

原料「甲基硫醯基甲烷」中二甲基亞砷之檢驗方法

Method of Test for Dimethyl sulfoxide in Raw Material Methylsulfonylmethane

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於原料「甲基硫醯基甲烷(methylsulfonylmethane, MSM)」中二甲基亞砷(dimethyl sulfoxide, DMSO)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  $\mu\text{m}$ ，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)。
      - 2.1.1.5. 離心機(Centrifuge)：可達3000  $\times g$ 以上。
    - 2.2. 試藥：丙酮採用試藥特級；二甲基亞砷對照用標準品；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：20 mL及50 mL。
      - 2.3.2. 離心管：50 mL，PP材質。
      - 2.3.3. 濾膜：孔徑0.45  $\mu\text{m}$ ，PTFE材質。
    - 2.4. 內部標準溶液之配製：

取二乙二醇一甲基醚內部標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至50 mL，供作內部標準溶液。
    - 2.5. 標準溶液之配製：

取二甲基亞砷對照用標準品約100 mg，精確稱定，以丙酮溶解並定容至50 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1~100  $\mu\text{g/mL}$  (含內部標準品濃度10  $\mu\text{g/mL}$ )，供作標準溶液。
    - 2.6. 檢液之調製：

將檢體混勻後，取約0.5 g，精確稱定，加入內部標準溶液100  $\mu\text{L}$ 及丙酮15 mL，旋渦混合，超音波振盪20分鐘，再以丙酮定容至20 mL，以3000  $\times g$ 離心10 min，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  $\mu\text{L}$ ，分別注入氣相層析儀中，依下列條件進行分析。就二甲基亞砷與內部標準品之波峰面積比，與對應之二甲基亞砷濃度，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：100°C，5 min；

升溫速率：8°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：5：1。

移動相氣體及流速：氦氣，1.0 mL/min。

燃燒用氣體及流速：氦氣，40 mL/min。

助燃用氣體及流速：空氣，400 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二甲基亞砷之含量(%)：

$$\text{檢體中二甲基亞砷之含量(\%)} = \frac{C \times V}{M} \times 10^{-4}$$

C：由標準曲線求得檢液中二甲基亞砷之濃度(μg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

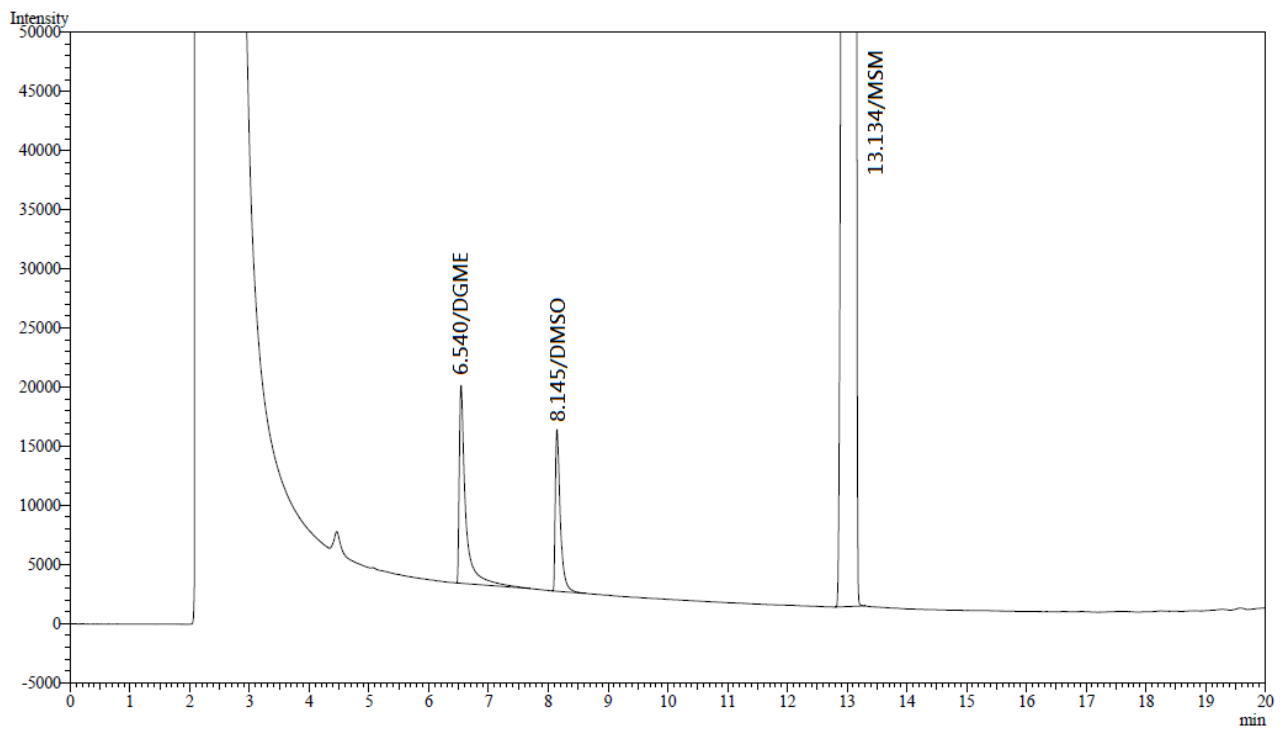
附註：1. 本檢驗方法之定量極限為0.01%。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

## 參考文獻：

Jingzhi, T., Guoru, C. and Zhangfei, H. 2014. Overcoming matrix effects: GC method development for the determination of trimethylamine and dimethyl sulfoxide in a drug substance. J. Chromatogr. Sci. 52: 36-41.

### 參考層析圖譜



圖、原料「甲基硫醯基甲烷」中添加二甲基亞碲標準品及二乙二醇一甲基醚內部標準品之GC圖譜