

化粧品中禁用鄰苯二甲酸酯類之檢驗方法

Method of Test for Banned Phthalate Esters in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中鄰苯二甲酸二丁酯(dibutyl phthalate, DBP)、鄰苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯(bis(2-methoxyethyl) phthalate, DMEP)、鄰苯二甲酸二正戊酯(di-*n*-pentyl phthalate, DnPP)、鄰苯二甲酸二異戊酯(diisopentyl phthalate, DiPP)、鄰苯二甲酸丁酯苯甲酯(benzyl butyl phthalate, BBP)、鄰苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(bis(2-ethylhexyl) phthalate, DEHP)及鄰苯二甲酸二正辛酯(di-*n*-octyl phthalate, DnOP)等7品項禁用鄰苯二甲酸酯類之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以氣相層析質譜儀(gas chromatograph/mass spectrometer, GC-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電子游離法(electron ionization, EI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：HP-5 MS，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.2. 離心機(Centrifuge)：可達3000 rpm以上者。
 - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：甲醇採用液相層析級；DBP、DMEP、DnPP、DiPP、BBP、DEHP及DnOP對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料^(註)：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL。
 - 2.3.2. 離心管：10 mL，玻璃材質。

註：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. 標準溶液之配製：

DBP、DMEP、DnPP、DiPP、BBP、DEHP及DnOP對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以甲醇溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量標準原液混合，以甲醇稀釋至DBP、DMEP、DnPP、DiPP、BBP、DEHP及DnOP均為0.5~40 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。
 - 2.5. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，加入甲醇8 mL，以超音波振盪20分鐘，以甲醇定容至10 mL，於3000 rpm離心10分鐘，取上清液供作檢液。

2.6. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 μL ，分別注入氣相層析質譜儀中，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及相對離子強度^(註1)鑑別之，並依下列計算式求得檢體中各鄰苯二甲酸酯類之含量(ppm)。

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

C：由標準曲線求得檢液中各鄰苯二甲酸酯類之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

氣相層析分析測定條件^(註2)：

層析管：HP-5MS，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 30 m。

層析管溫度：初溫：100°C；

升溫速率：20°C/min；

終溫：280°C，9 min。

移動相氣體及流速：氦氣，1.2 mL/min。

注入器溫度：300°C。

注入模式：不分流(splitless)。

注入量：1 μL 。

介面溫度：300°C。

離子源溫度：280°C。

離子化模式：EI，70 eV。

偵測模式：全掃描(m/z 40-500)。定性及定量離子如下表：

分析物	定量離子(m/z)	定性離子(m/z)
DBP	149	223, 205
DMEP	59	149, 207
DnPP	149	237, 219
DiPP	149	237, 219
BBP	149	91, 206
DEHP	149	167, 279
DnOP	149	279, 261

註：1. 相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除得 ($\leq 100\%$)，容許範圍如下：

相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 10
> 20~50	± 15

> 10~20	±20
≤ 10	±50

2. 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。

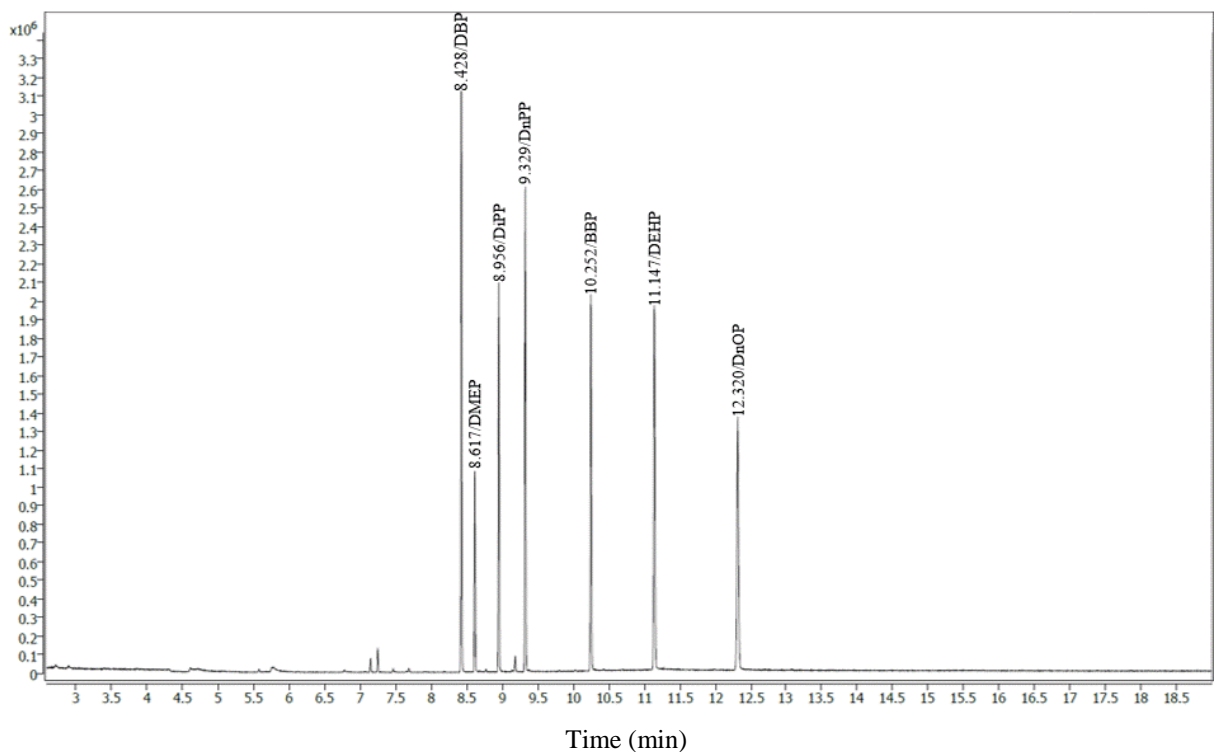
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，鄰苯二甲酸二丁酯等7項禁用鄰苯二甲酸酯類均為5 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Thomas, C., Siong, D. and Pirnay, S. 2014. Evaluation of the content-containing interaction in cosmetic products using gas chromatography-mass spectrometry. *Int. J. Cosmet. Sci.* 36: 327-335.
2. 鄭淑晶、張瓊文、黃守潔、陳玉盆、周秀冠、陳惠芳。2016。市售指甲油中甲醇、苯及鄰苯二甲酸酯類等禁用成分之品質監測。食品藥物研究年報，7: 216-221。

參考層析圖譜



圖、以GC-MS分析DBP等7項禁用鄰苯二甲酸酯類標準品之TIC圖譜