

## 酒盛裝容器檢驗方法－塑膠類之檢驗

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於塑膠類酒盛裝容器等一般規定之檢驗。

2. 材質鑑別：

2.1. 檢驗方法：

2.1.1. 燃燒法 (Inflammation)

2.1.1.1. 器具及材料：

2.1.1.1.1. 酒精燈。

2.1.1.1.2. 鑷子。

2.1.1.2. 測定：

取一小片檢體，以鑷子夾住，於酒精燈上燃燒，依表一之試驗項目觀察其結果鑑別之。

表一 塑膠材質燃燒試驗鑑別一覽表

材質	試驗項目			
	燃燒難易	火燄顏色	離開火燄後繼續燃燒否	火燄吹熄後之氣味
聚氯乙烯	難	黃色，下端綠色	否	氯的特異臭
聚偏二氯乙烯	難	黃色，周圍綠色	否	極強的氯氣臭
聚乙烯	易	黃色，下端藍色	燃燒	石蠟臭
聚丙烯	稍難	黃色，下端藍色	燃燒	極微弱石蠟臭
聚苯乙烯	易	黃色，黑煙	燃燒	苯乙烯特異氣味
聚對苯二甲酸乙二酯	易	黃色，黑煙	燃燒	特有臭味
聚醯胺 (尼龍)	稍難	藍色，燄端黃色	否	輕微毛髮燃燒臭
聚甲基丙烯酸甲酯	易	黃色	燃燒	壓克力特異氣味
聚乙烯醇	易	黃色，下端藍色	燃燒	乙烯臭
聚碳酸酯	易	黃色，黑煙	燃燒	輕微芳香族特異氣味

2.1.2. 紅外線光譜分析法 (Infrared spectrophotometry, IR)

2.1.2.1. 裝置：

2.1.2.1.1. 紅外線光譜儀 (Infrared spectrophotometer)：應具有波數650~ 4000  $\text{cm}^{-1}$ 者。

2.1.2.1.2. 加熱板 (Hot plate)。

2.1.2.2. 試藥：四氫呋喃 (tetrahydrofuran)、乙醇、鹽酸及硝酸均採用試藥級。

2.1.2.3. 器具及材料：平面不銹鋼刀片。

2.1.2.4. 檢體之調製：

2.1.2.4.1. 容器及較厚檢體類：

將檢體剪碎，稱取約 1 g，加入四氫呋喃10~15 mL，於加熱板上加熱。若溶解，則待冷卻後，加乙醇50~70 mL使其沉澱，經過濾，取沉澱物風乾，沉澱物以四氫呋喃溶解，滴於載玻片上乾燥製膜。不溶解者，則稱取檢體0.5-1.0 g，置於鋪有鋁箔紙之加熱板上，加熱至熔融狀態，瞬間以平面不銹鋼刀片壓平，使成約0.01~0.05 m m薄膜，冷卻後，置於2~6N鹽酸溶液中，使鋁箔紙溶解，取出薄膜風乾。

2.1.2.4.2. 薄膜類：

2.1.2.4.2.1. 單層：

採機械式拉薄或同 2.1.2.4.1.節之方法製成薄膜。

2.1.2.4.2.2. 積層：

2.1.2.4.2.2.1. 不含鋁箔、紙及玻璃紙：

將檢體剪成 $3 \times 6$  cm，於四氫呋喃10 mL中浸泡，觀察有無分離，未分離者，藉助外力予以剝離，俟分離後，取出薄膜，於濾紙上風乾<sup>(註)</sup>。

註：尚無法分離者，改於氯仿中浸泡。

2.1.2.4.2.2.2. 含鋁箔：

將檢體剪成 $3 \times 6$  cm，於鹽酸：硝酸：水（1:1:4, v/v/v）溶液20 mL中加溫浸泡，偶而輕搖，觀察有無分離，未分離者，藉助外力予以剝離，俟分離後，取出薄膜，水洗後，於濾紙上風乾。

2.1.2.4.2.2.3. 含紙及玻璃紙：

將檢體剪成 $3 \times 6$  cm，於水中加溫浸泡，偶而輕搖，觀察有無分離，未分離者，藉助外力予以剝離，俟分離後，取出薄膜，水洗後，於濾紙上風乾。

2.1.2.5. 測定：

薄膜以紅外線光譜儀分析，就其吸收頻率與標準圖譜比對鑑定之。

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，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；去離子水（比電阻於 $25^\circ\text{C}$ 可達 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上）；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，再的去離子水潤洗後，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：

精確量取鉛標準品0.1 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 $0.5 \sim 10.0\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ，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°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)：

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

C：由標準曲線求得檢液中鉛之濃度 (μg/mL)

C<sub>0</sub>：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 M Ω · 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<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，再以前去離子水潤洗後，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：

精確量取鎘標準品 0.1 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 ~ 1.0 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 0.1N 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)：

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

C：由標準曲線求得檢液中鎘之濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$C_0$ ：由標準曲線求得空白檢液中鎘之濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

V：檢體最後定容之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

#### 4. 溶出試驗：

##### 4.1. 鄰苯二甲酸二丁酯及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯之檢驗

4.1.1. 檢驗方法：檢體經溶出後，溶出液以氣相層析質譜儀 (gas chromatograph/mass spectrometer, GC/MS) 分析之方法。

###### 4.1.1.1. 裝置：

###### 4.1.1.1.1. 氣相層析質譜儀：

4.1.1.1.1.1. 檢出器：質譜檢出器 (mass detector)。

4.1.1.1.1.2. 離子源：電子撞擊游離法 (electron impact ionization)。

4.1.1.1.1.3. 層析管：HP-5 MS毛細管， $0.25 \mu\text{m}$ ，內徑  $0.25 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$ ，或同級品。

###### 4.1.1.1.2. 減壓濃縮裝置 (Rotary evaporator)。

4.1.1.2. 試藥：正己烷及正庚烷均採用液相層析級；鄰苯二甲酸二丁酯 (dibutyl phthalate, DBP) 及鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (di(2-ethylhexyl) phthalate, DEHP) 對照用標準品。

###### 4.1.1.3. 器具及材料：

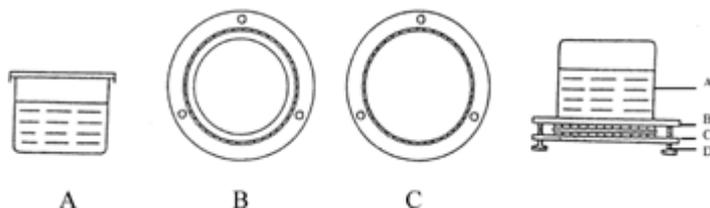
###### 4.1.1.3.1. 單面溶出器具：依圖一各部分組成：

A：移行槽，玻璃製，內徑9 cm (表面積為  $63.62 \text{ cm}^2$ )，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. 容量瓶：100 mL。

4.1.1.3.3. 樣品瓶：50 mL，玻璃材質，附蓋。

4.1.1.3.4. 濃縮瓶：50 mL，玻璃材質。

4.1.1.4. 標準溶液之配製：

取DBP及DEHP對照用標準品各約100 mg，精確稱定，共置於 100 mL容量瓶中，以正己烷溶解並定容，作為標準原液。臨用時取適量標準原液，以正己烷稀釋成0.5~5  $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

4.1.1.5. 溶出液之調製：

4.1.1.5.1. 可盛裝液體容器類：

檢體用水洗淨乾燥後，加入約容器80%容積量之正庚烷，或以表面積每 $\text{cm}^2$ 為單位，加入正庚烷2 mL，於 25°C 放置1小時後取出溶出液。

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 $\text{cm}^2$ 為單位，加入正庚烷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溶出液。將檢體平鋪於裝有正庚烷 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，使檢體與正庚烷接觸，1小時後取出溶出液。

4.1.1.6. 檢液之調製：

精確量取溶出液10 mL，置於預先以正己烷潤洗過之濃縮管中，於 40°C 下減壓濃縮至乾後，以正己烷 1 mL溶出，供作檢液，另取等量之相對溶出用溶劑同樣操作，供作空白檢液。

4.1.1.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液、空白檢液及標準溶液各 1  $\mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析質譜儀中，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及定性與定量離子的相對離子強度<sup>(註)</sup>鑑別之，並依下列計算式求得溶出液中DBP或DEHP之含量 (ppm)：

$$\text{溶出液中DBP或DEHP之含量 (ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{2 \times A \times 10}$$

C：由標準曲線求得檢液中DBP或DEHP之濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

$C_0$ ：由標準曲線求得空白檢液中DBP或DEHP之濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ )

V：溶出液體積 (mL)

A：檢體與溶液接觸之面積 ( $\text{cm}^2$ )

註：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 ( $\leq 100\%$ )。容許範圍如下：

相對離子強度 (%)	容許範圍 (%)
> 50	$\pm 10$
> 20~50	$\pm 15$
> 10~20	$\pm 20$
$\leq 10$	$\pm 50$

氣相層析質譜測定條件：

層析管溫度：初溫：100°C；

溫度上升速率：10°C /min；

終溫：280°C，10 min。

注入器溫度：250°C。

介面溫度：280°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， $m/z$  50~250。

DBP及DEHP之定性、定量離子如下：

分析物	定性離子 ( $m/z$ )	定量離子 ( $m/z$ )
DBP	223	149
DEHP	167	149

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。

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量鉛為5 ppm，鎘為0.5 ppm，DBP及DEHP均為0.05 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。

3. 溶出試驗之溶出液中待測物含量係以容器表面積每 $\text{cm}^2$ 為單位，加入溶出用溶劑 2 mL為基準計算。