

102 年專門職業及技術人員高等考試第 2 次食品技師考試

等別：高等考試

類科：食品技師

科目：食品分析與檢驗

一、在公告食品檢驗方法上，何謂偵測極限及定量極限。(20 分)

【擬答】

(一)偵測極限 (page 28)

偵測極限或最低檢測濃度(detection limit)：指在使用該方法時，檢品中的標的分析物可被檢測的最低量或濃度，但是未必能定量出標的分析物之正確值。

檢品中的標的分析物可被定量測出具有準確度與精密度的最低量，稱為最低定量濃度(Quantitation limit)。最低定量濃度是對存在於試樣基質中的低含量化合物之含量測定的一個參數。偵測極限可藉由儀器訊號雜訊比(Signal to noise ratio, S/N)決定，分別測定空白試樣與若干含有低濃度已知量標的分析物之標準品，再以標準品能被可靠的檢測出來的濃度作為最低檢測濃度。通常以訊號雜訊比為 3:1 或 2:1 時之濃度，作為最低檢測濃度值之估計值。

(二)定量極限 (page 35-37)

定量極限 (limit of quantification, LOQ)：樣品中待測物可被定量測出的最低量，且測定結果具有適當的準確度與精密度。定量時能有適當準確度與精密度之最低濃度(或量)。

可採以下方法：量測適當數目($n \geq 7$)的空白樣品或低濃度樣品(約偵測極限(註)之 1-5 倍)之感應值，再計算其感應值之標準差(s)。

$$LOQ = 10 s/m$$

m：檢量線之斜率

註：偵測極限為待測物可和分析儀器訊號值區別之最低量訊號/雜訊比(signal/noise ratio, S/N ratio)

含有已知量待測物之低濃度樣品，經前處理後層析圖中待測物波峰之訊號/雜訊比 ≥ 10 。

評估含有已知量待測物之低濃度樣品，其回收率及重複性符合要求。

二、請詳述原理及繪圖說明食品檢驗方法常用之減壓過濾方法。(20 分)

【擬答】

樣品製備之過濾濃縮以及各種分析過程中檢體的過濾濃縮)90%過濾 (filtration) 是一種分離非均相混合物中固體與液體常用的方法：

(一)減壓過濾原理：減壓過濾又稱真空過濾 (vacuum filtration) 或抽氣過濾 (suction filtration)，是利用抽氣減壓裝置將濾紙下方的空氣部分抽除，造成壓力差，使液體在重力與壓力差的雙重作用下加速過濾，以達到快速分離液體與固體沉澱物的目的。這項操作經常使用在收集所欲得到的固體物質。

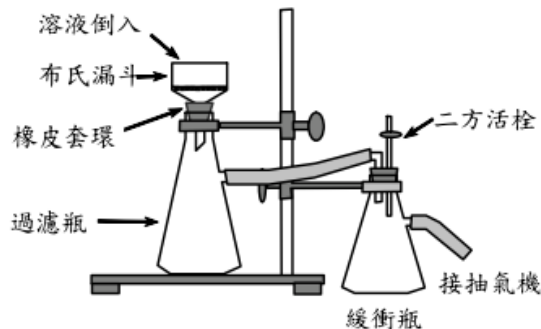
(二)裝置：減壓過濾裝置包括：水流抽氣幫浦 (water pump)、緩衝瓶 (safety trap)、抽氣過濾瓶 (suction flask, 簡稱吸濾瓶)、橡膠套環以及漏斗四個部分。

1. 水流抽氣幫浦：減壓過濾一般使用水流抽氣幫浦來抽氣減壓。當水快速流衝過抽氣主管時，空氣自垂直方向的側管抽入，造成側管所連接的系統內壓力降低，達到減壓的效果。當溫度為 10°C 時，真空度約可達到 9~10 mmHg。

2. 緩衝瓶：緩衝瓶是一個具有支管的厚壁錐形瓶，它的功用是為了避免減壓過濾時瞬間斷電，

或者操作不當、忘了洩壓就關閉電源，這可能導致水箱的水倒流入壓力較小的系統內，此時倒流的水會先留置在緩衝瓶中，使水不致於立刻流到抽氣過濾瓶的濾液中。

3. 抽氣過濾瓶：抽氣過濾瓶是一個具有支管的厚壁錐形瓶，如果待過濾的溶液量小時，抽氣過濾瓶也可以改為使用抽氣過濾試管（filtering tube）。
4. 抽氣過濾漏斗：抽氣過濾漏斗一般有赫氏漏斗（Hirsh funnel）及布氏漏斗（Büchner funnel）兩種。若過濾少量的溶液或沉澱物，例如 10 mL 左右，可以使用容量較小的赫氏漏斗。當大量的混合液要過濾時，則使用有各種不同直徑規格的布氏漏斗。



三、有機砷與無機砷那一個毒性比較高？並請詳述分離有機砷與無機砷的方法。(15 分)

【擬答】

(一)無機砷毒性比有機砷毒性高：砷為重金屬，依「化學價數」及「存在型態」可分為有機砷及無機砷。有機砷主要來自於海產食物，例如魚、貝類及甲殼類等，在吸收後，很容易排出體外，對人體較無害。無機砷則多存在於空氣、土壤及水中，會隨著食物鏈進入人體。量多時，即會累積在體內，造成急性或慢性砷中毒。當大量服下無機砷，則腸胃道會出現如噁心、嘔吐、腹部絞痛、腹瀉或血便等急性症狀，甚至會有死亡之危險。若無立即之致死危害，則所蓄積之毒性亦會導致神經系統、心血管、腸胃道、泌尿道、生殖、造血及皮膚等系統之損害。無機砷亦會經由血液通過胎盤，造成畸胎或胎兒死亡。長時間低濃度的暴露會引起各種慢性危害效應的產生，如皮下的微血管叢擴張、皮膚出現紅斑，接著出現色素過度沈澱、表皮角化症、嚴重脫屑，以及脫落性皮膚炎等。色素過度沈澱可在眼瞼、頸部、太陽穴、乳頭和鼠蹊部明顯看見，而皮膚炎和角化症最常發生在手掌和腳掌部位。砷為人類確定的致癌物質，會導致皮膚癌及肺癌。

(二)分離方法：氫化式原子吸收光譜法 (Hydride-generation atomic absorption spectrometry, HGAA)

原理：利用選擇性的化學還原反應，將樣品溶液中的特定砷元素還原成氫化物而予分離，再導入石英管中，以火焰式原子吸收光譜儀檢測其含量。

方法：硝酸－硫酸分解方法：精確稱取檢體 5~20 g，飲料類量取 100~300 ml，置於分解瓶中，若為脫水乾燥檢體時需加水使其水分含量達 75%以上，加硝酸 10~40 ml，輕輕搖勻，放置過夜。徐徐加熱至激烈反應停止後，冷卻，加硫酸 5~20 ml，再徐徐加熱，操作時若激烈發泡，則加入辛醇 2~3 滴。

當分解液變為暗色時，以每次加入硝酸 2~3 ml 至發生白煙且其分解液呈淡黃色或無色為止。冷卻，加水 30~50 ml 及飽和草酸銨溶液 10~25 ml，再加熱至白煙出現，冷卻，以 6 N 鹽酸定容成 4 N 鹽酸溶液供作檢液。

檢測法：精確量取檢液（含砷量約 0.4 μg）置於砷蒸氣發生瓶內，先加入 4 N 鹽酸溶液使定容再加入硼氫化鈉溶液 2 ml，攪拌 1 分鐘後，開啓三向活栓以氫氣將砷吹入原子吸收光譜儀中，並利用氫氣火焰，於波長 193.7 nm 處測定其吸光度，並依檢量線(已知砷濃度)，求出檢體中之含砷量。

四、請詳述食品中二氧化硫用蒸餾方法分析之原理及裝置。(15 分)

【擬答】

亞硫酸鹽是許可的還原型漂白劑，我國食藥署訂有「食品添加物使用範圍及用量標準」法規，規定一般食品的亞硫酸鹽用量，以二氧化硫(SO₂)殘留量計，應在 0.03 g/kg (30 ppm)以下。

二氧化硫蒸餾法分析原理與裝置：

(一)此法為減滴定法，原理：

本法是在 H₃PO₄ 酸性之環境下加熱蒸餾，把試驗中的亞硫酸，以過氧化氫吸收，生成硫酸後，用鹼滴定的方法。

將檢液及空白檢液分別以 0.01 N 氫氧化鈉溶液滴定至溶液呈橄欖綠色為止，並依下列計算式求出檢體中二氧化硫(SO₂)之含量(ppm)。

亞硫酸為不穩定化合物，所以取樣後要儘快進行定量操作。

蒸餾水須先經脫氧後方能使用，以免亞硫酸氧化為硫酸。

$$\text{檢體中二氧化硫之含量(ppm)} = \frac{(V_1 - V_2) \times f \times 320}{M}$$

V₁：檢液之 0.01 N 氫氧化鈉溶液滴定量(mL)

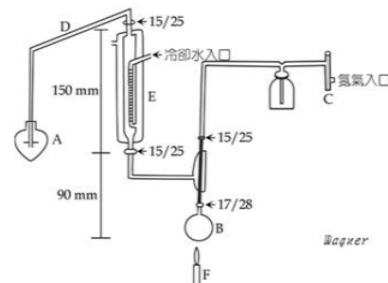
V₂：空白檢液之 0.01 N 氫氧化鈉溶液滴定量(mL)

f：0.01 N 氫氧化鈉溶液之力價

320：0.01 N 氫氧化鈉溶液滴定量 1 mL = 320 μg SO₂

M：取樣分析檢體之重量(g)

(二) 裝置：



- A：梨形燒瓶，50 mL，pyrex 材質，一端口徑可與 4 號橡皮檢密合，另一端開放於大氣中
B：圓底燒瓶，100 mL，pyrex 材質，磨砂瓶口，瓶頸外徑 28 mm，內徑 17 mm
C：氧氣供應瓶，附有流量調節閥
D：玻璃管，內徑 10 mm，連接處須有磨砂部分
E：雙層冷凝管
F：本生燈

五、請詳述食品中苯甲酸防腐劑用蒸餾方法前處理之原理及裝置。(15 分)

【擬答】

於食品中苯甲酸必須先以水蒸氣蒸餾法蒸出所含的防腐劑的前處理，再以薄層層析法、HPLC、或 GC 法，去定性定量。

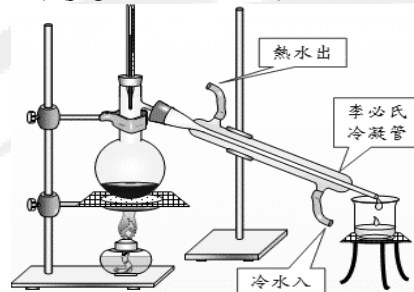
(一)水蒸氣蒸餾法前處理：(適用於固體檢體與蜜餞類)

苯甲酸又名安息香酸，為白色有絲光的鱗片或針狀結晶，熔點 122°C，沸點 249.2°C，在 100°C

開始升華，在酸性條件下可隨水蒸汽蒸餾出。

稱取研磨均質之適量檢體約 30~50 g，置於 500 mL 蒸餾瓶中，加入氯化鈉 80 g 並充分攪拌混合。加入 15%酒石酸溶液 20 mL (蒸餾前添加，並使 pH 控制在 2 左右)及 20 mL 純水，以每分鐘約 10 mL 之蒸餾速度進行水蒸氣蒸餾，收集瓶(500 mL 錐形瓶)加入 50 mL 純水，以水蒸氣蒸餾裝置蒸餾，收集餾出液約 400 mL 後，用少量純水清洗冷凝管，待餾出液回溫，最後用純水定容至 500 mL，以 0.45 μm 濾膜過濾，供作檢液，進一步做薄層層析法(TLC)、HPLC 或 GC 法，去定性定量。

(二)裝置 (苯甲酸與水共沸蒸餾裝置) (page 109 類似裝置)



六、請詳述比爾定律 (Beer's law)。(15 分)

【擬答】

光譜學的基本原理主要依據藍伯-比耳定律(Lambert-Beer Law)來表示。

當連續光通過一溶液時，只有某一波長的光被吸收，此時吸光值的大小在藍伯 (Lambert's law) 定律中，主要與盛裝溶液的厚度有關，即在一厚度範圍下，溶液的厚度愈大，吸光值愈高；另外，比耳定律(Beer's law)中吸光值的大小主要與盛裝溶液的濃度有關，在一濃度範圍下，溶液的濃度愈大，吸光值愈高。

定量分析上，常使用此兩種定律組合，即藍伯-比耳定律(Lambert-Beer Law)，可測定檢測分子的莫耳濃度。

其公式表示如下：

$$\text{Log } I_0/I = A = \epsilon \times c \times b$$

I_0 ：入射光強度 I ：透出光強度

A ：特定波長之下的吸光值 ϵ ：分子莫耳吸光係數 c ：莫耳濃度 (M)

b ：光通過溶液的距離 (cm)

