.4. 試劑之調製：

4.1.1.4.1. 硫酸：水(1:2, v/v)溶液：

取硫酸與水以1：2 (v/v)比例混勻。

4.1.1.4.2. 0.01 N高錳酸鉀溶液：

稱取高錳酸鉀約0.33 g，置於1000 mL容量瓶中，以水溶解並定容，使用時以0.01 N草酸鈉溶液標定其力價。

4.1.1.4.3. 0.01 N草酸鈉溶液：

稱取草酸鈉0.67 g，置於1000 mL容量瓶中，以水溶解並定容。

4.1.1.5. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入預先加熱至 95°C 之水至容器最高標示刻度，用鋁箔覆蓋後，置於規定溫度之烘箱中，30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

4.1.1.6. 測定：

取水100 mL置三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液5 mL及0.01 N高錳酸鉀溶液10 mL，加熱煮沸5分鐘，去除此液，以水洗淨三角燒瓶。精確量取檢液100 mL置於三角燒瓶中，加硫酸：水(1:2, v/v)溶液5 mL，並以褐色滴定管滴入0.01 N高錳酸鉀溶液10 mL，加熱煮沸5分鐘或於沸水

浴中加熱15分鐘，停止加熱後，立即以另一支滴定管滴入0.01 N草酸鈉溶液10 mL脫色，並立即滴加0.01 N高錳酸鉀溶液至微紅色不消失為止，即為0.01 N高錳酸鉀溶液之滴定量(mL)。另量取水100 mL置於另一三角燒瓶中，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)：

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

a：檢液之0.01 N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

b：空白試驗之0.01 N高錳酸鉀溶液滴定量(mL)

f：0.01 N高錳酸鉀溶液之力價

4.2. 重金屬之檢驗：

4.2.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以比色分析之方法。

4.2.1.1. 裝置：

4.2.1.1.1. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1°C以內者。

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

4.2.1.3. 器具及材料：

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

4.2.1.3.2. 容量瓶：10 mL，Pyrex材質。

4.2.1.4. 試劑之調製：

4.2.1.4.1. 0.1 N硝酸溶液：

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

4.2.1.4.2. 硫化鈉溶液：

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

4.2.1.4.3. 4%醋酸溶液：

取冰醋酸40 mL，加去離子水使成1000 mL。

4.2.1.5. 鉛標準溶液之配製：

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

4.2.1.6. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入預先加熱至60°C之4%醋酸溶液至容器最高標示刻度，用錶玻璃覆蓋後，置於規定溫度之烘箱中，30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

4.2.1.7. 測定：

精確量取規定量之檢液，置於納氏比色管中，加去離子水至50 mL。精確量取鉛標準溶液2 mL置於另一支納氏比色管中，加4%醋酸溶液20 mL並加去離子水至50 mL。兩支納氏比色管分別加入硫化鈉溶液2滴，振搖混合，放置2分鐘，在白色背景下由上方觀察時，檢液之呈色不得較標準溶液之呈色為深。

4.3. 蒸發殘渣之檢驗：

4.3.1. 檢驗方法：檢體經溶出，其溶出液蒸發後稱重之方法。

4.3.1.1. 裝置：

4.3.1.1.1. 水浴(Water bath)：溫差在±1°C以內者。

4.3.1.1.2. 烘箱(Oven)：附有自動溫度調節，溫差在±1°C以內者。

4.3.1.2. 試藥：冰醋酸採用試藥特級。

4.3.1.3. 器具及材料：

蒸發皿：石英製或白金製。

4.3.1.4. 4%醋酸溶液之調製：

取冰醋酸40 mL，加水使成1000 mL。

4.3.1.5. 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列，加入預先加熱至規定溫度之溶出用溶劑至容器最高標示刻度，用鋁箔(4%醋酸溶液作溶出用溶劑時，則用錶玻璃)覆蓋後，置於規定溫度之烘箱中，30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表一、蒸發殘渣溶出試驗之溶出條件

| 溶出用溶劑 | 溶出條件 |
|-------|-----------|
| 水 | 95°C，30分鐘 |

| | |
|--------|-----------|
| 4%醋酸溶液 | 60°C，30分鐘 |
|--------|-----------|

4.3.1.6. 含量測定：

精確量取檢液200~300 mL，置於預先在105°C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°C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)：

$$\text{溶出液中蒸發殘渣量(ppm)} = \frac{(a - b) \times 1000}{V}$$

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)

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限，鉛為5 ppm，鎘為0.5 ppm。
2. 鉛及鎘以其他儀器檢測時，應經適當驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)驗證，或方法確效。

參考文獻：

日本藥學會。2015。日本衛生試驗法・注解。金原出版株式會社。東京，日本。