

食品中甲氧沙林之鑑別方法
Method of Identification for Methoxsalen in Foods

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蜂蜜飲品中甲氧沙林(methoxsalen)之鑑別。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)或液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)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：Poroshell 120 EC-18，2.7 μm ，內徑2.1 mm \times 15 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.2.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.2.2. 層析管：Synergi Polar，2.5 μm ，內徑2.0 mm \times 10 cm，或同級品。
 - 2.1.3. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。
 - 2.2. 試藥：乙腈及甲酸均採用液相層析級；乙醇(95%)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)；甲氧沙林對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 離心管：15 mL，PP材質。
 - 2.3.2. 濾膜：孔徑0.20 μm ，Nylon材質。
 - 2.4. 移動相溶液之調製：
 - 2.4.1. HPLC：
 - 2.4.1.1. 移動相溶液A：去離子水。
 - 2.4.1.2. 移動相溶液B：乙腈。
 - 2.4.2. LC-MS/MS：
 - 2.4.2.1. 移動相溶液A：
取甲酸1 mL，加去離子水使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
 - 2.4.2.2. 移動相溶液B：
取甲酸1 mL，加乙腈使成1000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液B。

2.5. 標準溶液之配製：

取甲氧沙林對照用標準品約10 mg，精確稱定，以乙醇溶解並定容至10 mL，供作標準原液，冷藏貯存。臨用時取適量標準原液，以乙醇稀釋至0.5 µg/mL及0.05 µg/mL，分別供作HPLC及LC-MS/MS之標準溶液。

2.6. 檢液之調製：

將檢體混勻，取約1 g，精確稱定，置於離心管內，加入乙醇5 mL，以超音波振盪30分鐘，靜置，取上清液，經濾膜過濾，取濾液供作檢液。

2.7. 鑑別試驗：

2.7.1. HPLC：

精確量取檢液及標準溶液各2 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。

高效液相層析測定條件^(註1)：

光二極體陣列檢出器：偵測波長250 nm。

層析管：Poroshell 120 EC-18，2.7 µm，內徑2.1 mm × 15 cm。

層析管溫度：30°C。

注入量：2 µL。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
0 → 1	90 → 90	10 → 10
1 → 12	90 → 50	10 → 50
12 → 14	50 → 10	50 → 90
14 → 17	10 → 10	90 → 90
17 → 18	10 → 90	90 → 10
18 → 23	90 → 90	10 → 10

移動相流速：0.4 mL/min。

2.7.2. LC-MS/MS：

精確量取檢液及標準溶液各3 µL，分別注入液相層析串聯質譜儀中，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相對離子強度^(註2)鑑別之。

液相層析串聯質譜分析測定條件^(註1)：

層析管：Synergi Polar，2.5 µm，內徑2.0 mm × 10 cm。

層析管溫度：40°C。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 → 0.5	95 → 95	5 → 5
0.5 → 10.0	95 → 70	5 → 30
10.0 → 15.0	70 → 0	30 → 100
15.0 → 20.0	0 → 0	100 → 100
20.0 → 21.0	0 → 95	100 → 5
21.0 → 25.0	95 → 95	5 → 5

移動相流速：0.4 mL/min。

注入量：3 μ L。

離子噴灑電壓(Ion spray voltage)：4.5 kV。

離子化模式：ESI正離子。

加熱溫度(Temperature)：550°C。

霧化氣體(Nebulizer gas, GS1)：50 psi

輔助加熱氣體(Heated gas, GS2)：60 psi。

氣簾氣體(Curtain gas)：30 psi。

碰撞氣體(Collision gas)：High。

偵測模式：產物離子掃描(product ion scan)， m/z 50~250。其前驅離子及產物離子如下表。

去集簇電壓(declustering potential)：80 V。

碰撞能量(collision energy)：35 eV。

分析物	前驅離子(m/z)	產物離子(m/z)
甲氧沙林	217	202, 174, 161

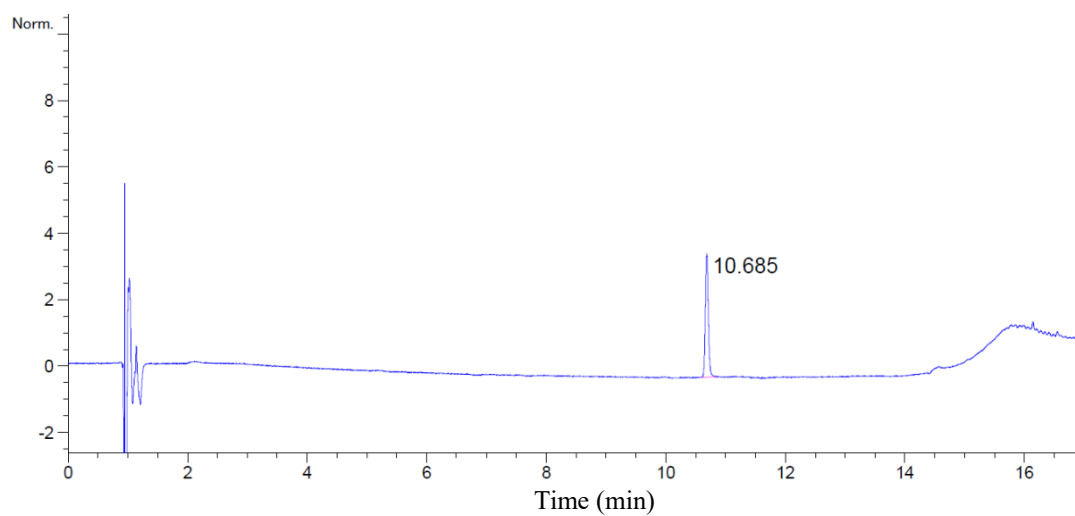
註：1. 上述測定條件分析不適時，可依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2. 相對離子強度由2對產物離子之波峰面積相除而得($\leq 100\%$)，容許範圍如下：

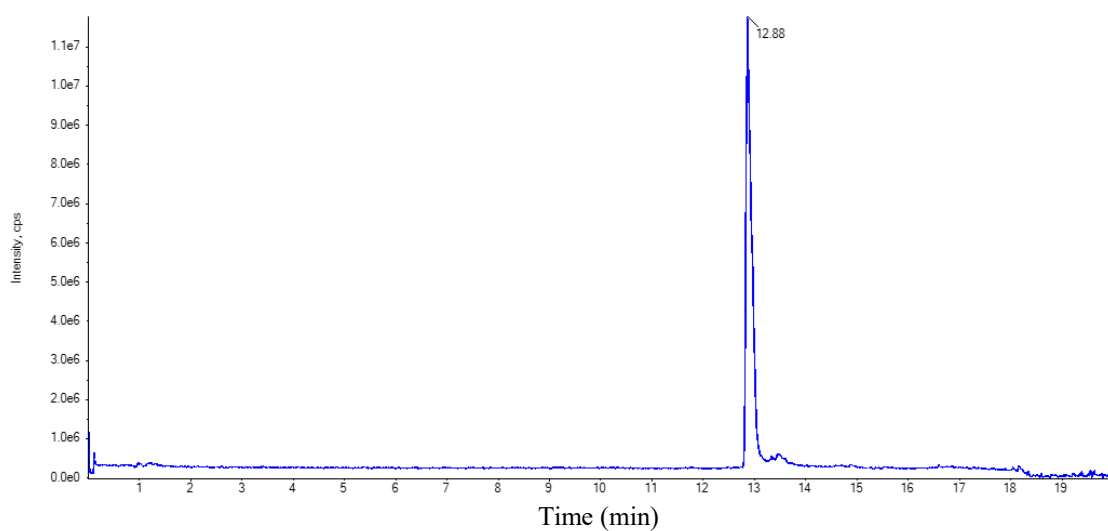
相對離子強度(%)	容許範圍(%)
> 50	± 20
> 20~50	± 25
> 10~20	± 30
≤ 10	± 50

附註：檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考層析圖譜



圖一、甲氧沙林標準品之HPLC圖譜



圖二、甲氧沙林標準品之LC-MS/MS圖譜