

膠囊錠狀食品中甲基硫醯基甲烷之檢驗方法

Method of Test for Methylsulfonylmethane in Foods in Tablet and Capsule Form

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於膠囊錠狀食品中甲基硫醯基甲烷(methylsulfonylmethane, MSM)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以氣相層析儀(gas chromatograph, GC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 氣相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：火焰離子檢出器(flame ionization detector, FID)。
 - 2.1.1.2. 層析管：DB-23，內膜厚度0.25 μm ，內徑0.25 mm \times 30 m，或同級品。
 - 2.1.1.3. 旋渦混合器(Vortex mixer)。
 - 2.1.1.4. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：丙酮採用試藥特級；甲基硫醯基甲烷對照用標準品；二乙二醇一甲基醚(diethylene glycol monomethyl ether, DGME)內部標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 容量瓶：10 mL及50 mL。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.45 μm ，PTFE材質。
 - 2.4. 內部標準溶液之配製：

取二乙二醇一甲基內部標準品約500 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至20 mL，供作內部標準溶液。
 - 2.5. 標準溶液之配製：

取甲基硫醯基甲烷對照用標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至20 mL，作為標準原液。臨用時取適量標準原液與內部標準溶液混合，以丙酮稀釋至10~2500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ (含內部標準品濃度500 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，供作標準溶液。
 - 2.6. 檢液之調製：

將檢體混勻後，取約0.1 g，精確稱定，加入內部標準溶液1 mL及丙酮40 mL，旋渦混合，超音波振盪5分鐘，再以丙酮定容至50 mL，經濾膜過濾，

供作檢液。

2.7. 標準曲線之製作：

精確量取標準溶液各1 μL，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行分析。就甲基硫醯基甲烷與內部標準品之波峰面積比，與對應之甲基硫醯基甲烷濃度，製作標準曲線。

氣相層析測定條件：

檢出器：火焰離子檢出器。

層析管：DB-23毛細管，內膜厚度0.25 μm，內徑0.25 mm × 30 m。

層析管溫度：初溫：150°C，4 min；

升溫速率：10°C/min；

終溫：240°C，30 min。

注入器溫度：300°C。

檢出器溫度：250°C。

注入量：1 μL。

分流比：25：1。

移動相氣體及流速：氮氣，1.0 mL/min。

註：上述測定條件不適時，可依所使用之儀器設定適合之測定條件。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各1 μL，分別注入氣相層析儀中，依2.7.節條件進行分析。就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中甲基硫醯基甲烷之含量(mg/g)：

$$\text{檢體中甲基硫醯基甲烷之含量(mg/g)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-3}$$

C：由標準曲線求得檢液中甲基硫醯基甲烷之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

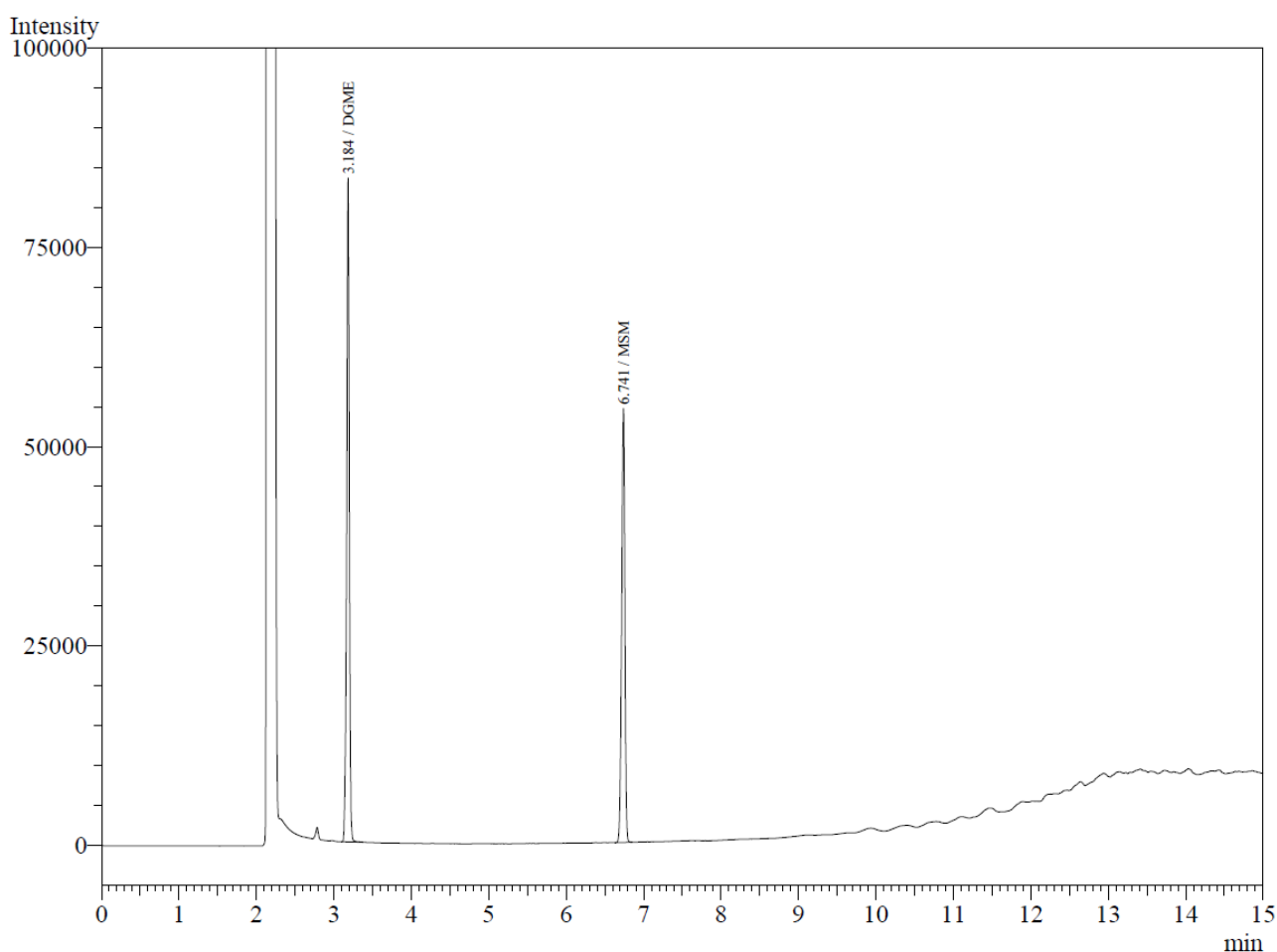
附註：1. 本檢驗方法之定量極限為5 mg/g。

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. Šatínský, D., Pospíšilová, M. and Sladkovský, R. 2014. A new gas chromatography method for quality control of methylsulfonylmethane content in multicomponent dietary supplements. Food Anal. Methods 7: 1118-1122.
2. Park, S. W. and Lee, W. 2015. Development of a validated determination of methylsulfonylmethane in dietary supplement by gas chromatography. Korean Soc. Biotechnol. Bioeng. J. 30: 141-147.

參考層析圖譜



圖、甲基硫醯基甲烷標準品及二乙二醇一甲基醚內部標準品之GC圖譜