科技部補助

大專學生研究計畫研究成果報告

＊ ********* ** ＊
＊ 計　畫 ＊
＊ ： 食品香料中黃樟素之測定研究 ＊
＊ 名　稱 ＊
＊ ********* ** ＊

執行計畫學生： 黃鐙瑩
學生計畫編號： MOST 105-2815-C-041-002-M
研 究 期 間 ： 105 年 07 月 01 日至 106 年 02 月 28 日止，計 8 個月
指 導 教 授 ： 王來好

處理方式： 本計畫可公開查詢

執 行 單 位： 嘉藥學校財團法人嘉南藥理大學醫藥化學系

中華民國 106 年 03 月 28 日

摘要

黃樟素（Saforle）雖被列為第二級 B 類致癌物，在我國為合法可依規定使用的食品添加物，且存在一些天然植物或香料中，因此本研究以微波儀器（MARS6）萃取食品香料及食用檳榔時作為添加物的荖花中成分，利用管柱色層分析（Column Chromatography）分離出其中的 Safrole，藉由揮發特性及高分子薄膜的吸附性來探討不同的測定方法，利用高分子薄膜包覆 Seiko 兩面金屬電極石英晶片，使 Safrole 吸附於薄膜後，以操作簡單且快速的儀器探討樣品濃度相關線性，因此進行衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀（Attenated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy，ATR-FTIR）測定，換算樣品中 Safrole 濃度，再以石英晶體微天平（Quartz Crystal Microbalance，QCM）測定振盪頻率，由於 Safrole 吸附後整體重量改變，會引起振盪頻率的下降，藉由頻率差換算樣品中 Safrole 濃度。

再利用氣相層析火焰離子偵測器（Gas Chromatography-Flame Ionization Detector，GC-FID）測定市售精油所產生的揮發性芳香物，篩選適當的樣品並換算其中 Safrole 濃度，比對衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀（Attenated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy，ATR-FTIR）測定的濃度來探討相關線性。

關鍵字：黃樟素、ATR-FTIR、QCM、GC-FID

目錄

第一章　前言 1
1-1　研究背景 1
1-2　研究目的 2
第二章　文獻回顧 3
2-1　黃樟素介紹 3
2-2　黃樟素致癌性研究 4
2-3　黃樟素分析測定 ..... **錯誤! 尚未定義書籤。**
2-4　樣品萃取技術 5
第三章　實驗材料及方法 6
3-1　試藥 6
3-1-1　微波儀器萃取及層析移動相配製藥品 6
3-1-2　標準品 6
3-1-3　市售樣品 7
3-2　儀器 7
3-2-1　一般操作所需儀器及設備 7
3-2-2　實驗儀器 8
3-3　實驗方法 8
3-3-1　高分子薄膜的選擇 8
3-3-2　反應條件的選擇 8
3-3-3　食品香料樣品前處理 9
3-3-4　探討樣品中黃樟素濃度 10
3-3-5　探討精油樣品中黃樟素濃度 10
第四章　結果與討論 11
4-1　高分子薄膜之選擇 11

4-2　反應條件之選擇 12
4-3　樣品之選擇.....16
4-4　儀器測定樣品之相關線性.....18
第五章　結論 27
第六章　參考文獻.....29

圖目錄

圖 4-1　利用 Polyethylene membrane 作為吸附薄膜測 ATR-FTIR 與液體黃樟素標準品做比較。 11

圖 4-2　在不同溫度下，黃樟素吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。 12

圖 4-3　在不同時間下，黃樟素吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。 13

圖 4-4　以 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438 mg/mL 黃樟素在 40℃、60min 下吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。 14

圖 4-5　以 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438 mg/mL 黃樟素在 40℃、60min 下吸附於 Polyethylene membrane 後測 QCM。 15

圖 4-6　純化荖花中的黃樟素與黃樟素標準品做比對。 16

圖 4-7　精油樣品中的黃樟素與黃樟素標準品做比對。 17

圖 4-8 特性波數 1504cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。 18

圖 4-9 特性波數 1488cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。 19

圖 4-10 特性波數 1246cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。 20

圖 4-11 特性波數 1043cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。 20

圖 4-12 特性波數 1246cm^{-1} 下洋茴香精油中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 21

圖 4-13 特性波數 1043cm^{-1} 下洋茴香精油中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 22

圖 4-14 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌一）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 23

圖 4-15 特性波數 1043cm^{-1} 下茴香精油（品牌一）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 23

圖 4-16 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌二）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 24

圖 4-17 特性波數 1043cm^{-1}下茴香精油（品牌二）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 24
圖 4-18 特性波數 1246cm^{-1}下茴香精油（品牌三）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 25
圖 4-19 特性波數 1043cm^{-1}下茴香精油（品牌三）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 25
圖 4-20 特性波數 1246cm^{-1}下茴香精油（品牌四）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 26
圖 4-21 特性波數 1043cm^{-1}下茴香精油（品牌四）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。 26

表目錄

表 2-1　黃樟素之結構，一般化學特性 4

表 2-2　樣品萃取技術比較 6

表 3-1　市售品牌香料進行 MARS6 微波儀器萃取條件 9

第一章 前言

1-1 研究背景

食品安全事件屢見不鮮，食安問題一直是大家非常關注的議題，最常見的就是不肖業者為了節省成本或增加風味，而添加危害人體的物質或不符合限量標準的物質於產品中，像是 1984 年時，黑松沙士被檢驗出含有黃樟素成分，此事件成國人討論的焦點，事後黑松沙士除了全面回收該產品，也推出不含黃樟素的黑松沙士。世界衛生組織國際癌症研究機構（International Agency for Research on Cancer，IARC）將黃樟素（Safrole）列為第二級 B 類致癌物，是美國食品藥物管理局（U.S. Food and Drug Administration，FDA）禁止直接添加或使用作為食品的物質，在我國衛生福利部食品藥物管理署（FDA）的食品添加物使用範圍及限量標準中，飲料中黃樟素的限量標準為 1.0（mg/kg），香料中含此成分時應顯著標示成分名稱及含量；在我們日常生活上許多天然植物因有著特殊氣味，因此常添加於食品中作為香料，如果只有微量的黃樟素存在香料中，只要合法且合理地使用，人體吸收的低劑量黃樟素能在 24 小時內完全排除。[1] – [3]

而天然物往往是很複雜的混合物，層析技術的成分分離基於樣品與移動相和固定相的相互作用，因此利用層析技術來分離、純化及鑑定化合物。[4]

傅立葉轉換紅外線光譜儀的原理為利用紅外線照射待測物，產生波的干涉 ，得到干涉光譜，再利用傅立葉轉換得到波長光譜。而衰減全反射為利用高反射率介質入射低反射率介質，達到光波打至樣品產生全反射，分析其樣品吸收及釋放之波長，達到檢測的效果。衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀主要優點：所需樣品少、操作簡單且快速。[14]

石英晶體微天平（Quartz Crystal Microbalance，QCM）的物理原理，是由電子振盪電路、頻率計算器以及金屬電極石英晶片所構成。利用壓電效應，提

供振盪電場，使石英振盪晶體產生固定頻率的機械振盪，再以電子振盪電路，測量出共振頻率，並可藉由頻率差換算分析物含量。[15]

1-2 研究目的

一般常見的分析方法為高效能液相層析（High Performance Liquid Chromatography，HPLC），需要花費較多的測定時間及有機溶劑，因此本研究目的為探討本實驗室設計的不同測定方法，以操作簡單且測定快速的衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀（Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy，ATR-FTIR）及石英晶體微天平（Quartz Crystal Microbalance，QCM）作為測定儀器。並以樣品處理以及管柱色層分析（Column Chromatography）分離技術，將市售品牌的食品香料及檳榔攤販售的荖花進行黃樟素（Safrole）的分離及純化，再透過薄層層析（Thin Layer Chromatography）定性，選擇適當的樣品來測定其中黃樟素濃度，探討兩種儀器之間的相關線性。

以及以衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀（Attenated Total Reflection-Fourier Transform Infrared Spectroscopy，ATR-FTIR）測定市售精油，換算其中黃樟素濃度，與實驗室以氣相層析火焰離子偵測器（Gas Chromatography-Flame Ionization Detector，GC-FID）測定市售精油的數據，換算其中黃樟素濃度來作比對，探討兩種儀器之間的相關線性。

。

第二章 文獻回顧

2-1　黃樟素介紹

黃樟素（Safrole）是一種苯丙烯（phenylpropene）。通常由樟屬植物的根、樹皮或果實中提取的一種無色或為黃色的油狀液體，或由兒茶酚及其他相關的亞甲二氧基化合物所合成。是棕色樟腦油的主要成分，少量被發現在植物中，作為天然殺蟲劑。常見的黃樟素類化合物還包括黃樟素（Safrole）、異黃樟素（Isosafrole）和二氫黃樟素（Dihydrosafrole）等，有特殊的香味，常用來當作香精或調味使用。黃樟素可用來合成胡椒基丁醚和胡椒醛，胡椒基丁醚是農藥中的增效劑，胡椒醛用來調味料理，是香料的組分。[5]

亞甲二氧甲基苯丙胺（3,4-亞甲二氧甲基苯丙胺，簡稱 MDMA），經常被用來製作搖頭丸，也是搖頭丸的主要成分之一。MDMA 的關鍵前體系 3,4-亞甲二氧苯基-2-丙酮（3,4-methylenedioxyphenyl-2-propanone），多以胡椒醛及黃樟素為原料製得。因此，《聯合國禁止非法販運麻醉藥品和精神藥物公約》將黃樟素、異黃樟素、胡椒醛列為禁止非法販運麻醉藥物和精神藥物。[8]

表 2-1　黃樟素之結構，一般化學特性

Scientific name	Safrole
IUPAC name	5-(Prop-2-en-1-yl)-2H-1,3-benzodioxole
CAS Number	94-59-7
Purity	≥97%
Molecular Weight	162.19 g/mol
Molecular Formula	$C_{10}H_{10}O_2$
density	1.096 g/mL (25℃)

2-2　黃樟素致癌性研究

1960 年的研究顯示，黃樟素具致癌性，會引起動物永久性的肝損傷。在 1977 年的研究中，有兩種黃樟素致癌的代謝物 hydroxysafrole 及 3'-hydroxyisosafrole 在大鼠的尿液中發現，人體的尿液中沒有發現。因此，世界衛生組織國際癌症研究機構（IARC）將黃樟素和二氫黃樟素列為第二級 B 類致癌物，而異黃樟素是第三級致癌物；美國食品藥物管理局（U.S. FDA）也禁止黃樟素作為食品添加劑；國際日用香精香料協會規定黃樟素不能作為香精香料使用於肥皂或香水中，若化妝品中的原料含有黃樟素，其最大殘留量為 0.01%；歐盟規定食品和飲料中黃樟素的最大量為 1mg/kg，而酒精體積含量超過 25%的酒精飲料中最大量為 5mg/kg，含有肉荳蔻干皮和肉荳蔻等原料的食物中黃樟素含量不得超過 15mg/kg；而我國衛生福利部食品藥物管理署（FDA）的食品添加物使用範圍及限量標準中，飲料中黃樟素的限量標準為 1.0 mg/kg。微量的黃樟素存在許多常見的各種香料中，如肉桂、肉荳蔻、黑胡椒、八角、茴香等，這些香料還是可以作為食材使用，並沒有被禁止。[6] – [7]

世界衛生組織國際癌症研究機構（IARC）將致癌物分為四級，係目前國際上最重要、最常被引用的一項分類標準，黃樟素屬於第二級 B 類的致癌物，即

對人類為可能致癌物，而致癌物的致癌性多半與職業、高劑量或長時間的接觸較有密切關係，雖然一般環境中可能會吸收到微量暴露的致癌物，但人體有正常的防禦解毒機轉，因此並非接觸就會導致癌症；文獻結果顯示低劑量的黃樟素在兩位男性的人體試驗中（0.165mg 及 1.655mg 的劑量）、大鼠試驗中（0.63mg/kg 的劑量），黃樟素被快速地吸收且在 24 小時內完全由尿液排出，因此目前黃樟素對於人類致癌的證據尚不足，不過高劑量的黃樟素在大鼠試驗中（750mg/kg），24 小時內僅有 25%被排出。[9] – [10]

2-3 黃樟素分析測定

過去相關的文獻中，大部分都是以高效能液相層析儀（High Performance Liquid Chromatography，HPLC）、氣相層析（Gas Chromatography，GC）來測定食品、化妝品中黃樟素的含量，或者證實天然植物中具有黃樟素，如當歸、細辛、桂皮、肉荳蔻、八角茴香等；還有人們會在檳榔中夾著荖花一起嚼食，咀嚼時會有辛香之氣味，並測定證實荖花中含有黃樟素。由於黃樟素類化合物為人類可能致癌物，因此建立準確、快速、簡便的分析檢測方法，對於評估安全性有著重要作用。而我國衛生福利部食品藥物管理署（FDA）也有訂定一套飲料中黃樟素之檢驗方法。[11– [13]

2-4 樣品萃取技術

(1) 微波屬於較低量子能階的電磁波，在一般加熱或化學應用中並不會直接影響分子鍵結的改變，屬於安全高的非游離波。

(2) 利用密閉式微波萃取，樣品因試劑快速升溫增快反應速率，平均比傳統加熱板方式快 10 ~ 100 倍。

(3) 在密閉式萃取瓶內進行，可減少操作人員曝露在有機溶劑中。

表 2-2　樣品萃取技術比較

Extract Method	Amount of solvent (mL)	Time	Amount of Sample(g)
索式	200-500	4-48 hr	10-30
超音波	100-300	0.5–1 hr	30
超臨界流體	8-50	0.5-2 hr	1-10
密閉式微波	15-40	12-18 min	10-30

第三章 實驗材料及方法

3-1 試藥

3-1-1 微波儀器萃取及層析移動相配製藥品

(1) 甲醇（Methanol，CH3OH）：SIGMA，分子量 32.04，≥99.9%

(2) 乙酸乙酯（Ethyl Acetate，$CH_3COOC_2H_5$）：ECHO，分子量 88.11，≥99.5%

(3) 正己烷（Hexane，C_6H_{14}）：SEEDCHEM，分子量 86.18，≥95.0%

(4) 異丙醇（Isopropanol，C_3H_8O）：MERCK，分子量 60.10，≥99.9%

(5) 氯仿（Chloroform，$CHCl_3$）：SEEDCHEM，分子量 119.38，≥99.5%

3-1-2 標準品

(1) 黃樟素（Safrole，$C_{10}H_{10}O_2$）：FIUKA，分子量 162.19，≥96.0%

3-1-3　市售樣品

(1) 食品香料：荳蔻（Elettaria cardamomum）、肉桂（Cinnamomum cassia）、小茴香（*Cuminum cyminum*）、八角（Illicium verum）、薑母（Zingiber officinale）黑胡椒（Piper nigrum）

(2) 荖花（Piper betle）

(3) 精油：茴香（Fennel）4 種不同品牌、洋茴香（Aniseed）

3-2 儀器

3-2-1　一般操作所需儀器及設備

(1) 電子天平：SARTORIUS 製造，型號為 CP225D

(2) 水浴式超音波振盪器（Ultrasonic cleaner）：DELTA 公司製造，型號為 DC600H

(3) 離心機：HETTIC 公司製造，型號為 EBA20

(4) 減壓濃縮機：BUCHI 公司製造，型號 R-210

(5) 超純水製造機：ELGA 公司製造，電阻（resistivity）為 18.2MΩ-cm

(6) 真空水馬達：ASPIRATOR 製造，型號為 AS-1

(7) 微量吸管：GILSON 公司製造，靈敏度為 2~20μL、20~100μL

(8) 恆溫箱：FIRSTEK 公司製造，型號 S300R

(9) 保存瓶、中空螺蓋

(10) 氣相層析進樣墊片：Thermogreem^{TM} LB-2 Septa，20633

(11) 封口膜：PARAFILM 公司製造

3-2-2　實驗儀器

(1) 微波儀器：CEM 公司製造，型號為 MARS6

(2) 衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀：PERKINELMER 公司製造，型號為 Specturm Two IR Spectrometer L160000A

(3) 交流阻抗儀：BioLogic 公司製造，型號為 SP-150

(4) 石英晶體微天平：Princeton Applied Research 公司製造，型號為 QCM922

3-3 實驗方法

本研究之方法為以管柱色層分析分離食品香料以及荖花中成分並純化黃樟素，像是市售品牌 1 的荳蔻、肉桂、小茴香、八角、薑母，品牌 2 的荳蔻、肉桂，品牌 3 的肉桂、黑胡椒等。並以黃樟素吸附於高分子薄膜之特性來測定衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀及石英晶體微天平，分別換算樣品黃樟素濃度，探討相關線性。實驗步驟包括以下幾項：

3-3-1　高分子薄膜的選擇

將高分子薄膜包覆 Seiko 兩面金屬電極石英晶片，結合導線架插入中孔蓋用矽氧樹脂墊片中固定，加入黃樟素標準品至 25mL 保存瓶並蓋上裝置，放置恆溫箱中經反應時間測定衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀。

3-3-2　反應條件的選擇

選擇適當的高分子薄膜後，改變不同的變數，像是恆溫箱溫度、反應時間以及黃樟素標準品濃度，找出適合的條件。

3-3-3　食品香料樣品前處理

管柱色層分析是以吸附性填充物（靜相）緊密裝填在直立的玻璃管柱（column）中，將要分離的物質由 column 頂端加入，再以沖堤劑（動相）將各成分流出達分離所使用的一種技術。

(1) 秤取粉末狀的市售品牌香料至 55mL Polyfluoroalkoxy（PFA）內管。

(2) 加入甲醇後，利用超音波震盪機使樣品潤濕。

(3) 進行 MARS6 微波儀器萃取。(表 3-1)

(4) 以離心機 6000rpm 離心 30 分鐘排除沉澱物。

(5) 離心後，取澄清液進行減壓濃縮，再以管柱色層分析進行成分分離。

(6) 其收集液進行減壓濃縮後，定性。

表 3-1　市售品牌香料進行 MARS6 微波儀器萃取條件

	Set up
Sample	0.3g 不等的 Sample
Extraction Solvent	20mL Methanol
Control Type	Ramp to Temperature
Temperature	60 ℃
Power	800 W
Ramp Time	15 mins
Hold Time	15 mins
Cool down	30 mins

3-3-4　探討樣品中黃樟素濃度

利用兩種操作簡單且快速的儀器，衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀及石英晶體微天平測定樣品中的黃樟素，並分別換算黃樟素濃度以 XY 軸作圖，探討相關線性。以及利用衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀測定精油樣品，換算黃樟素濃度，與實驗室

3-3-5　探討精油樣品中黃樟素濃度

再利用操作簡單且快速的衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀測定精油樣品，與實驗室以氣相層析火焰離子偵測器測定市售精油的數據作比對，並分別換算黃樟素濃度以 XY 軸作圖，探討相關線性。

第四章 結果與討論

4-1 高分子薄膜之選擇

以 Polyethylene、Polyvinyl chloride、Polyolefin、Polyvinylidene fluoride、Nylon、Cellulose acetate 等高分子薄膜，分別包覆於 Seiko 兩面金屬電極石英晶片，待黃樟素標準品吸附後以衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀測定，最終選擇最適合的 Polyethylene 作為吸附薄膜（圖 4-1）。

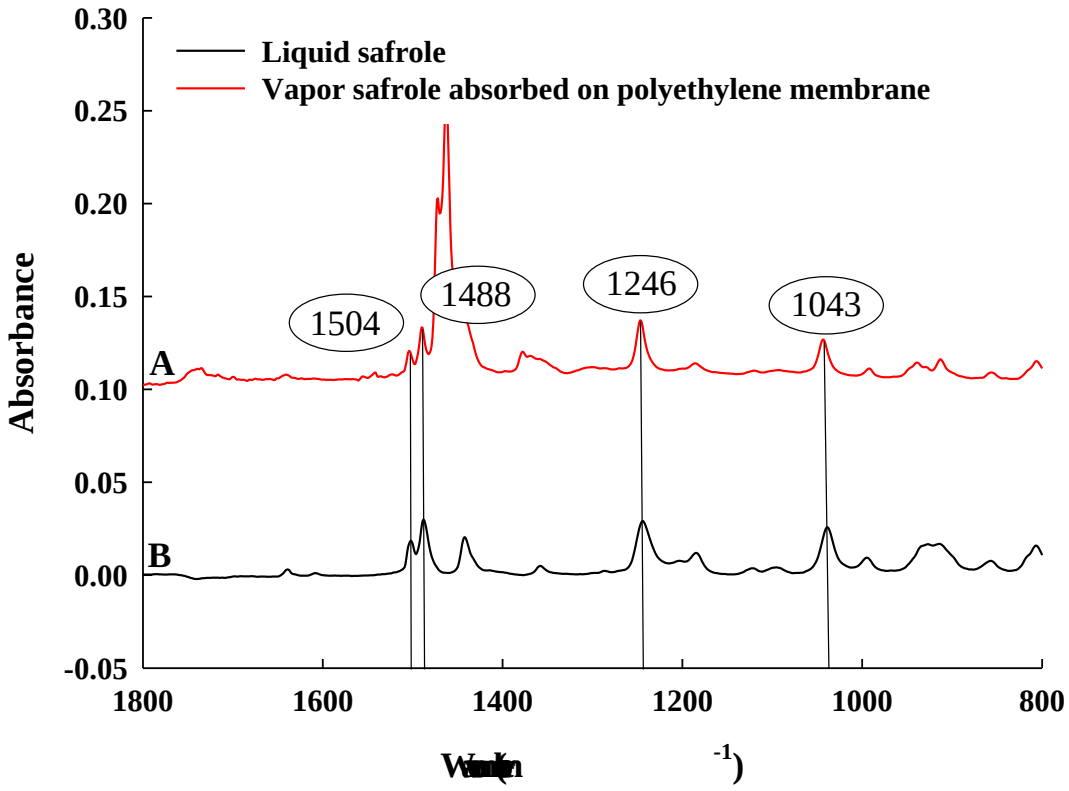

圖 4-1　利用 Polyethylene membrane 作為吸附薄膜測 ATR-FTIR 與液體黃樟素標準品做比較。

A 為液體黃樟素標準品揮發成氣體後吸附於高分子薄膜，B 為液態黃樟素標準品，其對應的特性波數分別為 1504、1488、1246、1043 cm^{-1}。

4-2 反應條件之選擇

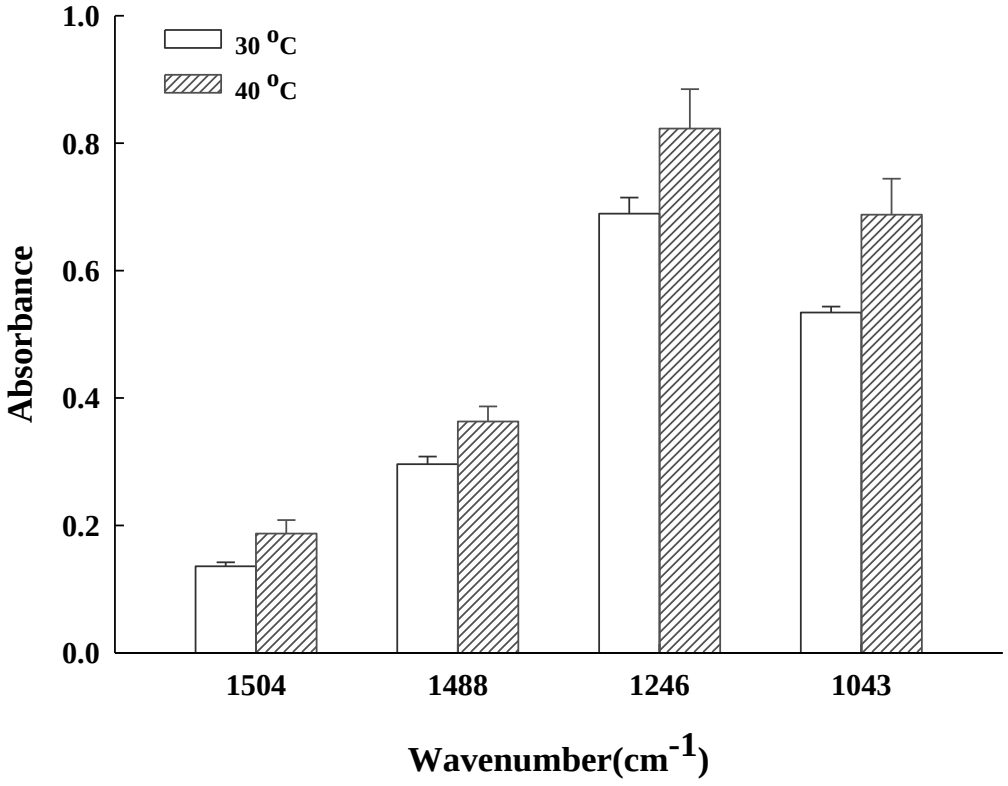

圖 4-2 在不同溫度下，黃樟素吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。

將 10μL 黃樟素標準品加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 30 及 40℃，靜置 60 分鐘後將 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR，黃樟素在 40℃下吸附於 Polyethylene membrane 之吸收度最佳。

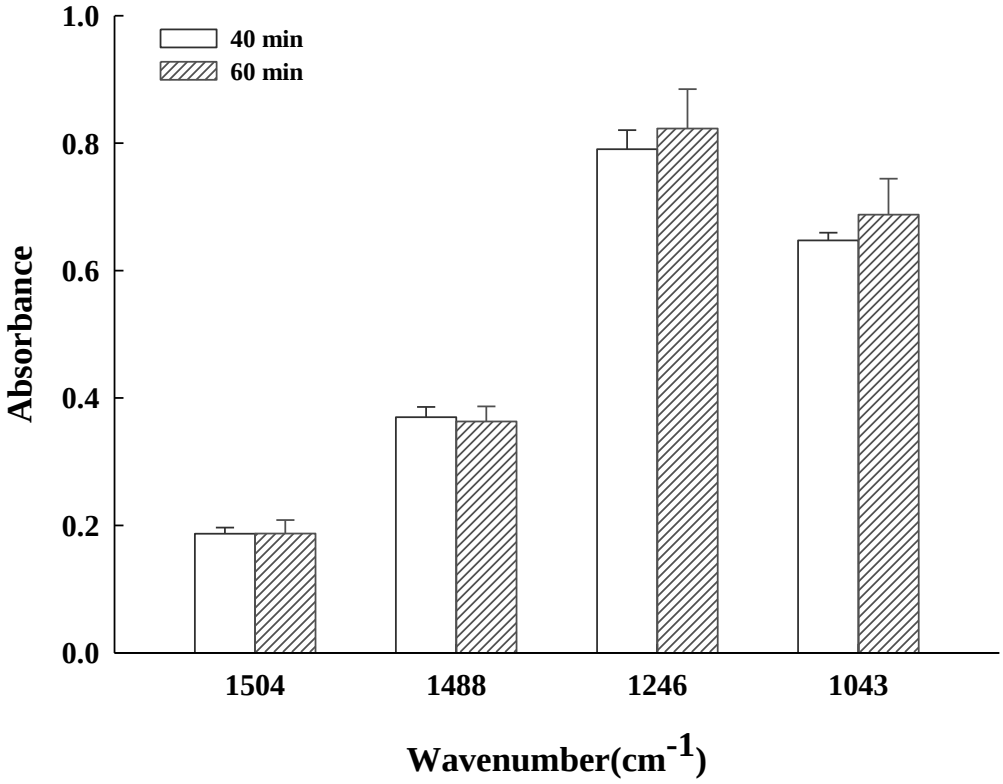

圖 4-3　在不同時間下，黃樟素吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。

將 10μL 黃樟素標準品加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 40℃，靜置 40 及 60 分鐘後將 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR，選擇靜置 60 分鐘作為吸附條件。

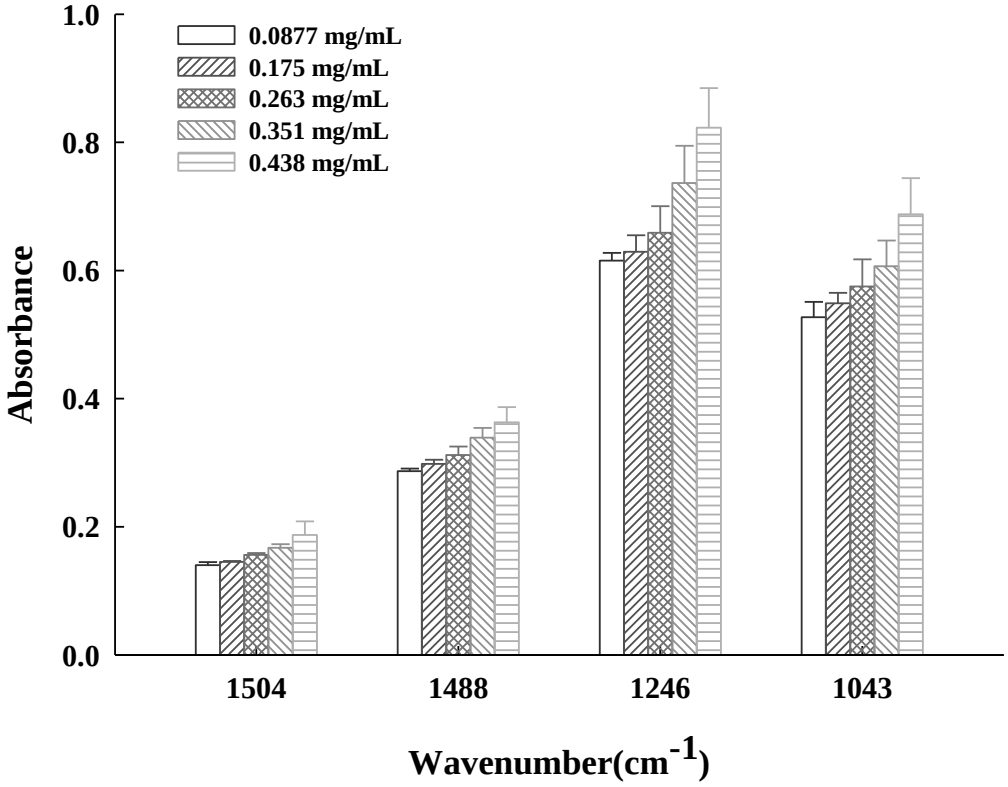

圖 4-4　以 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438 mg/mL 黃樟素在 40℃、60min 下吸附於 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。

將 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438mg/mL 黃樟素加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 40℃並靜置 60 分鐘後，將 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR，0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438mg/mL 黃樟素的吸收度變化呈線性，因此確認吸附條件為溫度 40℃、時間 60 分鐘。

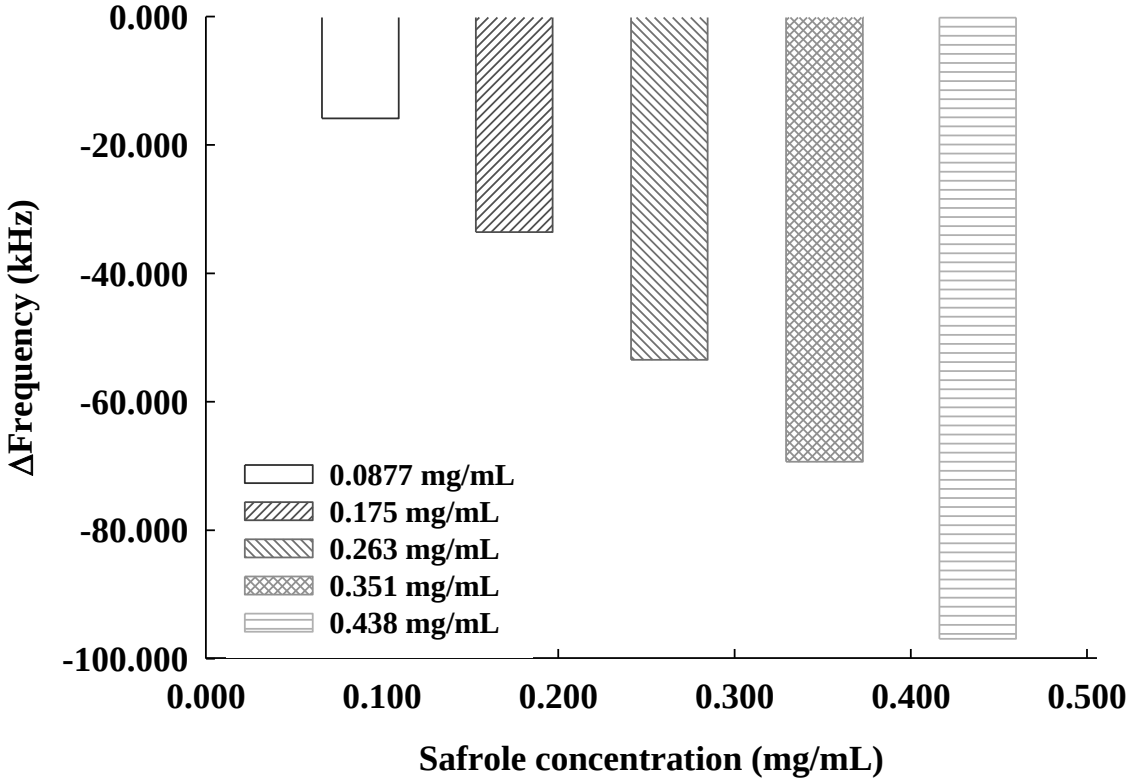

圖 4-5　以 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438 mg/mL 黃樟素在 40℃、60min 下吸附於 Polyethylene membrane 後測 QCM。

將 0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438mg/mL 黃樟素加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 40℃並靜置 60 分鐘後測 QCM，0.0877、0.175、0.263、0.351、0.438mg/mL 黃樟素的頻率差逐漸下降，呈線性變化。

4-3 樣品之選擇

經管柱色層分析分離食品香料以及荖花中成分並純化，其中市售品牌 1 的荳蔻、肉桂、小茴香、八角、薑母，品牌 2 的荳蔻、肉桂，品牌 3 的肉桂、黑胡椒所含黃樟素含量少，因此選擇荖花作為測定樣品並純化黃樟素。

依實驗室以氣相層析火焰離子偵測器測定市售精油的數據，選擇有含黃樟素成分的精油樣品來進行實驗，其中有 4 種不同品牌的茴香及 1 種洋茴香。

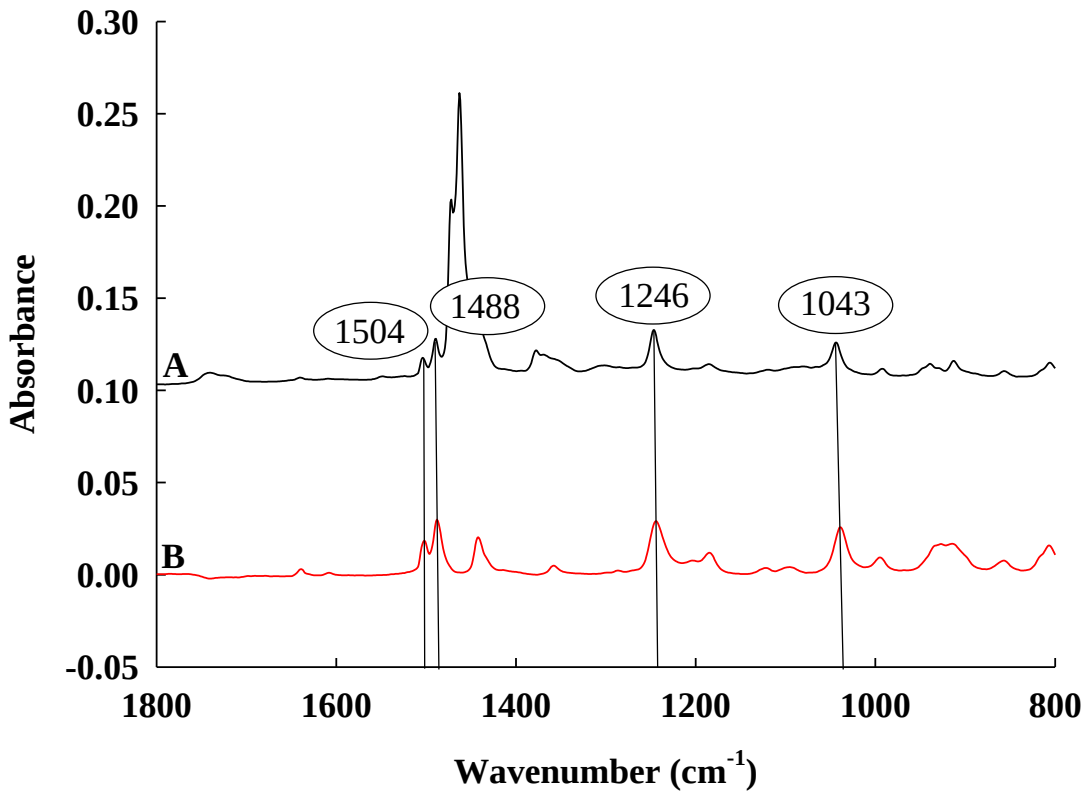

圖 4-6　純化荖花中的黃樟素與黃樟素標準品做比對。

將 50μL 荖花樣品加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 40℃並靜置 60 分鐘後，將 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。A 為荖花（Piper betle），B 為液體黃樟素標準品。其對應的特性波數分別為 1504、1488、1246、1043 cm^{-1}。

，

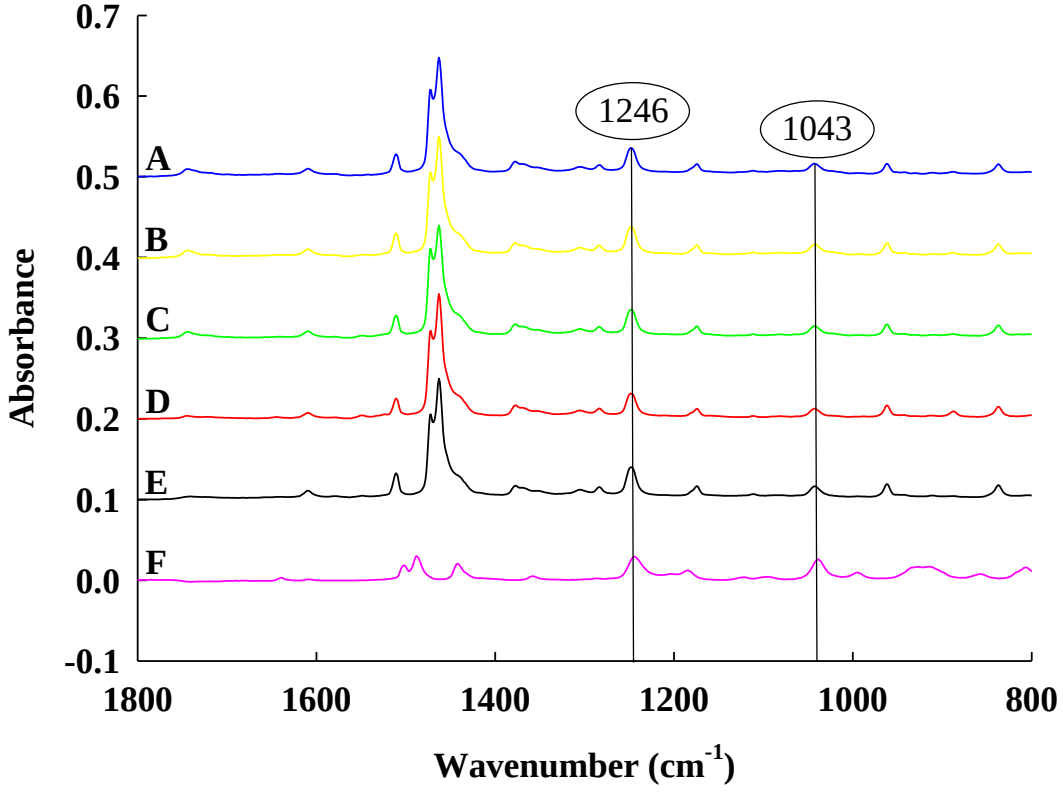

圖 4-7　精油樣品中的黃樟素與黃樟素標準品做比對。

將 50μL 精油樣品加入至保存瓶內，恆溫箱溫度設定 40℃並靜置 60 分鐘後，將 Polyethylene membrane 測 ATR-FTIR。A 為洋茴香（Aniseed），B、C、D 為不同品牌的茴香（Fennel），F 為液體黃樟素標準品。其對應的特性波數分別為 1246、1043 cm^{-1}。

4-4 儀器測定樣品之相關線性

以衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀及石英晶體微天平測定荖花樣品中的黃樟素，並分別換算成濃度，以 XY 作圖探討之間的相關線性。

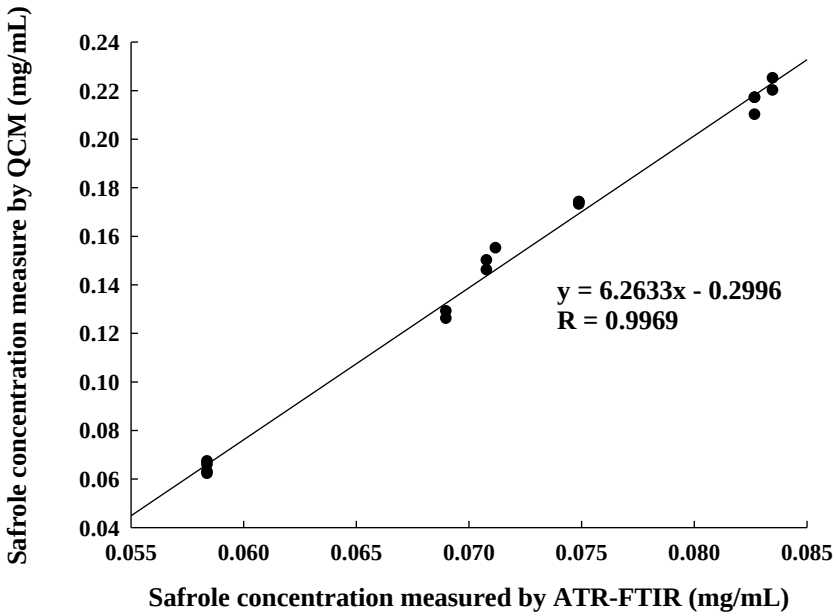

圖 4-8 特性波數 1504cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 6.2633x – 0.2996，R = 0.9969。

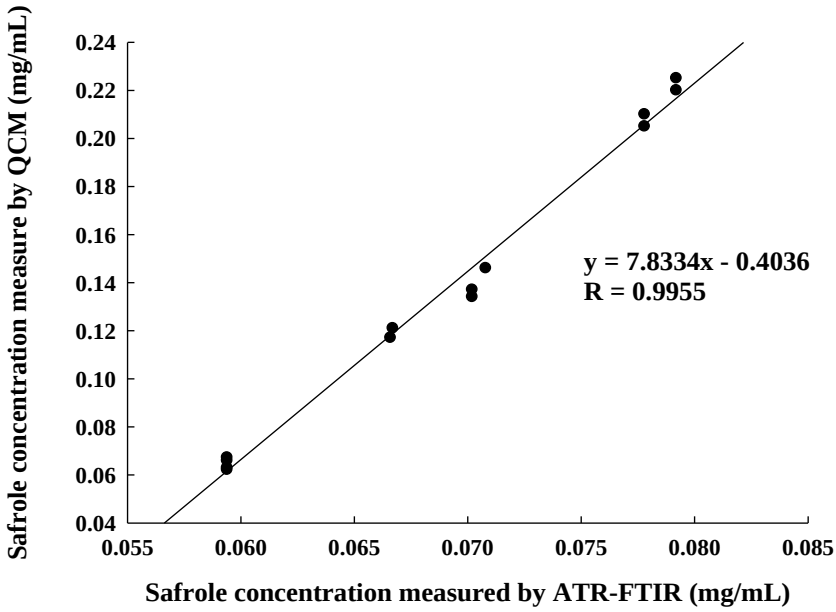

圖 4-9 特性波數 1488cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 7.8334x – 0.4036，R = 0.9955。

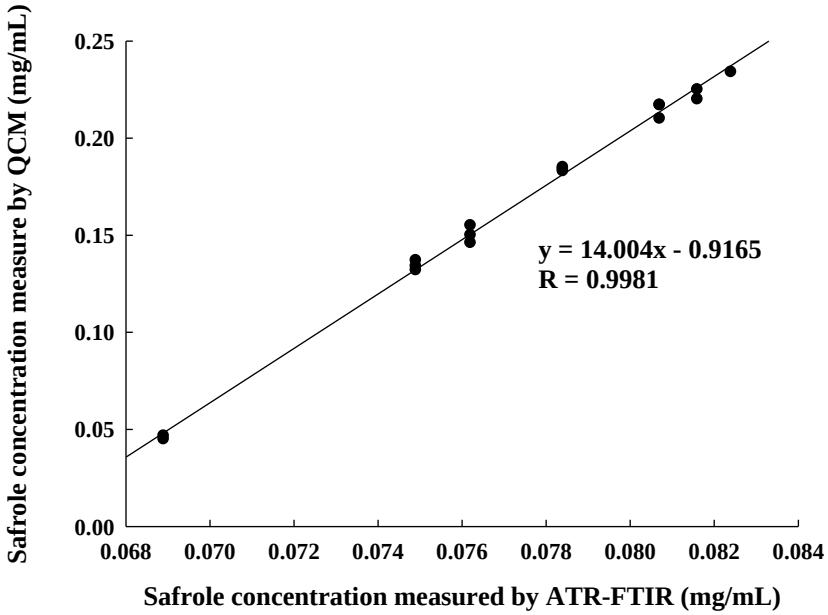

圖 4-10 特性波數 1246cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 14.004x – 0.9165，R = 0.9981。

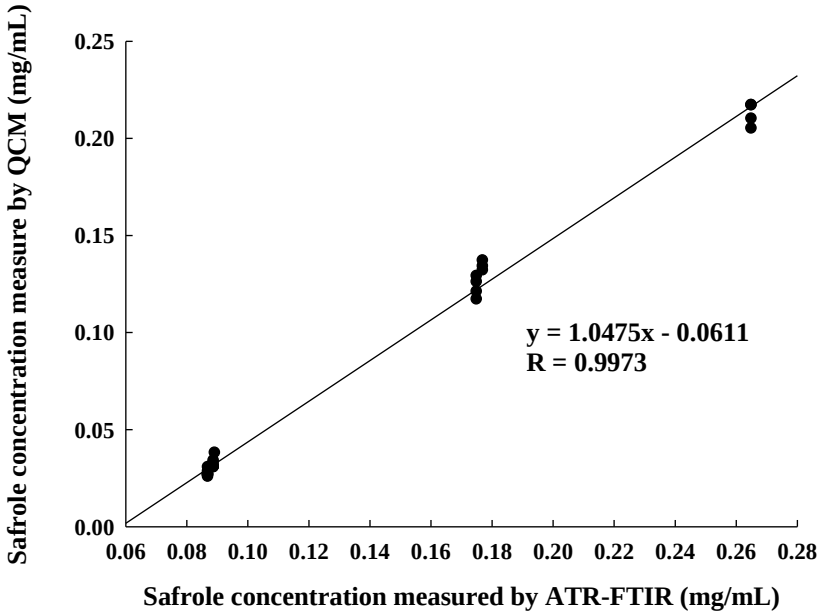

圖 4-11 特性波數 1043cm^{-1} 下荖花中黃樟素濃度比對 QCM 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 1.0475x – 0.0611，R = 0.9973。

以衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀及氣相層析火焰離子偵測器測定洋茴香精油樣品，以及四種不同品牌茴香精油樣品中的黃樟素，茴香精油樣品分為品牌一、二、三、四，並分別換算成濃度，以 XY 作圖探討之間的相關線性。

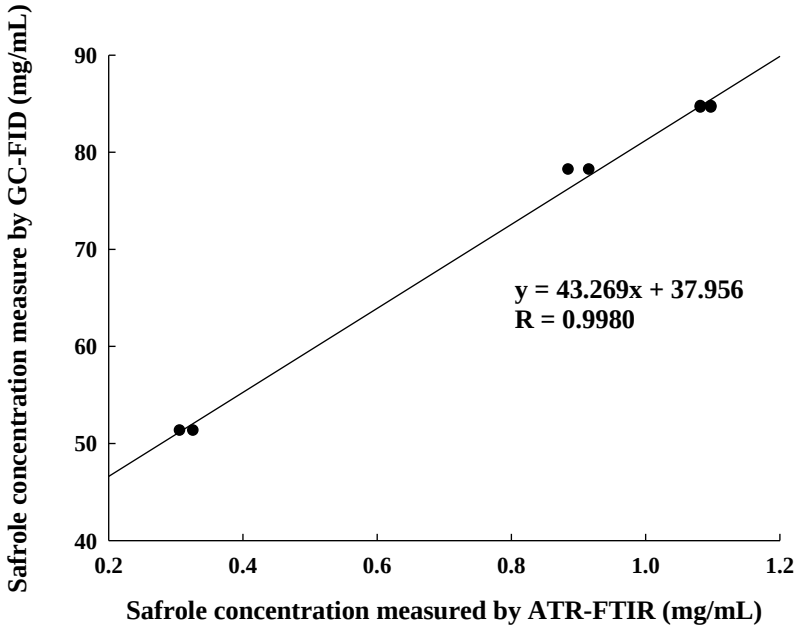

圖 4-12 特性波數 1246cm^{-1} 下洋茴香精油中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 43.269x + 37.956，R = 0.9980。

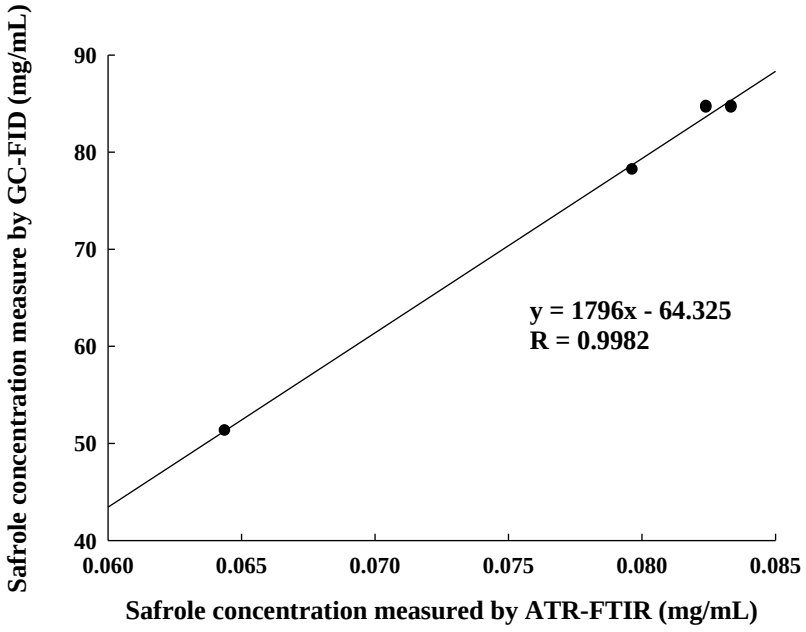

圖 4-13 特性波數 1043cm^{-1} 下洋茴香精油中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 1796x – 64.325，R = 0.9982。

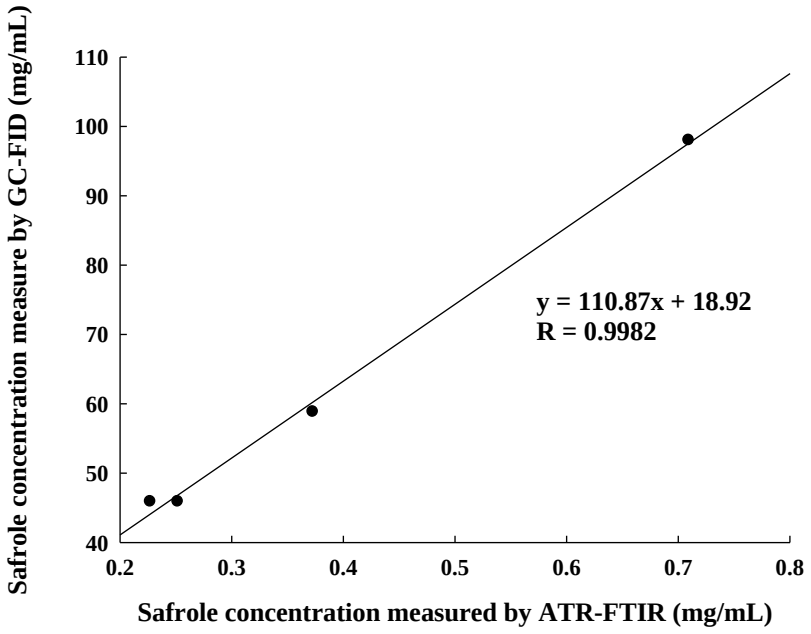

圖 4-14 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌一）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 110.87x + 18.92，R = 0.9982。

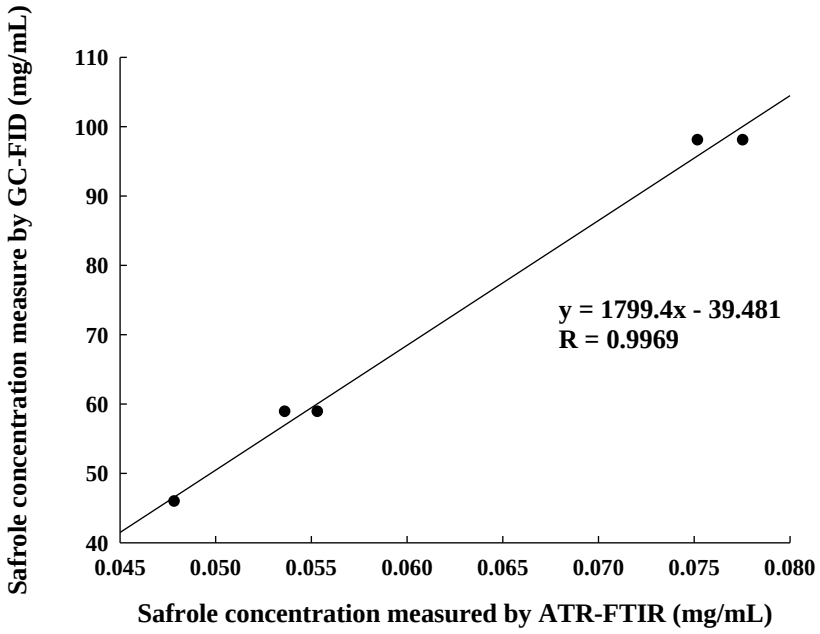

圖 4-15 特性波數 1043cm^{-1} 下茴香精油（品牌一）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 1799.4x – 39.481，R = 0.9969。

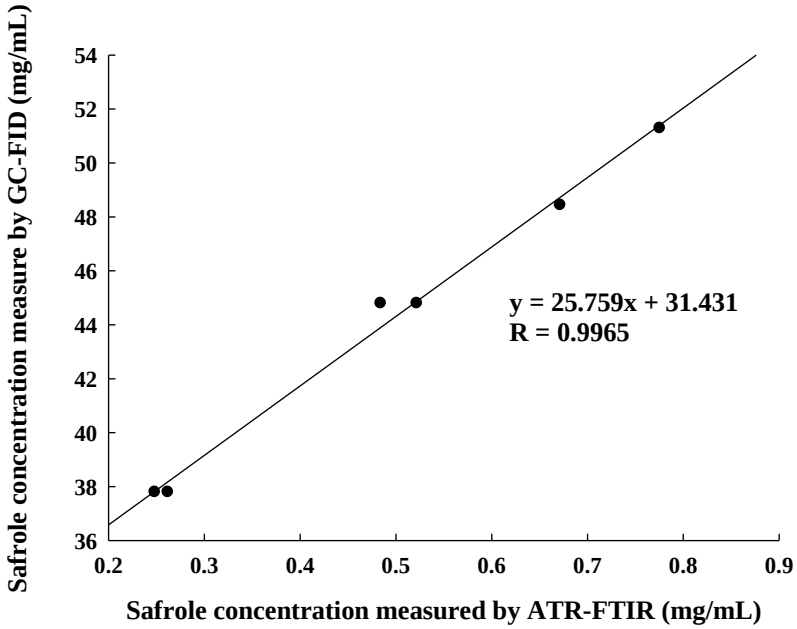

圖 4-16 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌二）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 24.759x + 31.431，R = 0.9965。

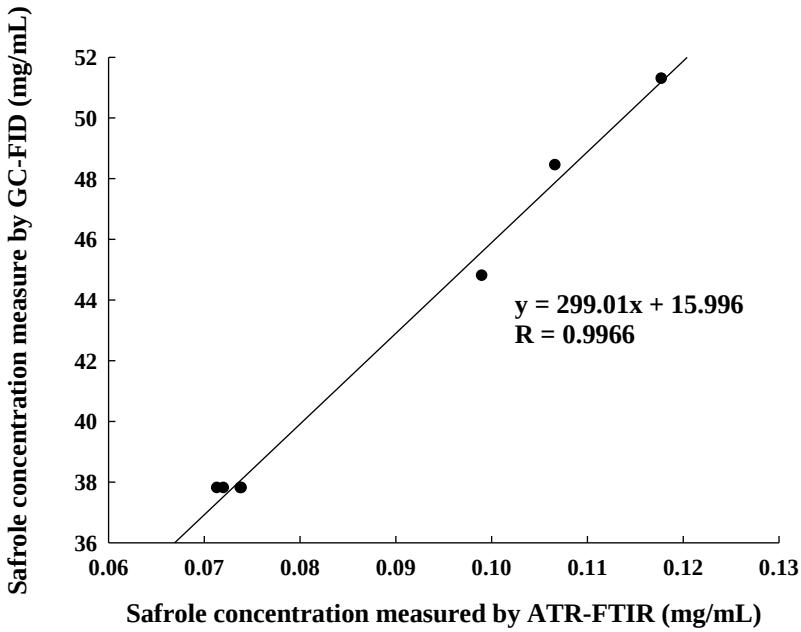

圖 4-17 特性波數 1043cm^{-1} 下茴香精油（品牌二）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 299.01x + 15.996，R = 0.9966。

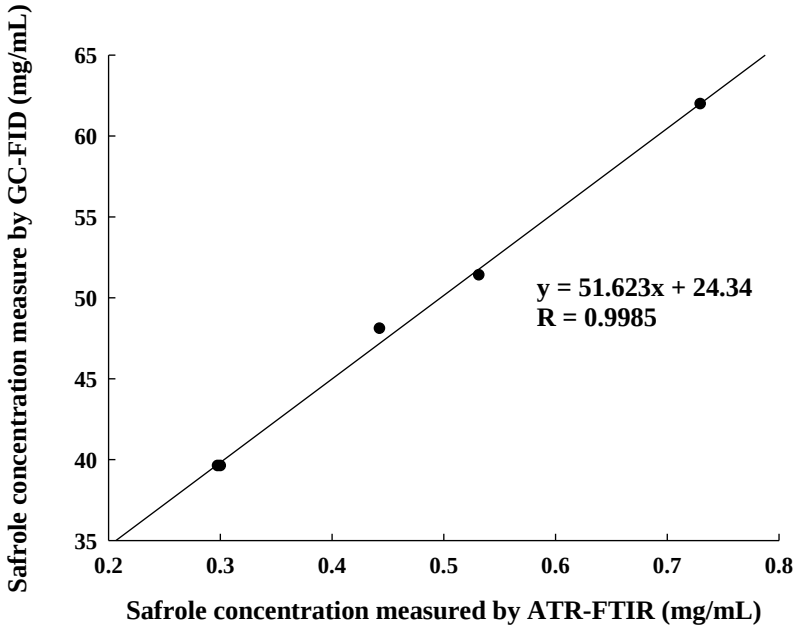

圖 4-18 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌三）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 51.623x + 24.34，R = 0.9985。

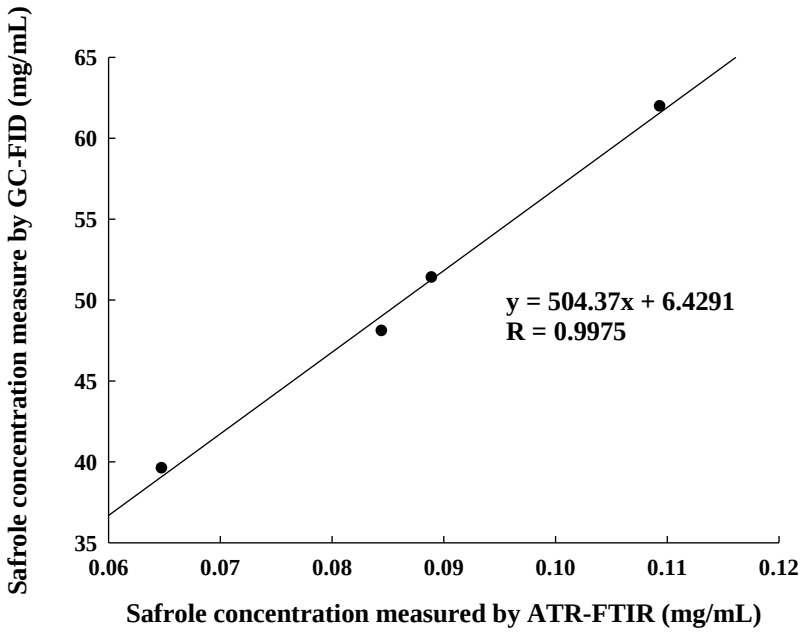

圖 4-19 特性波數 1043cm^{-1} 下茴香精油（品牌三）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 504.37x + 6.4291，R = 0.9975。

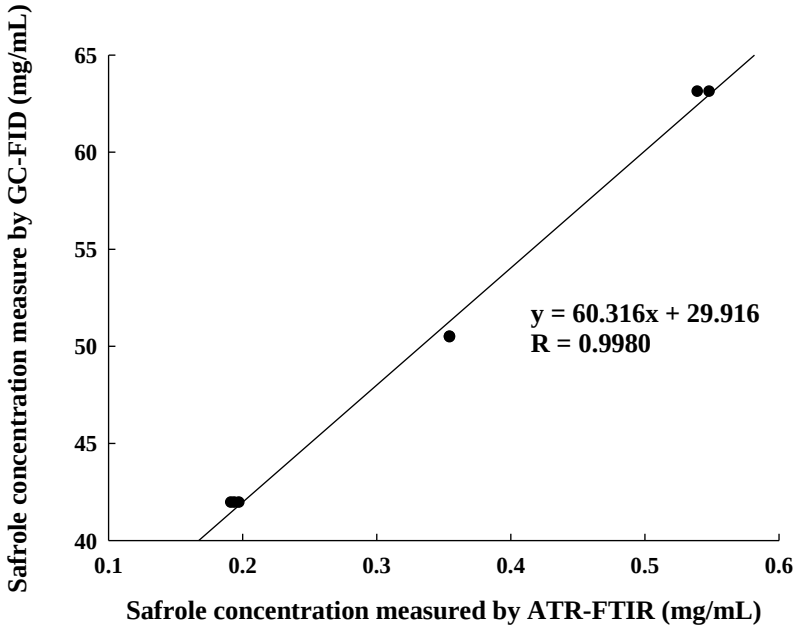

圖 4-20 特性波數 1246cm^{-1} 下茴香精油（品牌四）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 60.316x + 29.916，R = 0.9980。

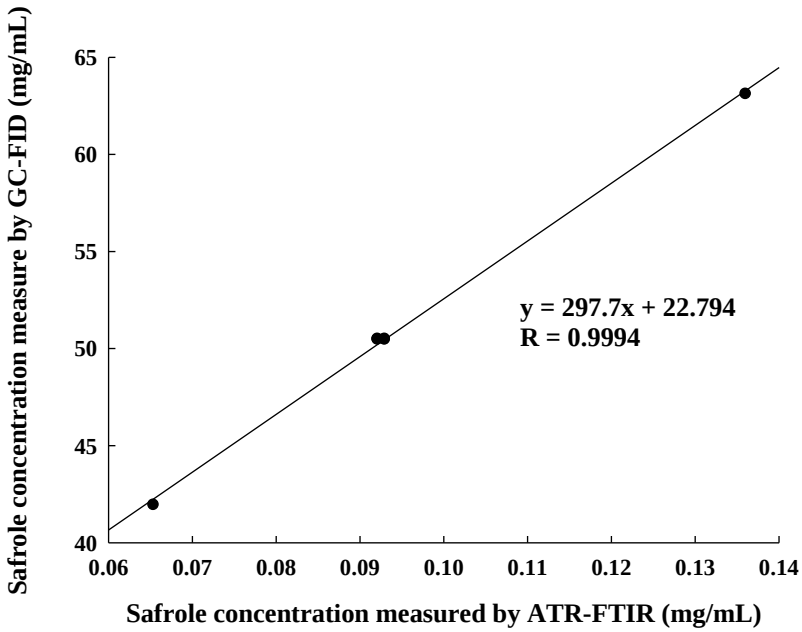

圖 4-21 特性波數 1043cm^{-1} 下茴香精油（品牌四）中黃樟素濃度比對 GC-FID 的相關線性。

得一條線性方程式 y = 297.7x + 22.794，R = 0.9994。

第五章 結論

1. 測定黃樟素對不同高分子的吸附性，最終選擇 Polyethylene 作為吸附黃樟素的高分子薄膜，並以實驗室設計的實驗方法進行樣品測定。
2. 黃樟素揮發成氣體吸附於 Polyethylene 的最佳條件為 40℃、60 分鐘。
3. 市售食品香料及荖花經樣品處理後定性，其中荖花中黃樟素的含量較高且純化，最適合作為探討實驗室設計之實驗方法的樣品。
4. 利用實驗室以氣相層析儀火焰離子偵測器測定市售精油樣品的數據，其中 4 種不同品牌的茴香及 1 種洋茴香含有黃樟素，選擇作為探討實驗室設計之實驗方法的樣品。
5. 荖花樣品經衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀及石英晶體微天平測定，分別換算黃樟素濃度，以 XY 作圖探討相關線性。在特性波數 1504cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 6.2633x – 0.2996$，$R = 0.9969$；1488cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 7.8334x – 0.4036$，$R = 0.9955$；1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 14.004x – 0.9165$，$R = 0.9981$；1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 1.0475x – 0.0611$，$R = 0.9973$。
6. 精油樣品經衰減全反射-傅立葉轉換紅外線光譜儀測定，與實驗室以氣相層析儀火焰離子偵測器測定市數據，分別換算黃樟素濃度，以 XY 作圖探討相關線性。洋茴香精油在特性波數 1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 43.269x + 37.956$，$R = 0.9980$；1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 1796x – 64.325$，$R = 0.9982$。茴香精油（品牌一）在特性波數 1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 110.87x + 18.92$，$R = 0.9982$；1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 1799.4x – 39.481$，$R = 0.9969$。茴香精油（品牌二）在特性波數 1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 24.759x + 31.431$，$R = 0.9965$；1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 299.01x + 15.996$，$R = 0.9966$。茴香精油（品牌三）在特性波數 1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 $y = 51.623x +$

24.34，R = 0.9985；1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 y = 504.37x + 6.4291，R = 0.9975。茴香精油（品牌四）在特性波數 1246cm^{-1} 下，得一條線性方程式 y = 60.316x + 29.916，R = 0.9980； 1043cm^{-1} 下，得一條線性方程式 y = 297.7x + 22.794，R = 0.9994。

第六章 參考文獻

[1] International Agency for Research on Cancer，IARC，http://monographs.iarc.fr/ENG/Classification/index.php

[2] U.S. FDA，U.S. Food and Drug Administration，http://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/cfrsearch.cfm?fr=189.180

[3] 食品添加物使用範圍及限量暨規格標準，衛生福利部食品藥物管理署

[4] Chemistry LibreTexts ，Column Chromatography

[5] Wikipedia，Safrole

[6] Annex II of Directive 88/388/EEC.，http://ec.europa.eu/food/fs/sfp/flav_index_en.html

[7] IFRA Prohibited Standards - 48th Amendment to the Code of Practice. http://www.ifraorg.org/en-us/standards-library/s/94-59-7#.V_pZdfl97IU

[8] Wikipedia，MDMA

[9] Opinion of the Scientific Committee on Food on the safety of the presense of safrole (1-allyl-3,4-methylene dioxy benzene) in flavourings and other food ingredients with flavouring properties，*SCF/CS/FLAV/FLAVOUR/6 ADD3 Final. 9 January 2002*.

[10] National Toxicology Program，Safrole

[11] Quantitative Determination of Safrole in Crude Drugs by Gas Chromatography，Ann. Rept. NLFD Taiwan R.O.C 7:48-52,1989

[12] Determination of Safrole in Ethanol Extract of Nutmeg（Myristica fragrans Houtt）Using Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography，International Journal of Chemistry; Vol 6, No. 3,2014

[13] 衛生福利部食品藥物管理署，飲料中黃樟素之檢驗方法， 105 年 1 月 28

日部授食字第 1051900104 號預告訂定

[14] PerkinElmer 生命和分析科學。Np：PerkinElmer Life and Analytical Sciences，nd *FT-IR Spectroscopy Attenuated Total Reflectance（ATR）*。PerkinElmer，Inc.，2005.Web。2014 年 2 月

[15] 石英壓電晶體微天平（QCM）簡介，紡織業勞工聽力保護計畫執行概況訪查報告，勞工安全衛生研究所，李勝利，94 年 6 月第 71 期