

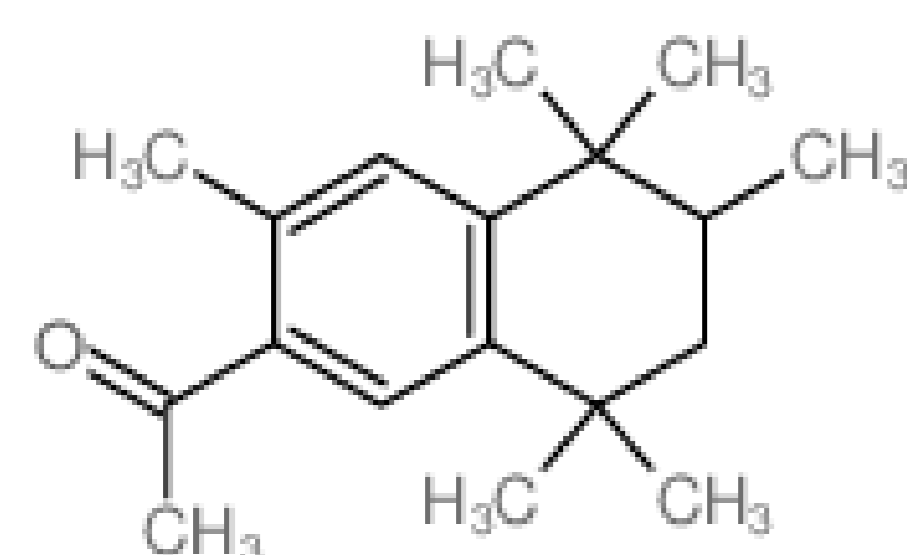
洗碗機用洗碗精中人造麝香檢測方法開發及定性 Development Testing Method and Qualitative Analysis of Synthetic Musk in Dishwasher Detergent

指導老師：蔡詩偉 教授

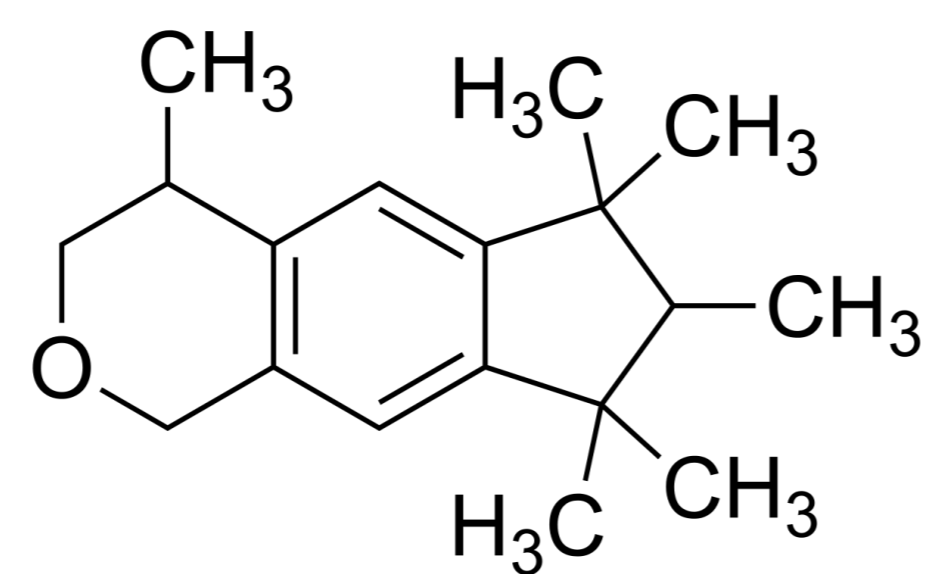
學生：公衛四 蔡叔樺

一、前言

洗碗機的普及率上升，洗碗機所使用之洗碗精的使用量也隨之增加，衛生福利部所公告之食品安全衛生管理法，洗碗機所使用之洗碗精並未列入食品用清潔劑衛生標準之規範中，而洗碗精中時常出現香料的存在，多數以人造麝香出現於其中，在各類產品中以多環麝香中的佳樂麝香(HHCB)及吐納麝香(AHTN)為人造麝香使用大宗，化學結構如圖一、二，且不論在體外或體內實驗，都發現人造麝香會造成健康傷害，例如：內分泌系統及呼吸道疾病等。因此本研究開發檢驗方法以定性洗碗機用洗碗精中的人造麝香。



圖一、AHTN



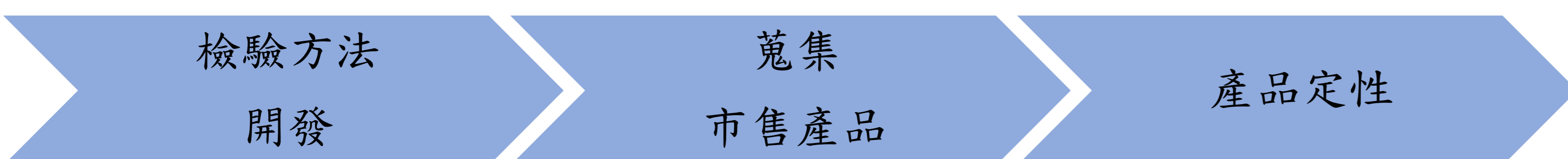
圖二、HHCB

二、研究目的

- 開發檢驗方法及參數：包含複雜樣品前處理、層析條件、儀器分析等。
- 產品定性：藉由本研究開發之檢驗方法進行產品定性。

三、研究方法

- 研究架構：



- 檢驗方法開發：

建立GC-MS/MS的參數，以定性AHTN與HHCB。以固相微萃取方式進行萃取，使用65 μ m PDMS/DVB之纖維進行萃取，以頂空搭配300rpm轉速、萃取溫度70 $^{\circ}$ C，萃取40分鐘，再以270 $^{\circ}$ C進行熱脫附15分鐘，隨後進入氣相層析串聯質譜儀分析。氣相層析串聯質譜儀初始測定條件：

- 層析管柱：DB-5MS
- 注射口溫度：270 $^{\circ}$ C
- 升溫程式：最初升溫程式設定如下，起始溫度為70 $^{\circ}$ C維持0.5分鐘，第一階段以每分鐘上升30 $^{\circ}$ C的速率，上升至200 $^{\circ}$ C，第二階段以每分鐘上升3 $^{\circ}$ C的速率，上升至225 $^{\circ}$ C，第三階段以每分鐘上升40 $^{\circ}$ C，上升至280 $^{\circ}$ C，維持1分鐘，總時長約15.5分鐘，實驗中視情況修改參數。
- 電子游離：70Ev

- 蒐集市售產品：

依照市面上販售之洗碗機用洗碗精不同的產品型態（錠狀、粉狀、液態）隨機購買8種樣品進行檢驗。

- 產品定性：

- 粉、錠狀：因單次洗碗機洗淨所用之水量約為6公升，而一塊洗碗錠大約18克，因此等比例運算，首先秤0.03克的洗碗粉以10mL的Milli-Q water稀釋，再將之稀釋至10000倍，取4mL稀釋好的溶液至SPME瓶中以固相微萃取方式進行萃取，搭配氣相層析串聯質譜儀進行定性分析。
- 液狀：取0.05mL的洗碗至5mL的Milli-Q water，再將之稀釋至10000倍，取4mL稀釋好的溶液至SPME瓶中，以固相微萃取方式進行萃取，搭配氣相層析串聯質譜儀進行定性分析。

四、結果及討論

- 檢測方法

以SPME樣品前處理，送入GC-MS/MS(MRM mode)定性HHCB、AHTN，儀器之參數如下表一、二、三：

表一、GC升溫程式參數

	升溫速率	溫度($^{\circ}$ C)	維持時間(分鐘)
起始		70	0.5
第一階段升溫	30	220	0
第二階段升溫	20	225	0
第三階段升溫	3	280	5
第四階段升溫	5	300	5

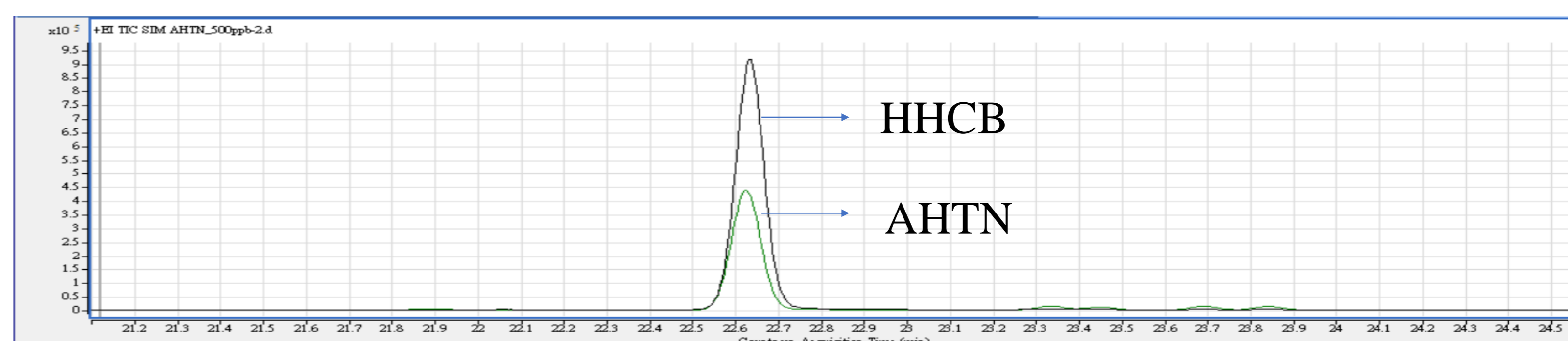
表二、SPME參數

	參數
萃取溫度	70 $^{\circ}$ C
萃取時間	40分鐘
脫附溫度	270 $^{\circ}$ C
脫附時間	15分鐘

表三、MRM模式參數

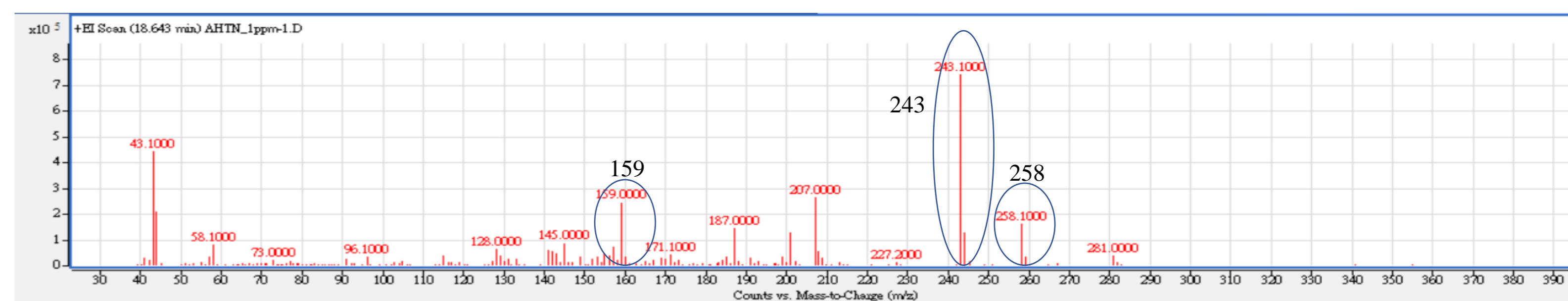
	定性離子	定量離子
AHTN	243 \rightarrow 187	243 \rightarrow 201
HHCB	243 \rightarrow 213	258 \rightarrow 243

AHTN和HHCB的層析圖如圖三，由於峰重疊因此使用MRM mode解決後續產品定性AHTN及HHCB之問題：

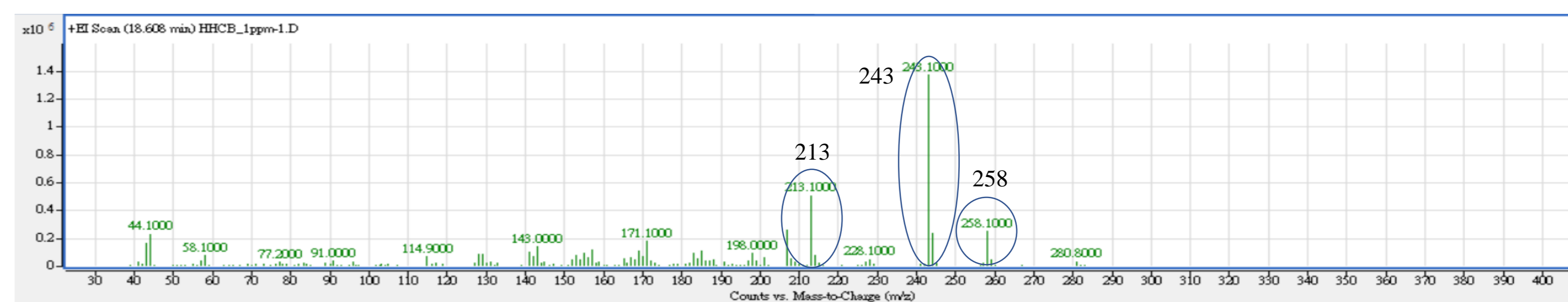


圖三、AHTN、HHCB層析圖(SIM mode)

AHTN和HHCB之質譜圖如圖四、五，將離子訊號強度前三高的離子碎片之比例比對NIST資料庫，確定為此二物質：



圖四、AHTN質譜圖(Scan mode)



圖五、HHCB質譜圖(Scan mode)

- 人造麝香於SPME之脫附效率：低濃度有脫附效率問題，高濃度則無。
- 產品定性：8樣產品皆含有AHTN和HHCB，其中有兩種洗潔劑標榜「零香料」，卻驗出人造麝香的存在。

五、結論

國內法律排除洗碗機專用之洗潔劑於食品用洗潔劑衛生標準外，本研究發現洗碗機專用之洗碗精含有人造麝香。本研究之8個隨機之樣品，皆發現含有AHTN以及HHCB此二物質，而由於具有健康危害，已被許多國家禁止使用於食品洗潔劑。此外，本研究所使用的檢驗方法，已可定性樣本中AHTN及HHCB；建議未來定量樣品中的人造麝香含量，以評估其可能的健康風險。

參考文獻

- 蔡詩偉(2014)。「食品接觸物件材質及洗潔劑殘留風險研究」-分項計畫一：洗潔劑內含成分風險分析。衛生福利部食品藥物管理署103年度研究成果報告(編號：MOHW103-FDA-31602)，未出版。
- 曾薇如(2015)，利用固相微萃取技術分析個人保健用品中之人造麝香，國立台灣大學環境衛生研究所碩士論文，台北市。
- Laura Vallecillos, Francesc Borrull, Eva Pocurull. Recent approaches for the determination of synthetic musk fragrances in environmental samples. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2015, 72, 80-92.
- Skoog, Douglas A., Principles of instrumental analysis, 7th ed.; Saunders College Pub, 2017.

