

110 年專門職業及技術人員高等考試第二次食品技師考試試題

類別：高等考試

類科：食品技師

科目：食品分析與檢驗

一、請詳述利用卡爾費雪滴定法 (Karl-Fischer titration method) 測定巧克力水分含量的原理、操作方法以及誤差來源。(30 分)

【擬答】

利用水與試劑的特殊化學反應，產生顏色或電位差之改變，而測得食品中水分含量，前者為容積定量法(Volumetric)，後者為庫倫定量法(Coulometric)。

(一)庫倫定量法(Coulometric):

卡爾費雪法(Karl Fischer method)乃利用卡爾費雪(KF)試劑中二氧化硫與碘之氧化還原反應，需一定量的水參與，由白金電極測得其電位差，並計算出卡爾費雪試劑之水當量。再以卡爾費雪試劑之水當量乘以樣品滴定消耗之 KF 試劑體積，計算食品之水分含量。

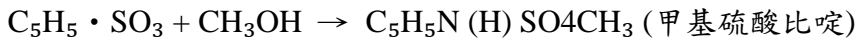
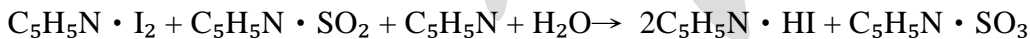
(二)容積定量法(Volumetric)：

卡爾費雪滴定(Karl Fischer titration)利用氧化還原反應在非水溶液中進行容量分析的方法，主要用於微量水分的測定。

利用 Karl Fischer 氏試劑來測定樣品中的含水量，利用甲醇及吡啶溶解碘及無水亞硫酸，研發出 KF 試劑。

KF 試劑是由碘(I₂)、二氧化硫(SO₂)、吡啶(C₅H₅N)和甲醇(CH₃OH)所組成的。

此試劑對水的化合力相當高，其反應式如下：



反應比例 H₂O:I₂:SO₂:CH₃OH:pyrimidine = 1:1:1:1:3

當水分完全消耗光時，C₅H₅N 與 I₂ 將呈現棕色，則為滴定終點。

KF 滴定儀則是利用雙微電及其電流分析技術，更精確的偵測滴定終點。當達到滴定終點時，檢流器將偵測到電流非函數性的變化，不需經由目測來判斷，直接經由滴定曲線找出滴定終點，進一步計算出樣品的含水量。

KF 試劑中存在過量碘分子時→ 呈深棕色。

當試劑與過量水分子反應後→ 變為黃色→ 加入數滴甲烯藍→ 呈綠色。

巧克力產品含水量較低，適用於本法檢驗。

二、硼酸及其鹽類為非法食品添加物，請詳述其檢驗方法之原理、檢液之調製和鑑別試驗。(20 分)

【擬答】

(一)原理：

檢體經灰化後，以試紙測試之鑑別方法。硼砂為 Na₂B₄O₇·10H₂O，經鹽酸酸化後成硼酸 H₂B₄O₇，硼酸與 curcumin (薑黃) 在鹽酸的酸性下，於試紙上加熱乾燥時，產生紅色 rosocyanine 配位化合物，此化合物遇鹼則反應變成暗藍色。

(二)檢液之調製：

公職王歷屆試題 (110 專技高考)

將檢體細切研碎後，稱取 3~4 g，置於坩堝中，加入石灰乳至呈鹼性，攪拌混合後，於水浴上蒸發乾涸，移入灰化爐中，徐徐升溫至 300°C，再升溫至約 500°C 灰化之。俟完全灰化後，取出冷卻，加入 10% 鹽酸溶液 2~3 mL，使其溶解，再加水至 10 mL，供作檢液，檢液以甲酚紅試紙測定，其 pH 值應為 0.3~0.4。

(三)鑑別試驗：

將檢液滴加於薑黃試紙，烘乾後，試紙呈紅色至橙紅色時，續於呈色部分滴加 10% 氨水或 5% 碳酸鈉溶液，試紙變為藍綠色至深藍色，即含有硼酸或其鹽類。

三、請詳述檢驗錳金屬時使用酸消化法 (Acid digestion) 的操作流程以及分別使用火焰式原子吸收光譜法 (Flame atomic absorption spectrometry) 和感應耦合電漿放射光譜法 (Inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES) 進行含量測定的原理和測定條件。(30 分)

【擬答】

(一)酸消化法 (Acid digestion) 的操作流程

檢體均質後，取約 1 g，精確稱定，置於消化瓶中，加入硝酸(超純級)10 mL，於電熱板上以 60°C 加熱消化 30 分鐘，再升溫至 95°C，加熱消化至澄清。放冷後移入 25 mL 容量瓶中，以去離子水每次 5 mL 洗滌消化瓶，洗液併入容量瓶中，以去離子水定容，經濾膜過濾至儲存瓶中，供作檢液。另取一空白消化瓶，依上述步驟同樣操作，供作空白檢液

(二)火焰式原子吸收光譜法 (Flame atomic absorption spectrometry) 含量測定的原理和測定條件

1. 火焰式原子吸收光譜法原理：

樣品前處理後之消化液經霧化後，由載流氣體送入火焰中，在適當火焰條件下進行原子化。由中空陰極燈管或無電極放電燈管所產生的特性光，穿過火焰時被原子化後之特定金屬元素所吸收，經由單光分光器處理後，由偵測器測量特定波長的強度，再換算求得樣品中待測金屬元素的濃度。

2. 火焰式原子吸收光譜法測定條件：取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入火焰式原子吸收光譜儀中，適用於葛金屬分析的波長為 228.8nm，依計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

$$\text{檢體中各重金屬之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度(μg/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中重金屬之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

(三)感應耦合電漿放射光譜法 (Inductively coupled plasma optical emission spectrometry, ICP-OES) 含量測定的原理和測定條件

1. 測定的原理：樣品用氫氣帶入先經噴霧器霧化後，隨即送入高溫之感應耦合電漿原子化，即將霧狀樣品的溶劑蒸發、化合物分解為原子，然後經過原子化及激發過程，當原子由激發態返回低能階狀態時各元素發射出其特定的多條光譜線，經分光儀分光，再經由光電倍增管偵測其光譜線強度，根據這些訊號的波長及強度資料，可進行元素的定性及定量分析。

2. 測定條件：

公職王歷屆試題 (110 專技高考)

取檢液、空白檢液及標準溶液，以適當速度分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列測定條件進行分析，依計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)。

電漿無線電頻功率(W)	1300
電漿氫氣流速(L/min)	15.0
輔助氫氣流速(L/min)	0.2
霧化氫氣流速(L/min)	0.8
鎊質量(m/z)	114、111

$$\text{檢體中各重金屬之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度($\mu\text{g/mL}$)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中各重金屬之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

四、請詳述下列有關檢驗方法之確效名詞的定義。(每小題 5 分，共 20 分)

(一)重複性 (Repeatability)

(二)中間密度 (Intermediate precision)

(三)再現性 (Reproducibility)

(四)變異係數 (Coefficient of variation)

【擬答】

精密度之評估包括重複性(repeatability)、中間精密度(intermediate precision)及再現性(reproducibility)

(一)重複性(repeatability)

屬精密度之評估一種，重複性係以同一實驗室於同一批次執行該檢驗方法，所得之結果予以評估。

(二)中間密度(intermediate precision)

屬精密度之評估一種，中間精密度代表實驗室內精密度，係以同一實驗室執行該檢驗方法，於不同分析日期、分析人員、分析設備等，所得之結果予以評估。

(三)再現性(reproducibility)

屬精密度之評估一種，再現性代表實驗室間精密度，係以不同實驗室執行該檢驗方法，所得之結果予以評估。

(四)變異係數(Coefficient of variance, CV)

為標準偏差除以測定之平均值，如下式，利用 CV 大小可以瞭解標準偏差 CV 越小表示重複結果的精密度越高。一般而言，CV 應小於 5% 才可接受。分析的精密度可由分析的變異係數(coefficient of variation, CV) 來表示。若多次分析的結果，平均值為 X，標準偏差為 $\sigma = \text{SD}$ ，則 CV 值即為 σ/X 。如果 $CV < 5\%$ ，我們就說這個分析實驗很精密，可以被接受。

$$CV = \frac{\sigma}{X} \times 100\%$$