食品用洗潔劑中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類之檢驗方法修正草案總說明

為加強食品用洗潔劑之管理,並依據食品安全衛生管理法第三十八條規定:「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗,其檢驗方法,經食品檢驗方法諮議會諮議,由中央主管機關定之」,爰擬具「食品用洗潔劑中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類之檢驗方法」修正草案,其修正要點如下:

- 一、配合「食品用洗潔劑衛生標準」修正「適用範圍」。
- 二、「檢驗方法」、「裝置」、「試藥」、「器具及材料」、相關試劑之調製、「移動相溶液之調製」、「檢液之調製」、「鑑別試驗及含量測定」及「附註」,依檢驗方法格式進行文字修正。
- 三、「標準溶液之配製」修正配製士基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類標準溶液之濃度範圍。

四、增列參考文獻。

五、增修訂部分文字。

食品用洗潔劑中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類之檢驗方法修正草案對照表

1. 適用範圍:本檢驗方法適用於消
<u>毒或洗滌</u> 食品、食品器具、 <u>食品</u> 容
器或包裝之以合成界面活性劑為

器或包裝之以合成界面活性劑為 主成分之液態洗潔劑中壬基苯酚 (nonylphenol)及壬基苯酚聚乙氧基 醇類(nonylphenol polyethoxylates) 之檢驗,不適用於商業滅菌用途(例 如餐具自動洗淨機等)使用之食品

修正規定

- 2. 檢驗方法:檢體經萃取後,以高 效液相層析<u>儀</u>(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析 之方法。
- 2.1. 裝置:

用洗潔劑。

- 2.1.1. 高效液相層析儀:
- 2.1.<u>1.</u>1. 檢出器:光二極體陣<u>列</u>檢 出 器 檢 出 器 (photodiode array detector)。
- 2.1.<u>1.</u>2. 層析管: Luna C18, 5 μm, 內徑2 mm × 15 cm, 或同級品。
- 2.2. 試藥:甲醇及乙腈均採用液相層析級;十二烷基硫酸鈉(sodium dodecyl sulfate, SDS)採用試藥級; 去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上); 于基苯酚及于基苯酚聚乙氧基醇類對照用標準品。 2.3. 器具及材料:
- 2.3.1. 容量瓶: 10 mL<u>及</u>100 mL, Pyrex材質。
- 2.3.2. 濾膜:孔徑0.45 μm, Nylon材質。

2.4. 試劑之調製:

- 2.4.1.50% 甲醇溶液之調製:
- 取甲醇500 mL,加<u>去離子</u>水使成1000 mL。
- 2.<u>4.2.</u> 含0.005_M SDS之50% 甲醇溶液之調製:
- 稱取SDS $1.442\,g$, 以50% 甲醇溶液溶解並定容至 $1000\,mL$ 。
- 2.5. 移動相溶液之調製:

現行規定

- 1. 適用範圍:本檢驗方法適用於食品、食品器具、容器及包裝使用之洗潔劑中壬基苯酚(nonylphenol)及 壬 基 苯 酚 聚 乙 氧 基 醇 類 (nonylphenol polyethoxylates)之檢驗,但不適用於固態肥皂、供餐具自動洗淨機使用之洗潔劑、酸液、鹼液及漂白水等。
- 2. 檢驗方法:高效液相層析<u>法</u> (high performance liquid chromatography, HPLC)。
- 2.1. 裝置:高效液相層析儀。
- 2.1.1. 檢出器: 光二極體<u>列</u>陣檢出器 檢出器 (photodiode array detector)。
- 2.1.2. 層析管: Luna C18,5 μm, 內徑2 mm × 15 cm, 或同級品。2.2. 試藥:

甲醇<u>、</u>乙腈採用液相層析級;十二烷基硫酸鈉(sodium dodecyl sulfate, SDS)採用試藥級;壬基苯酚、壬基苯酚聚乙氧基醇類對照用標準品。2.3. 器具及材料:

- 2.3.1. 容量瓶: 10 mL<u>、</u>100 mL<u>、</u>1000 mL, pyrex材質。
- 2.3.2. 濾膜:孔徑0.45 μm, Nylon材質。
- 2.4.50% 甲醇溶液之調製:

 $\underline{\underline{\underline{}}}$ 取甲醇500~mL,加水使成1000~mL。

2.<u>5</u>. 含0.005M SDS之50% 甲醇溶液之調製:

稱取SDS 1.442 g, 以50% 甲醇溶液溶解並定容至1000 mL。

2.6. 移動相溶液之調製:

甲醇:乙腈:水以72:6:22(v/v)之 比例混合後,以濾膜過濾,取濾液 作為移動相溶液。

2.7. 標準溶液之配製:

取壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基

說明

- 一、配合「食品用洗生 作為 生 修 用 進 。 圍 。 圍 。
- 二、「檢驗方 法」、「裝 置」、「試 藥」、「器 具 及 材 料八相關 試劑之調 製「移動 相溶液之 調製」、 「檢液之 調製」、 「鑑別試 驗及含量 測定」及 「附註」, 依檢驗方 法格式進 行文字修 正。 三、標準溶液
 - 之修壬及酚基準濃圍配正基壬聚醇溶度。

四、增列參考文獻。

五、增修訂部 分文字。 取甲醇、乙腈及去離子水以72:6: 22(v/v/v)之比例混<u>匀</u>後,經濾膜過 濾,取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製:

2.7. 檢液之調製:

取壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類對照用標準品各約0.1g,精確稱定,分別以含0.005MSDS之50%甲醇溶液溶解並定容至100mL,作為標準原液。臨用時取適量各標準原液混合,以含0.005MSDS之50%甲醇溶液稀釋至壬基苯酚1~50μg/mL,壬基苯酚聚乙氧基醇類2~50μg/mL,供作標準溶液。

<u>將</u>檢體<u>混勻,取</u>約0.1 g,精確稱定, 以含0.005_M SDS之50%甲醇溶液 溶解並定容至10 mL,供作檢液。 2.8. 鑑別試驗及含量測定:

精確量取檢液及標準溶液各20 μL,分別注入高效液相層析儀中, <u>依</u>下列條件進行<u>分析。</u>就檢液與標 準溶液所得波峰之滯留時間及吸 收圖譜比較鑑別之,並依下列計算 式求出檢體中壬基苯酚及壬基苯 酚聚乙氧基醇類之總含量(%):

檢體中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙

氧基醇類之<u>總</u>含量(%) = $\frac{\Sigma C \times V}{M \times 10^4}$

C:由標準曲線中求得檢液中壬基 苯酚或壬基苯酚聚乙氧基醇類之 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)

高效液相層析測定條件(註):

光二極體陣<u>列</u>檢出器:<u>定量</u>波長 223 nm。

層析管: Luna C18,5 μm,內徑2 mm×15 cm。

移動相溶液:依2.6<u>.</u>節所調製之溶液。

移動相流速: 0.3 mL/min。

註:上述測定條件分析不適時,依 所使用之儀器,設定適合之測定條 件。

'| 附註: 醇類對照用標準品各約 $0.1\,\mathrm{g}$,精確稱定,以含 $0.005\mathrm{M}\,\mathrm{SDS}$ 之50%甲醇溶液溶解並定容至 $100\,\mathrm{mL}$,作為標準原液,使用時再以含 $0.005\mathrm{M}\,\mathrm{SDS}$ 之50%甲醇溶液稀釋成 $5\sim50$ $u\mathrm{g/mL}$,供作標準溶液。

2.8. 檢液之調製:

取檢體約0.1 g,精確稱定,以含0.005M SDS之50% 甲醇溶液溶解並定容至10 mL,供作檢液。

2.9. 鑑別試驗及含量測定:

精確量取檢液及標準溶液各20 μL,分別注入高效液相層析儀中, 參照下列條件進行液相層析,就檢 液與標準溶液所得波峰之滯留時 間及吸收圖譜比較鑑別之,並依下 列計算式求出檢體中壬基苯酚及 壬基苯酚聚乙氧基醇類之含量 (%):

檢體中壬基苯酚及壬基苯酚聚乙氧基醇類之含量(%) = $\frac{C \times V}{M \times 10^4}$ C:由標準曲線中求得檢液中壬基苯酚聚乙氧基醇類之濃度(μ g/mL)

V:檢體定容之體積(mL)

M:取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件:

光二極體<u>列</u>陣檢出器:波長223 nm。

層析管: Luna C18,5 μm,內徑2 mm×15 cm。

移動相溶液:依2.6節所調製之溶液。

移動相流速: 0.3 mL/min。

附註:

- 1. 本檢驗方法之檢出限量: 壬基苯酚0.01%; 壬基苯酚聚乙氧基醇類0.02%。
- 2. 檢體中<u>若</u>有影響結果之物質,應 自行檢討。

- 1. 本檢驗方法之定量極限, 壬基苯酚為0.01%, 壬基苯酚聚乙氧基醇 類為0.02%。
- 2. 檢體中有影響結果之物質<u>時</u>,應 自行檢討。

參考文獻:

Cheng, C. Y. and Ding, W. H. 2002.

Determination of nonylphenol polyethoxylates in household detergents by high-performance liquid chromatography. J. Chromatogr. A 968: 143-150.