

食品中鄰苯二甲酸酯類之檢驗方法

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中鄰苯二甲酸酯類之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS) 分析之方法。
 - 2.1 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY BEH C18，1.7 μm，內徑 2.1 mm × 100 mm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪機(Sonicator)。
 - 2.1.3. 離心機(Centrifuge)：轉速可達 3500 rpm 者。
 - 2.1.4. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；醋酸銨採用試藥特級；去離子水(電阻係數可達 18 MΩ·cm 以上)；鄰苯二甲酸丁基苯酯(benzyl butyl phthalate, BBP)、鄰苯二甲酸二丁酯(dibutyl phthalate, DBP)、鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(di(2-ethylhexyl)phthalate, DEHP)、鄰苯二甲酸二辛酯(di-*n*-octyl phthalate, DNOP)、鄰苯二甲酸二異壬酯(diisononyl phthalate, DINP)、鄰苯二甲酸二異癸酯(diisodecyl phthalate, DIDP)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料^(註)：
 - 2.3.1. 移液管：1 mL 及 5 mL，玻璃材質。
 - 2.3.2. 容量瓶：10 mL 及 50 mL，玻璃材質。
 - 2.3.3. 離心管：10 mL，玻璃材質。註：檢驗中所使用之器具及材料均需為玻璃材質，不可使用塑膠材質，使用前需先以甲醇潤洗，吹乾備用。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 5 mM 醋酸銨溶液：

稱取醋酸銨 0.39 g，以去離子水溶解使成 1000 mL。
 - 2.4.2. 移動相溶液：

甲醇與 5 mM 醋酸銨溶液以 9:1 (v/v) 之比例混勻，供作移動相溶液。

2.5. 標準溶液之配製：

取 DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP 及 DIDP 對照用標準品各約 50 mg，分別置於 50 mL 容量瓶中，精確稱定，以甲醇溶解並定容，作為標準原液。量取各標準原液各 0.25 mL，共置於 50 mL 容量瓶中，以甲醇定容，作為混合標準原液。使用時，再以甲醇稀釋至 0.02~0.5 µg/mL，供作標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

取混勻後檢體約 1 g，精確稱定，置於 50 mL 容量瓶中，加入甲醇約 45 mL，經超音波振盪 30 分鐘，冷卻後，以甲醇定容。靜置後，取上部溶液約 5 mL 置於離心管中，於 3500 rpm 離心 10 分鐘，取上清液供作檢液。

2.7. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及混合標準溶液各 10 µL，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依下列條件進行液相層析串聯質譜分析，就檢液與對應標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度比^(註)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中各鄰苯二甲酸酯之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各鄰苯二甲酸酯之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中各鄰苯二甲酸酯之濃度(µg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析串聯質譜測定條件：

移動相溶液：依 2.4.2. 節調製之溶液

注入量：10 µL

移動相流速：0.35 mL/min

毛細管電壓(Capillary voltage)：3.2 kV

離子源溫度(Ion source temperature)：120°C

溶媒揮散溫度(Desolvation temperature)：500°C

進樣錐氣體流速(Cone gas flow rate)：100 L/hr

溶煤揮散流速(Desolvation flow rate)：800 L/hr

偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)

離子對、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如下表：

| 分析物 | 離子對 | 進樣錐電壓 | 碰撞能量 |
|------|-------------------------------|-------|------|
| | 前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z) | (V) | (eV) |
| BBP | 313 > 149 | 17 | 11 |
| | 313 > 205 | 17 | 7 |
| | 313 > 239 | 17 | 5 |
| DBP | 279 > 149 | 20 | 14 |
| | 279 > 205 | 20 | 7 |
| DEHP | 391 > 149 | 19 | 20 |
| | 391 > 167 | 19 | 14 |
| | 391 > 279 | 19 | 9 |
| DNOP | 391 > 149 | 18 | 12 |
| | 391 > 261 | 18 | 10 |
| | 391 > 121 | 18 | 40 |
| DINP | 419 > 149 | 15 | 26 |
| | 419 > 275 | 15 | 12 |
| | 419 > 293 | 15 | 13 |
| DIDP | 447 > 149 | 18 | 25 |
| | 447 > 289 | 18 | 9 |
| | 447 > 307 | 18 | 11 |

定量離子對：BBP 為 m/z 313 > 149、DBP 為 m/z 279 > 149、DEHP 為 m/z 391 > 149、DNOP 為 m/z 391 > 149、DINP 為 m/z 419 > 149 及 DIDP 為 m/z 447 > 149

- 註：1. 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。
2. 相對離子強度由兩組離子對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 | ± 20 |
| > 20 ~ 50 | ± 25 |
| > 10 ~ 20 | ± 30 |
| ≤ 10 | ± 50 |

附註：食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。