

食品中 Monacolin K 之檢驗方法(草案)

Method of Test for Monacolin K in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於紅麴粉末、膠囊和錠劑之食品中 monacolin K 酸型(acid form, MKA)及內酯型(lactone form, MKL)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：phenomenex luna C18 (2), 5 μ m, 內徑 4.6 mm $\times$ 250 mm。
 - 2.1.2. 超音波水浴槽(Sonicator)：超音波頻率可達 20 kHz 以上及水浴溫度可達 50°C 以上者。
 - 2.1.3. 離心機(Centrifuge)：轉速可達 3000 rpm 以上者。
 - 2.1.4. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.2. 試藥：乙腈及甲醇均採用液相層析級；磷酸(85%)及氫氧化鈉均採用試藥特級；去離子水(比電阻於 25°C 可達 18 M Ω ·cm 以上)；monacolin K 內酯型(lovastatin 或 mevinolin)對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL、25 mL、100 mL、1000 mL，褐色。
 - 2.3.2. 離心管：50 mL，PP 材質。
 - 2.3.3. 樣品瓶：2 mL，褐色。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑 0.45 μ m，Nylon 材質。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 0.1N 氫氧化鈉溶液：
稱取氫氧化鈉 4 g，以去離子水溶解使成 1000 mL。
 - 2.4.2. 0.1%磷酸溶液：
取磷酸 1.2 mL，加去離子水使成 1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：
乙腈與 0.1%磷酸溶液以 65:35 (v/v)之比例混合，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.6. 標準溶液之配製：

取 monacolin K 內酯型對照用標準品約 20 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至 10 mL，作為標準原液，於-20℃避光貯存。

2.6.1. Monacolin K 內酯型標準溶液：

取適量標準原液以甲醇稀釋至 1~200 µg/mL，供作 monacolin K 內酯型標準溶液，臨用時配製。

2.6.2. Monacolin K 酸型標準溶液：

取標準原液 1 mL 與 0.1N 氫氧化鈉溶液 1 mL，旋渦混合均勻後，於 50℃超音波水浴槽中反應 1 小時，冷卻至室溫後，以甲醇定容至 10 mL，續以甲醇稀釋至 1~100 µg/mL，供作 monacolin K 酸型標準溶液，臨用時配製。

2.7. 檢液之調製：

檢體均質混勻後稱取 0.2 g，精確稱定，置於 25 mL 定量瓶中，加入甲醇約 25 mL，旋渦混合均勻後，於室溫超音波水浴中振盪萃取 30 分鐘，冷卻至室溫後，以甲醇定容。以 3000 rpm 離心 10 分鐘，取上層液，以濾膜過濾，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，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 monacolin K 之含量(mg/g)：

$$\text{檢體中 monacolin K 之含量(mg/g)} = \frac{(C_A + C_L) \times V}{M \times 1000}$$

C_A ：由 monacolin K 酸型標準曲線求得檢液中 monacolin K 酸型之濃度(µg/mL)

C_L ：由 monacolin K 內酯型標準曲線求得檢液中 monacolin K 內酯型之濃度(µg/mL)

V ：檢體最後定容體積(mL)

M ：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析儀設定條件：

層析管：phenomenex luna C18 (2)，5 µm，內徑4.6 mm × 250 mm。

光二極體陣列檢出器：波長238 nm。

移動相溶液：依2.5節調製之溶液。

移動相流速：1.5 mL/min。

附註：

1. Monacolin K 於甲醇中不穩定，標準溶液及檢液調製後，應於 24 小時內完成分析。
2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。