

## 膠囊錠狀食品中羥基酪醇之檢驗方法

### Method of Test for Hydroxytyrosol in Foods in Tablet and Capsule Forms

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於膠囊錠狀食品中羥基酪醇(hydroxytyrosol)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
  - 2.1. 裝置：
    - 2.1.1. 高效液相層析儀：
      - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
      - 2.1.1.2. 層析管：ZORBAX Eclipse Plus C18, 5  $\mu\text{m}$ , 內徑4.6 mm  $\times$  25 cm, 或同級品。
    - 2.1.2. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
    - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
    - 2.1.4. 離心機(Centrifuge)：轉速可達5000  $\times$ g以上者。
  - 2.2. 試藥：乙腈及甲醇均採用液相層析級；冰醋酸及無水醋酸鈉均採用試藥級；去離子水(比電阻於25 $^{\circ}\text{C}$ 可達18  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上)；羥基酪醇(hydroxytyrosol)對照用標準品。
  - 2.3. 器具與材料：
    - 2.3.1. 離心管：15 mL, PP材質。
    - 2.3.2. 容量瓶：10 mL。
    - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.45  $\mu\text{m}$ , PVDF材質。
  - 2.4. 0.05 M醋酸鈉溶液之調製：

取無水醋酸鈉2.1 g, 加入去離子水約450 mL溶解, 以冰醋酸調整pH值至5, 再加去離子水使成500 mL, 經濾膜過濾。
  - 2.5. 移動相溶液之調製：
    - 2.5.1. 移動相溶液A：0.05 M醋酸鈉溶液。
    - 2.5.2. 移動相溶液B：乙腈。
  - 2.6. 標準溶液之配製：

取羥基酪醇對照用標準品約10 mg, 精確稱定, 以甲醇溶解並定容至10 mL, 作為標準原液, 冷凍避光儲存。臨用時取適量標準原液, 以0.05 M醋酸鈉溶液稀釋至1~100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 供作標準溶液。
  - 2.7. 檢液之調製：

將檢體研磨混勻後, 取約0.2 g, 精確稱定, 加入0.05 M醋酸鈉溶液8 mL, 旋渦混合, 超音波振盪20分鐘, 再以0.05 M醋酸鈉溶液定容至10

mL，於5000 ×g離心10分鐘，取上清液經濾膜過濾後，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10 μL，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行分析。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羥基酪醇之含量(mg/g)：

$$\text{檢體中羥基酪醇之含量(mg/g)} = \frac{C \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中羥基酪醇之濃度(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<sup>(註)</sup>：

光二極體陣列檢出器：定量波長280 nm。

層析管：ZORBAX Eclipse Plus C18，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。

層析管溫度：40°C。

注入量：10 μL。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間	A (%)	B (%)
0.0 → 8.0	90 → 80	10 → 20
8.0 → 8.1	80 → 0	20 → 100
8.1 → 11.0	0 → 0	100 → 100
11.0 → 11.1	0 → 90	100 → 10
11.1 → 15.0	90 → 90	10 → 10

流速：1.0 mL/min。

註：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為0.05 mg/g。

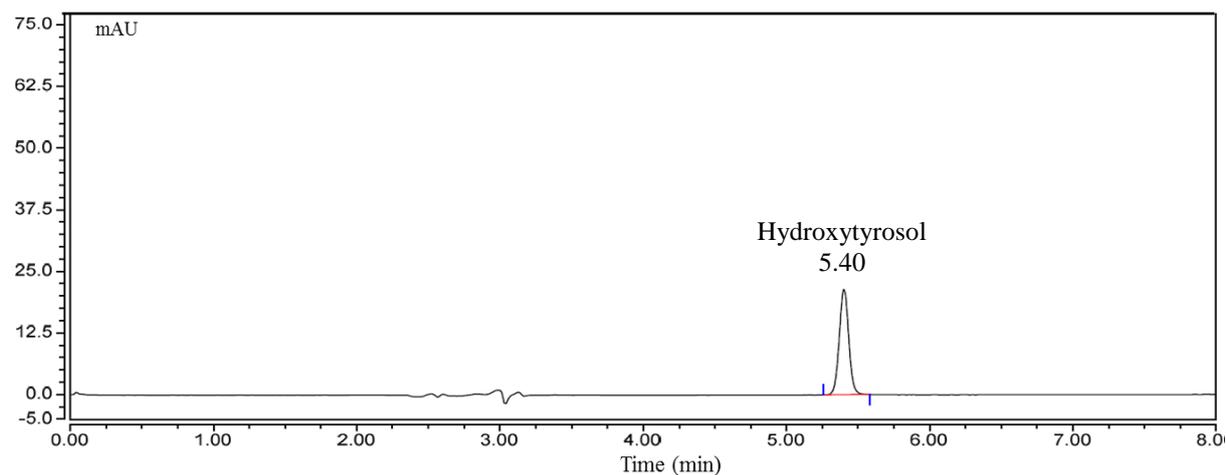
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

1. Miralles, P., Chisvert, A. and Salvador, A. 2015. Determination of hydroxytyrosol and tyrosol by liquid chromatography for the quality control of cosmetic products based on olive extracts. J. Pharm. Biomed. Sci. 102: 157-161.

2. Čepo, D. V., Albahari, P., Končić, M. Z., Radić, K., Jurmanović, S. and Jug, M. 2017. Solvent extraction and chromatographic determination of polyphenols in olive pomace. Food in Health and Disease : Scientific-professional Journal of Nutrition and Dietetics 6: 7-14.

參考層析圖譜：



圖、羥基酪醇標準品之HPLC圖譜