

## 酒盛裝容器檢驗方法－聚碳酸酯塑膠類之檢驗

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於聚碳酸酯塑膠類酒盛裝容器之檢驗。
2. 材質鑑別：依「酒盛裝容器檢驗方法－塑膠類材質鑑別之檢驗」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，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 去離子水製造器（Deionized water generator）：去離子水之電阻係數可達 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上。

##### 3.1.1.2 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；鉛標準品（ $1000\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ）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<sup>(註)</sup>：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。
- 3.1.1.3.2 容量瓶<sup>(註)</sup>：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。

##### 3.1.1.4 0.1N硝酸溶液之調製：

量取硝酸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：

精確量取適量鉛標準品，以0.1N硝酸溶液稀釋至 $2.0\sim 10.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ，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 $450^{\circ}\text{C}$ 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。

##### 3.1.1.7 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 ( $\mu\text{g/mL}$ )

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：原子吸收光譜法 (atomic absorption spectrophotometry, AAS)

#### 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。
- 3.2.1.1.2 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。
- 3.2.1.1.3 加熱板 (Hot plate)。
- 3.2.1.1.4 去離子水製造器 (Deionized water generator)：去離子水之電阻係數可達  $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  以上。

#### 3.2.1.2 試藥：硫酸及硝酸均採用試藥特級；鎘標準品 ( $1000 \mu\text{g/mL}$ ) 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<sup>(註)</sup>：50 mL，瓷製或白金製，附蓋。
- 3.2.1.3.2 容量瓶<sup>(註)</sup>：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。

#### 3.2.1.4 0.1N硝酸溶液之調製：

量取硝酸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：

精確量取適量鎘標準品，以0.1N硝酸溶液稀釋至  $0.2 \sim 1.0 \mu\text{g/mL}$ ，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  $450^\circ\text{C}$  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。

#### 3.2.1.7 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）。

$$\text{檢體中鎘之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度（ $\mu\text{g/mL}$ ）

V：檢體最後定容之體積（mL）

M：取樣分析檢體之重量（g）

### 3.3 雙酚A、酚、對第三丁基酚及碳酸二苯酯之檢驗：

#### 3.3.1 檢驗方法：高效液相層析法（high performance liquid chromatography, HPLC）

##### 3.3.1.1 裝置：

###### 3.3.1.1.1 高效液相層析儀：

3.3.1.1.1.1 檢出器：光二極體陣列檢出器（photodiode array detector）。

3.3.1.1.1.2 層析管：Inertsil ODS-2，5  $\mu\text{m}$ ，內徑4.6 mm  $\times$  25 cm，或同級品。

3.3.1.1.2 超音波震盪器（Ultrasonicator）。

3.3.1.1.3 攪拌均質器（Blender）。

3.3.1.1.4 減壓濃縮裝置（Rotary evaporator）。

3.3.1.1.5 磁力攪拌器（Magnetic stirrer）

3.3.1.2 試藥：乙腈、丙酮及二氯甲烷均採用液相層析級；雙酚A（bisphenol A）、酚（phenol）、對第三丁基酚（*p-tert-butylphenol*）及碳酸二苯酯（diphenylcarbonate）對照用標準品。

##### 3.3.1.3 器具及材料：

3.3.1.3.1 燒杯：250 mL。

3.3.1.3.2 漏斗。

3.3.1.3.3 濾紙。

3.3.1.3.4 量筒：20 mL。

3.3.1.3.5 濃縮瓶：250 mL。

3.3.1.3.6 容量瓶：20 mL、100 mL。

3.3.1.3.7 濾膜：孔徑0.45  $\mu\text{m}$ ，Nylon材質。

##### 3.3.1.4 標準溶液之配製：

取雙酚A、酚、對第三丁基酚及碳酸二苯酯對照用標準品各約10 mg，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，以乙腈溶解並定容，作為混合標準原液，使用時再以乙腈稀釋至0.05~5 µg/mL，供作標準溶液。

### 3.3.1.5 檢液之調製：

檢體經細剪後，取約1 g，精確稱定，置於燒杯中，加入二氯甲烷20 mL，以超音波震盪器震盪15分鐘，使之溶解，加入磁石，邊攪拌邊滴加丙酮50 mL，使高分子化合物沉澱後，以濾紙過濾，再以少量丙酮清洗燒杯，經過濾後，合併濾液，移入濃縮瓶中，於40°C水浴減壓濃縮至約2 mL，將濃縮液移入20 mL容量瓶中，以乙腈8 mL分次清洗濃縮瓶，洗液併入容量瓶中，再以太離子水定容，經濾膜過濾後，供作檢液。

### 3.3.1.6 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各50 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，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及圖譜比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各化合物之含量（ppm）：

$$\text{檢體中各化合物之含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各化合物之濃度（µg/mL）

V：檢體最後定容之體積（mL）

M：取樣分析檢體之重量（g）

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長213 nm。

層析管：Inertsil ODS-2，5 µm，內徑4.6 mm × 25 cm。

移動相溶液：乙腈與水以下列條件進行梯度分析。

時間 (min)	乙腈 (%)	水 (%)
0.0→25.0	30→70	70→30
25.0→26.0	70→100	30→0
26.0→30.0	100→100	0→0

移動相流速：1.0 mL/min。

## 3.4 三乙胺及三丁胺之檢驗：

### 3.4.1 檢驗方法：氣相層析質譜法（gas chromatographic mass spectrometry）

#### 3.4.1.1 裝置：

##### 3.4.1.1.1 氣相層析質譜儀：

3.4.1.1.1.1 檢出器：離子阱質譜檢出器（ion trap mass detector）。

3.4.1.1.1.2 層析管：ZB-1毛細管，1 µm，內徑0.25 mm × 30 m，或同級品。

##### 3.4.1.1.2 震盪器（Mixer）。

3.4.1.2 試藥：二氯甲烷採用液相層析級；三乙胺（triethylamine）及三丁胺（tributylamine）對照用標準品；三乙胺同位素內部標準品（triethylamine-d<sub>15</sub>）。

3.4.1.3 器具及材料：

容量瓶：10 mL、100 mL。

3.4.1.4 內部標準溶液之調製：

取三乙胺同位素內部標準品約100 mg，精確稱定，以二氯甲烷溶解並定容至100 mL，精確量取1 mL，以二氯甲烷定容至100 mL，供作內部標準溶液。

3.4.1.5 標準溶液之調製：

取三乙胺及三丁胺對照用標準品各約10 mg，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，以二氯甲烷溶解並定容，作為混合標準原液。使用時量取混合標準原液，加入三乙胺內部標準溶液，以二氯甲烷稀釋至0.05~2.0 µg/mL（含內部標準品濃度1 µg/mL），供作標準溶液。

3.4.1.6 檢液之調製：

檢體經細剪後，取約1 g，精確稱定，置於10 mL容量瓶中，加入內部標準溶液1 mL及二氯甲烷7 mL，蓋上蓋子，以震盪器震盪1分鐘，於室溫下靜置過夜使溶解，並以二氯甲烷定容，供作檢液。

3.4.1.7 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各2 µL，分別注入氣相層析質譜儀中，參照下列條件進行分析，就三乙胺m/z 86離子及三丁胺m/z 142離子與內部標準品m/z 98離子之波峰面積比與對應之三乙胺及三丁胺濃度，分別製作標準曲線。

氣相層析質譜分析測定條件：

層析管溫度：

初溫：35°C，7 min

溫度上升速率：40°C/min

終溫：300°C，5 min

注入器溫度：270°C。

介面溫度：300°C。

離子源溫度：200°C。

離子化模式：電子撞擊（electron impact）。

電子游離能：70 eV。

偵測模式：全質譜掃描，m/z 40~250。

3.4.1.8 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各2 μL，分別注入氣相層析質譜儀中，參照3.4.1.7節條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及質譜圖比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中三乙胺或三丁胺含量（ppm）：

$$\text{檢體中三乙胺或三丁胺含量 (ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中三乙胺或三丁胺之濃度（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 重金屬之檢驗：

###### 4.1.1 檢驗方法：比色法（colorimetry）

###### 4.1.1.1 裝置：

4.1.1.1.1 水浴（Water bath）：溫差在±1°C以內者。

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

4.1.1.2 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。

###### 4.1.1.3 器具及材料：

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

###### 4.1.1.4 10%硝酸溶液之調製：

量取硝酸100 mL，緩緩加入去離子水600 mL中，再加去離子水使成1000 mL。

###### 4.1.1.5 鉛標準溶液之配製：

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）<sup>（註）</sup>。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）。

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。

###### 4.1.1.6 硫化鈉溶液之配製：

稱取硫化鈉5 g，加水10 mL溶解，再加甘油30 mL混合，密封貯存於避光處，使用期限3個月。

###### 4.1.1.7 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器80%容積量之預先加熱至60°C之4%醋酸溶液，或以面積每cm<sup>2</sup>為單位，加入預先加熱至60°C之4%醋酸溶液2 mL，用錶玻璃覆蓋後，置於60°C水浴中，並時時輕搖，30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

###### 4.1.1.8 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。

#### 4.2 蒸發殘渣之檢驗：

##### 4.2.1 檢驗方法：重量法（gravimetry）

##### 4.2.1.1 裝置：

4.2.1.1.1 水浴（Water bath）：溫差在±1°C以內者。

4.2.1.1.2 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：乙醇及冰醋酸均採用試藥特級。

##### 4.2.1.3 器具及材料：

蒸發皿：石英製或白金製。

##### 4.2.1.4 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表一所列，加入約容器80%容積量之預先加熱至60°C之溶出用溶劑，或以表面積每cm<sup>2</sup>為單位，加入預先加熱至60°C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60°C水浴中，並時時輕搖，於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用溶劑

用途別	溶出用溶劑
盛裝酒品乙醇濃度20%（含20%）以下者	20%乙醇溶液
盛裝酒品乙醇濃度20%以上者	依實際乙醇濃度
盛裝pH 5（含pH 5）以下酒品者	4%醋酸溶液

##### 4.2.1.5 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，於水浴中蒸發乾涸後，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）

### 4.3 雙酚A、酚及對第三丁基酚之檢驗：

#### 4.3.1 檢驗方法：高效液相層析法（high performance liquid chromatography, HPLC）

##### 4.3.1.1 裝置：

##### 4.3.1.1.1 高效液相層析儀：

4.3.1.1.1.1 檢出器：光二極體陣列檢出器（photodiode array detector）。

4.3.1.1.1.2 層析管：Inertsil ODS-2，5  $\mu$ m，內徑4.6 mm  $\times$  25 cm，或同級品。

4.3.1.1.2 超音波震盪器（Ultrasonicator）。

4.3.1.1.3 攪拌均質器（Blender）。

4.3.1.1.4 減壓濃縮裝置（Rotary evaporator）。

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

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

4.3.1.2 試藥：乙腈採用液相層析級；乙醇及冰醋酸均採用試藥特級；雙酚A（bisphenol A）、酚（phenol）及對第三丁基酚（*p-tert-butylphenol*）對照用標準品。

##### 4.3.1.3 器具及材料：

4.3.1.3.1 燒杯：250 mL。

4.3.1.3.2 容量瓶：100 mL。

4.3.1.3.3 濾膜：孔徑0.45  $\mu$ m，Nylon材質。

##### 4.3.1.4 移動相溶液之調製：

乙腈：去離子水以1：1（v/v）之比例混合後，以濾膜過濾，取濾液作為移動相溶液。

##### 4.3.1.5 標準溶液之配製：

取雙酚A、酚及對第三丁基酚對照用標準品各約10 mg，精確稱定，共置於100 mL容量瓶中，以乙腈溶解並定容，作為混合標準原液，使用時再以乙腈稀釋至0.05~5  $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

##### 4.3.1.6 檢液之調製：

檢體用水洗淨乾燥後，依表二所列，加入約容器80%容積量之預先加熱至60 $^\circ\text{C}$ 之溶出用溶劑，或以表面積每 $\text{cm}^2$ 為單位，加入預先加熱至60 $^\circ\text{C}$ 之溶出用溶劑2 mL，用鋁箔（4%醋酸溶液作溶出用溶劑時，則用鍍玻璃）覆蓋後，置於60 $^\circ\text{C}$ 水浴中，並時時輕搖，於30分鐘後取出溶出液，供作檢液。

表二、雙酚A、酚及對第三丁基酚溶出試驗之溶出用溶劑

用途別	溶出用溶劑
盛裝酒品乙醇濃度20%（含20%）以下者	20%乙醇溶液



盛裝酒品乙醇濃度20%以上者	依實際乙醇濃度
盛裝pH 5 (含pH 5) 以下酒品者	4%醋酸溶液

#### 4.3.1.7 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各100  $\mu$ L，分別注入高效液相層析儀中，參照下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及圖譜比較鑑別之，並由標準曲線求得溶出液中各化合物之含量 (ppm)。

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長213 nm。

層析管：Inertsil ODS-2，5  $\mu$ m，內徑4.6 mm  $\times$  25 cm。

移動相溶液：依4.3.1.4節所調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

附註：

- 1、本檢驗方法材質試驗之檢出限量鉛為1 ppm，鎘為0.1 ppm，雙酚A、酚及對第三丁基酚均為1 ppm，碳酸二苯酯為2 ppm，三乙胺及三丁胺均為0.5 ppm；溶出試驗之檢出限量雙酚A、酚及對第三丁基酚均為0.025 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。