

醬油中雙十二烷基硫酸硫胺明之檢驗方法開發

郭景豪 方俊仁 許哲綸 林雅姿 黃守潔 曾素香 王德原

衛生福利部食品藥物管理署研究檢驗組

摘要

本研究建立以超高效液相層析串聯質譜儀(Ultra-high Performance Liquid Chromatograph/tandem Mass Spectrometer, UPLC-MS/MS)檢測醬油中雙十二烷基硫酸硫胺明之檢驗方法。檢體經乙腈萃取後以儀器分析，使用Hypersil GOLD C8之層析管柱(1.9 μm , 2.1 \times 150 mm)，以0.15%甲酸水溶液與含0.15%甲酸之乙腈溶液作為移動相溶液，流速0.45 mL/min進行梯度流洗，並以醬油空白檢體製備之空白檢液，添加標準品製作基質匹配檢量線進行定量。基質匹配檢量線之線性範圍25-500 ng/mL，相關係數(r)為0.9998。以醬油空白基質添加雙十二烷基硫酸硫胺明0.001及0.01 g/kg (以十二烷基硫酸鹽計)進行準確度、精密度與定量極限之評估，結果顯示，平均回收率分別為91.8及94.9%，同日內變異係數為4.8及1.9%，異日間變異係數為5.2及5.1%，本檢驗方法之定量極限為0.001 g/kg。後續並以市售醬油7件驗證所建立之檢驗方法適用性，結果均未檢出且未有基質干擾之情形。相關檢驗方法已公開於衛生福利部食品藥物管理署網站，提供各界參考引用。

關鍵詞：超高效液相層析串聯質譜儀、雙十二烷基硫酸硫胺明、十二烷基硫酸鹽、醬油

前言

雙十二烷基硫酸硫胺明(Thiamine dilaurylsulfate, TLS)係由日本學者於1954年將鹽酸硫胺明(Thiamine hydrochloride)與硫酸月桂酯鈉(Sodium lauryl sulfate)反應合成之白色結晶化合物，該成分除了保有維生素B1(Thiamine)提供營養強化之功能外，又兼具非吸濕性、難溶於水且具表面活性劑之功能⁽¹⁾。另有日本學者研究指出，醬油中添加雙十二烷基硫酸硫胺明具有明顯之防霉作用⁽²⁾。衛生福利部111年8月2日衛授食字第1111301473號令修正「食品添加物使用範圍及限量暨規格

標準」第二條附表一規定⁽³⁾，雙十二烷基硫酸硫胺明可使用於醬油中作為防腐劑，用量以Laurylsulfate計為0.01 g/kg以下。

有關醬油中雙十二烷基硫酸硫胺明之檢驗，早期有文獻探討分別採用Azure A比色法檢測十二烷基硫酸鹽(Lauryl sulfate)及利用液相層析螢光分析法(HPLC-FLD)檢測維生素B1之含量後，再分別反推檢體中雙十二烷基硫酸硫胺明之含量，結果顯示8件檢出雙十二烷基硫酸硫胺明之市售醬油檢體中，前述2種方法測得之數據，除2件檢體數據差異較大外，其餘6件所測得之數據具一致性⁽¹⁾。惟考量現行法規中雙十二烷基硫酸硫胺明用量係以十二烷

基硫酸鹽計，且一分子之之雙十二烷基硫酸磺胺明可解離產生2個十二烷基硫酸鹽，爰本計畫擬評估透過測定醬油中十二烷基硫酸鹽以推算其中雙十二烷基硫酸磺胺明之含量，經檢視Azure A比色法，其需使用氯仿進行樣品前處理，且無法以其他毒性較低之有機溶劑取代⁽⁴⁾，因應國際綠色化學的發展趨勢，實驗設計上應避免使用氯仿，以保護實驗操作人員健康與自然環境，且隨著儀器分析技術的進展，蒐集近年來十二烷基硫酸鹽分析方法之相關文獻，包括有高效液相層析/折射率偵測法(HPLC-RI)⁽⁵⁾、高效液相層析/揮發性光散射偵測法(HPLC-ELSD)⁽⁶⁾及高效液相層析串聯質譜法(HPLC-MS/MS)^(7,8)等相關研究。有鑑於質譜法(Mass Spectrometry)相較於其他常見之光譜儀器，具有較高的專一性及靈敏度，是近年來最廣泛運用之分析儀器，本研究建立以超高效液相層析串聯質譜儀檢測醬油中雙十二烷基硫酸磺胺明之分析方法，可以更有效地定性及定量分析十二烷基硫酸鹽，並進一步公開建議檢驗方法供各界參考使用。

材料與方法

一、檢體來源：

自臺北地區大賣場購入市售醬油檢體7件，其中6件產地為臺灣，1件為日本。

二、試藥：

乙腈採用液相層析級，購自Merck公司(Kenilworth, NJ, USA)；甲酸採用試藥級，購自Sigma-Aldrich公司(St. Louis, MO, USA)；雙十二烷基硫酸磺胺明採用食品添加物級(純度98%以上)，購自盛霖國際貿易股份有限公司(臺北市，中華民國)；十二烷基硫酸鈉對照用標準品，購自Sigma-Aldrich公司；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)。

三、器具及材料：

10 mL及50 mL容量瓶(玻璃材質)；濾膜(0.22 μm, PVDF材質)；層析管(Hypersil GOLD C8, 1.9 μm, 內徑2.1 mm × 15 cm)，購自Thermo Fisher Scientific公司(Rockford, IL, USA)。

四、儀器設備：

(一)液相層析串聯質譜儀(Acquity UPLC及Xevo TQ-XS, Waters, USA)。

(二)超音波振盪器(ELMASONIC P 120 H, Elma Schmidbauer GmbH, Germany)。

五、檢驗方法：

(一)移動相溶液之調製：

1. 移動相溶液A：取甲酸1.5 mL，加去離子水使成1,000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液A。
2. 移動相溶液B：取甲酸1.5 mL，加乙腈使成1,000 mL，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液B。

(二)標準溶液之配製：

取雙十二烷基硫酸磺胺明約76.8 mg (一分子之雙十二烷基硫酸磺胺明可解離產生2分子之十二烷基硫酸鹽，雙十二烷基硫酸磺胺明及十二烷基硫酸鹽之分子量分別為815.17及265.39)，精確稱定，以乙腈溶解並定容至50 mL，其濃度相當於含十二烷基硫酸鹽1 mg/mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時，取適量標準原液以乙腈分別稀釋至含十二烷基硫酸鹽1及20 μg/mL，分別供作基質匹配檢量線用標準溶液及添加回收試驗用標準溶液。

(三)檢液之調製：

取檢體約0.5 g，精確稱定，加入乙腈8 mL，混合均勻，經超音波振盪15分鐘，以乙腈定容至10 mL，經濾膜過濾後，作

為檢液原液。取檢液原液500 μL (a)，以乙腈定容至1,000 μL (b)，供作檢液。

(四)基質匹配檢量線之製作：

取空白檢體，依五、(三)調製空白檢液原液，分別量取500 μL (a)，加入標準溶液25 - 500 μL (b)，以乙腈定容至1,000 μL (b)，供作基質匹配檢量線溶液，依下列條件進行液相層析串聯質譜分析。就十二烷基硫酸鹽之波峰面積，與對應之十二烷基硫酸鹽添加濃度，製作25 - 500 ng/mL之基質匹配檢量線。

液相層析串聯質譜儀分析條件：

層析管：Hypersil GOLD C8，1.9 μm ，內徑2.1 mm \times 15 cm。

層析管溫度：40 $^{\circ}\text{C}$ 。

移動相組成：A為0.15%甲酸溶液。B為含0.15%甲酸之乙腈溶液。

移動相梯度：如表一。

移動相流速：0.45 mL/min。

注入量：2 μL 。

離子源：電灑式游離源(Electrospray Ion Source)。

離子化模式：負離子模式(ESI)。

毛細管電壓(Capillary Voltage)：1.0 kV。

離子源溫度(Ion Source Temperature)：150 $^{\circ}\text{C}$ 。

溶媒揮散溫度(Desolvation Temperature)：500 $^{\circ}\text{C}$ 。

進樣錐氣體流速(Cone Gas Flow)：50 L/hr (Nitrogen)。

表一、超高效液相層析串聯式質譜儀之移動相梯度分析條件

時間(min)	A (%)	B (%)
0.0 \rightarrow 8.0	60 \rightarrow 0	40 \rightarrow 100
8.0 \rightarrow 12.0	0 \rightarrow 0	100 \rightarrow 100
12.0 \rightarrow 12.1	0 \rightarrow 60	100 \rightarrow 40
12.1 \rightarrow 15.0	60 \rightarrow 60	40 \rightarrow 40

溶媒揮散流速(Desolvation Flow)：1,000 L/hr (Nitrogen)。

多重反應偵測(Multiple Reaction Monitoring, MRM)模式：如表二。

(五)鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及基質匹配檢量線溶液各2 μL ，分別注入超高效液相層析串聯質譜儀中，依五、(四)條件進行分析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及多重反應偵測相對離子強度鑑別之，並依下列計算式求出檢體中雙十二烷基硫酸硫酸胺明之含量(g/kg)。

檢體中雙十二烷基硫酸硫酸胺明之含量

$$(\text{g/kg}) = \frac{C \times V \times F}{M} 10^{-6}$$

C：由基質匹配檢量線求得檢液中十二烷基硫酸鹽之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(10 mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：稀釋倍數(2)，由b/a求得

六、檢驗方法確效：

(一)專一性之評估：

分別取溶劑(乙腈)、市售醬油及添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明之醬油檢體0.5 g，依五、(三)及(四)操作，評估本方法於醬油基質中是否存在干擾待測物之現象，以確認具有明確評估待測物之能力。

(二)線性與基質效應之評估：

取適量1 $\mu\text{g/mL}$ 標準溶液以乙腈稀釋至含

表二、超高效液相層析串聯式質譜儀之多重反應偵測模式參數

分析物	離子對	進樣錐電壓(V)	碰撞能量(eV)
	前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z)		
lauryl sulfate	265 > 97 ^a	20	20
	265 > 80	20	40

^a定量離子對

十二烷基硫酸鹽25、50、100、250及500 ng/mL，依五、(四)條件進行分析，就十二烷基硫酸鹽之波峰面積，與對應之十二烷基硫酸鹽濃度，製作25 - 500 ng/mL之標準曲線。

另取醬油空白檢體，依五、(三)調製檢液，供做空白檢液。分別量取500 μ L，加入1 μ g/mL標準溶液25 - 500 μ L，以乙腈定容至1,000 μ L，供作基質匹配檢量線溶液，依五、(四)條件進行分析，就十二烷基硫酸鹽之波峰面積，與對應之十二烷基硫酸鹽濃度，製作25 - 500 ng/mL之基質匹配檢量線。

就前述所得基質匹配檢量線及標準曲線之斜率，依下列計算式求得基質效應。

基質效應(%) =

$$\left[\left(\frac{\text{基質匹配量線之斜率}}{\text{標準曲線之斜率}} \right) - 1 \right] \times 100$$

(三)定量極限之評估：

以市售醬油空白檢體，添加雙十二烷基硫酸胺0.001 g/kg (以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(五)操作，於同日內進行5重複分析，測定檢體中雙十二烷基硫酸胺之含量(以十二烷基硫酸鹽計)並計算平均回收率及變異係數，另計算層析圖譜中分析物波峰之訊號/雜訊比(Signal-to-Noise ratio, S/N ratio)，併以評估本檢驗方法之定量極限。

(四)準確度之評估：

以市售醬油空白檢體，分別添加雙十二烷基硫酸胺0.001及0.01 g/kg (皆以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(四)操作，於同日內進行5重複分析，測定檢體中雙十二烷基硫酸胺之含量(以十二烷基硫酸鹽計)並計算平均回收率，以評估本檢驗方法之準確度。

(五)精密度之評估：

1. 重複性：

以市售醬油空白檢體，分別添加雙十二烷基硫酸胺0.001及0.01 g/kg (皆以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(四)操作，於同日內進行5重複分析，測定檢體中雙十二烷基硫酸胺之含量(以十二烷基硫酸鹽計)並計算同日內之變異係數，以評估本檢驗方法之重複性。

2. 中間精密度：

以市售醬油空白檢體，分別添加雙十二烷基硫酸胺0.001及0.01 g/kg (皆以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(四)操作，於不同分析日分別進行5重複試驗，測定檢體中雙十二烷基硫酸胺之含量(以十二烷基硫酸鹽計)並計算異日間之變異係數，以評估本檢驗方法之中間精密度。

七、雙十二烷基硫酸胺解離情形之評估：

一分子之雙十二烷基硫酸胺於溶解後，應解離為1個鹽酸胺及2個十二烷基硫酸鹽。本研究評估以雙十二烷基硫酸胺及十二烷基硫酸鈉分別配製相當於含十二烷基硫酸鹽25、50、100、250及500 ng/mL濃度之標準溶液，依五、(四)條件進行分析，以不同濃度下之波峰面積，評估本研究分析之雙十二烷基硫酸胺能否完全解離為十二烷基硫酸鹽。

八、市售產品適用性之評估：

自行價購市售檢體，並依五、(三)至(四)操作，測定檢體中雙十二烷基硫酸胺之含量，以評估檢驗方法之適用性。

結果與討論

一、分析條件之建立

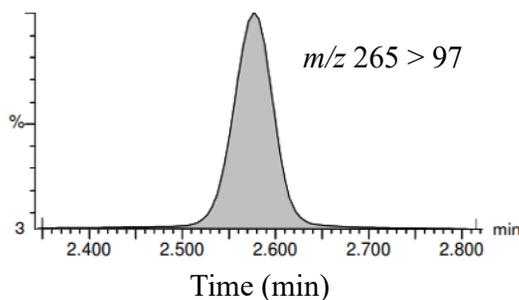
本研究於層析管柱之評估，參考Pawlak等人之研究⁽⁸⁾採用0.15%甲酸溶液及含0.15%甲酸

之乙腈溶液作為移動相，並以C4層析管柱進行多種界面活性劑之質譜分析探討，其目標物包括十二烷基硫酸鹽之檢測，惟十二烷基硫酸鹽於該文獻中之滯留時間較早，考量疏水性烷基鏈較長之C8層析管柱具有較佳之分離度，因此本研究採用C8層析管柱進行十二烷基硫酸鹽之分析。

質譜儀分析條件之評估係參考相關文獻^(7, 8)並進行修改，離子源使用電噴灑離子化之負離子模式，質量分析器收集模式採用多重反應監測(MRM)模式，經標準溶液測試後挑選出2對離子對，前驅離子之質荷比(m/z)皆為265，產物離子之 m/z 則分別為97及80，質譜分析條件如表二所示，依五、(四)之層析及離子源條件進行分析，所得MRM層析圖如圖一所示，爰選擇以訊號強度較高之265>97作為定量離子對，265>80則作為定性離子對，後續之MRM監測即以該2對離子對進行。

本研究進行雙十二烷基硫酸硫酸胺明解離為十二烷基硫酸鹽之評估，分別取雙十二烷基硫酸硫酸胺明及十二烷基硫酸鈉配製相當於含十二烷基硫酸鹽25、50、100、250及500 ng/mL濃度之標準溶液進行分析，結果顯示在標準曲線之線性範圍內，雙十二烷基硫酸硫酸胺明解離為十二烷基硫酸鹽之百分比可達85%以上(表三)。

二、專一性之評估



表三、雙十二烷基硫酸硫酸胺明解離為十二烷基硫酸鹽之評估

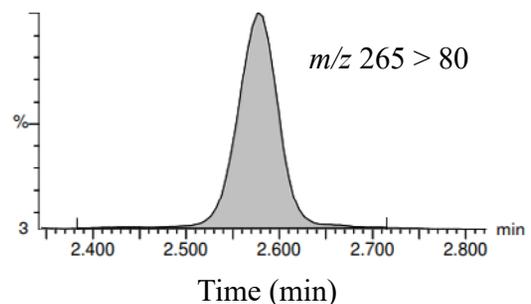
配製濃度 (ng/mL) (以十二烷基硫酸鹽計)	以雙十二烷基硫酸硫酸胺明配製之波峰面積	以十二烷基硫酸鈉配製之波峰面積	解離情形 ^a (%)
25	26,235	25,171	104.2
50	48,615	44,057	110.3
100	103,646	104,225	99.4
250	268,752	288,891	93.0
500	557,571	655,517	85.1

^a 以雙十二烷基硫酸硫酸胺明配製之波峰面積/以十二烷基硫酸鈉配製之波峰面積

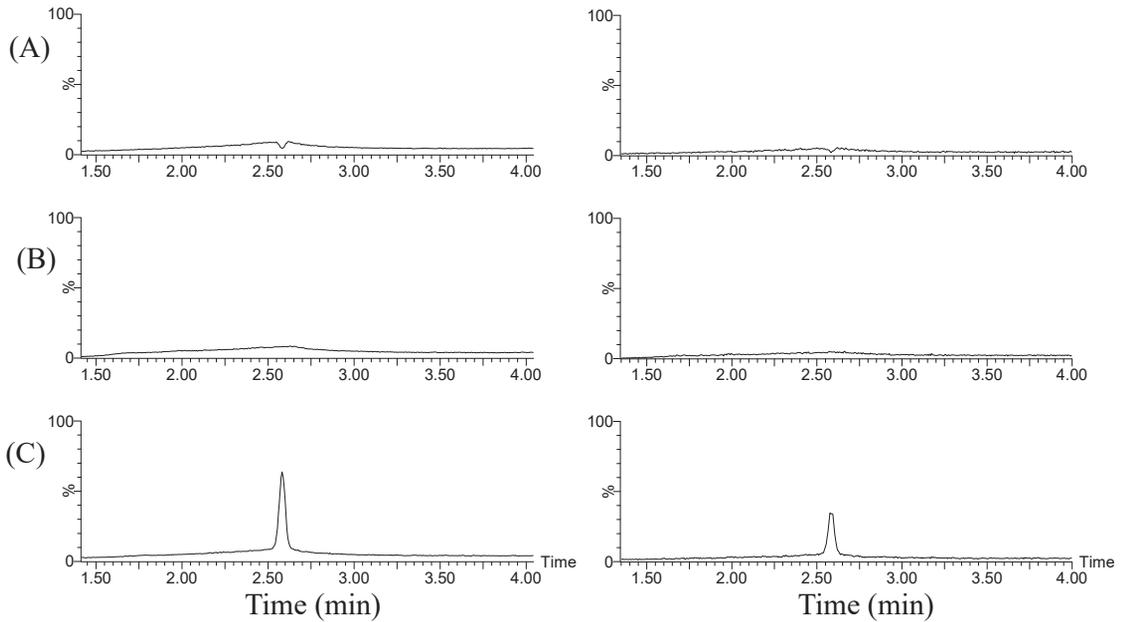
評估本方法於醬油基質中是否具有明確評估待測物之能力。分別取溶劑(乙腈)、市售醬油及添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明之醬油檢體0.5 g，依五、(三)調製檢液後依五、(四)條件進行分析，就所得之定量及定性離子對MRM圖譜(圖二)進行對照，於溶劑及醬油檢體中均無明顯之訊號，而添加標準品之空白醬油顯示無干擾待測物之現象，顯示本方法之專一性良好。

三、線性及基質效應之評估

以液相層析質譜儀進行定量分析時，與分析物共同沖提出之基質干擾物(Co-eluting Matrix Compound)會影響分析物於質譜儀之離子化情形，可能造成抑制或增強訊號，稱為基質效應(Matrix Effect)。為評估基質效應，參考

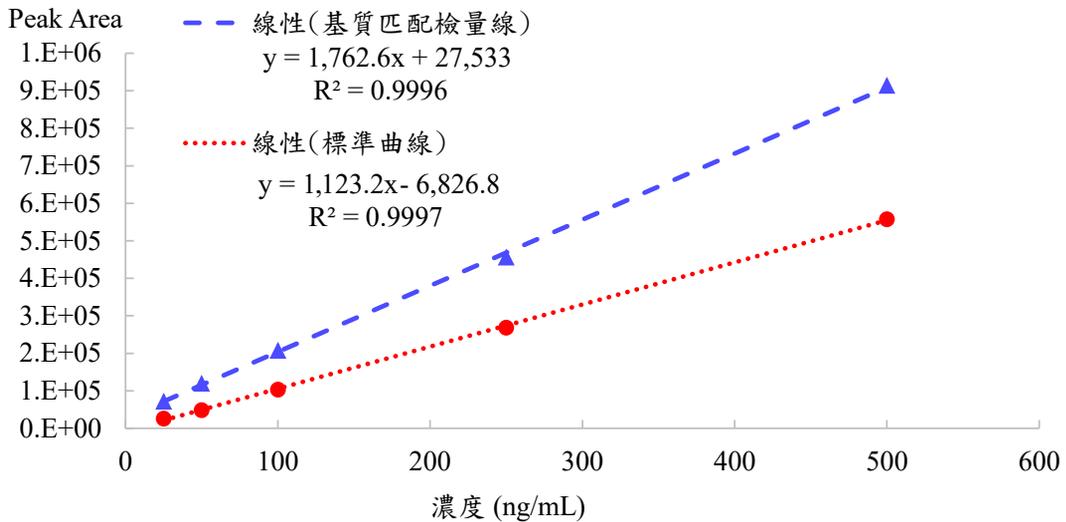


圖一、以LC/MS/MS分析雙十二烷基硫酸硫酸胺明之MRM圖譜



圖二、專一性之評估結果

(A)市售空白醬油、(B)乙腈溶劑及(C)市售空白醬油添加雙十二烷基硫酸銨0.001 g/kg (以十二烷基硫酸銨計)所得檢液之MRM層析圖譜，其中 m/z 265>97為定量離子對(左)， m/z 265>80為定性離子對(右)



圖三、線性與基質效應之評估結果

蔡等人於2011年之研究⁽⁹⁾，依六、(二)製作標準曲線及基質匹配檢量線(25 - 500 ng/mL)，所得線性回歸方程式分別為 $y=1,123.2x-6,826.8$ 及

$y=1,762.6x+27,533$ (y 為波峰面積， x 為濃度)，其判定係數(R^2)分別為0.9997、0.9996，相關係數(r)均為0.9998 (圖三)，顯示於此濃度範

表四、定量極限、準確度及精密度之評估結果

基質	添加濃度 (g/kg)	回收率(變異係數) ^b (%)	
		同日內 ^c	異日間 ^d
醬油	0.001 ^a	91.8 (4.8)	90.0 (5.2)
	0.01	94.9 (1.9)	99.2 (5.1)

^a 本檢驗方法之定量極限

^b 數值以平均回收率表示，括號內為變異係數

^c 於同日內進行5重複試驗(n=5)

^d 於兩不同分析日，分別進行5重複試驗(n=10)

圍內之線性良好，又計算所得之基質效應為56.9%，高於20%，顯示具有基質效應^(10, 11)，爰本檢驗方法後續即以基質匹配檢量線進行定量。

四、定量極限之評估

以市售醬油空白檢體，添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明0.001 g/kg (以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(五)操作，於同日內進行5重複分析，測定檢體中十二烷基硫酸鹽之含量並計算所得之平均回收率及變異係數分別為91.8及4.8% (表四)，結果顯示其回收率及重複性皆符合衛生福利部食品藥物管理署(下稱食藥署)食品化學檢驗方法之確效規範，且於定量極限之MRM層析圖譜中定性與定量波峰之訊號/雜訊比皆大於10 (圖四)，爰本檢驗方法之定量極限

定為0.001 g/kg。

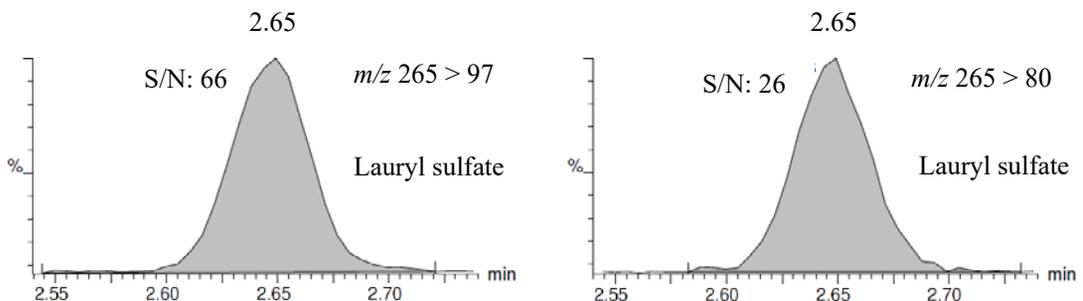
五、準確度及精密度之評估

以市售醬油空白檢體，分別添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明0.001及0.01 g/kg (皆以十二烷基硫酸鹽計)，依五、(三)至(五)操作，於不同分析日內分別進行5重複分析，測定檢體中十二烷基硫酸鹽之含量並計算所得之平均回收率及變異係數(表四)。

當添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明0.001及0.01 g/kg (皆以十二烷基硫酸鹽計) 時，於同日內之平均回收率分別為91.8及94.9%；同日內之變異係數分別為4.8及1.9%；於兩不同分析日間之變異係數則分別為5.2及5.1%，皆符合食藥署食品化學檢驗方法之確效規範，顯示本檢驗方法具有良好之準確度及精密度(重複性及中間精密度)。

六、市售產品適用性之評估

為了解本檢驗方法應用於檢驗市售醬油之可行性，自行價購市售醬油檢體7件，並依本研究建立之檢驗方法進行檢體中雙十二烷基硫酸硫酸胺明含量之測定，結果顯示，7件檢體均未檢出雙十二烷基硫酸硫酸胺明。



圖四、空白醬油添加雙十二烷基硫酸硫酸胺明0.001 g/kg (以十二烷基硫酸鹽計) 所得檢液之MRM圖譜及其訊號/雜訊比

結 論

現行食品添加物使用範圍及限量暨規格標準中，十二烷基硫酸硫酸胺明可使用於醬油作為防腐劑，但尚無相關公開檢驗方法供食品業者、民間檢驗業者及地方衛生局等執行相關檢驗時有所依循。且現行法規中雙十二烷基硫酸硫酸胺明用量以十二烷基硫酸鹽計，因此醬油中雙十二烷基硫酸硫酸胺明之檢驗，可透過檢測醬油中十二烷基硫酸鹽之含量以符合法規需求。本檢驗方法之線性、準確度及精密度皆符合食藥署食品化學檢驗方法之確效規範，定量極限為0.001 g/kg，亦可應用於檢驗市售醬油中雙十二烷基硫酸硫酸胺明之含量，相關檢驗方法已公開於本署網站⁽²⁾，可供各地方衛生局或民間實驗室參考使用，以健全食品安全之管理機制，檢驗方法公開後將持續關注外界是否需提供檢驗技術協助，以提升檢驗效能。

參考文獻

- 蘇淑珠、游俊國、李樹其、劉兆宏等。1993。醬油中雙十二烷基硫酸胺明檢驗方法之探討。藥物食品分析，1: 215-225。
- 中島隆、宇佐見博、奧原章。1978。しょう油中に添加されたチアミンアルキル硫酸塩の定量。日本しょう油研究所雜誌。4(4): 137-141。
- 衛生福利部。2022。食品添加物使用範圍及限量暨規格標準。111年8月2日衛授食字第1111301473號令修正。
[<http://www.fda.gov.tw/TC/newsContent.aspx?cid=5072&id=25312>]。
- 呂淑芳、張惠淑、葉伶宜。2021。110年度「擴增食品添加物及摻偽檢驗方法之評估量能」。衛生福利部食品藥物管理署110年委辦計畫研究成果報告。
- Park, J.M., Kim, H.J., Lee, J.H. and Kim, J.M. 2016. Determination of anionic surfactants in dishwashing detergents by high-performance liquid chromatography. Food Eng. Prog. 20(3):211-217.
- Park, H.S. and Rhee, C.K. 2004. Simultaneous determination of nonionic and anionic industrial surfactants by liquid chromatography combined with evaporative light-scattering detection. J. Chromatogr. A 1046:289-291.
- Kachuk, C., Stephen, K. and Doucette, A. 2015. Comparison of sodium dodecyl sulfate depletion techniques for proteome analysis by mass spectrometry. J. Chromatogr. A 1418:158-166.
- Pawlak, K. and Wojciechowski, K. 2021. Precursor ion approach for simultaneous determination of nonethoxylated and ethoxylated alkylsulfate surfactants. J. Chromatogr. A 1653: 462421.
- 蔡佳芬、郭景豪、黃立宇、曾素香、蘇淑珠。2011。高效液相層析串聯質譜法分析食品中之防腐劑。食品藥物研究年報，2: 97-106。
- Ham, H.J., Sardar, S.W., Ishag, A.E.S.A., Choi, J.Y. and *et al.* 2022. Optimization of an analytical method for indoxacarb residues in fourteen medicinal herbs using GC- μ ECD, GC-MS/MS and LC-MS/MS. Separations 9(9): 232-243.
- Łozowicka, B., Rutkowska, E. and Jankowska, M. 2017. Influence of QuEChERS modifications on recovery and matrix effect during the multi-residue pesticide analysis in soil by GC/MS/MS and GC/ECD/NPD. Environ. Sci. Pollut. Res. 24(8): 7124-7138.
- 衛生福利部食品藥物管理署。2022。醬油中雙十二烷基硫酸硫酸胺明之檢驗方法 (TFDAA0096.00)。
[<http://consumer.fda.gov.tw/Food/TestingDetail.aspx?nodeID=1037&id=8459>]。

Development of a Quantification Method for Thiamine Dilaurylsulfate in Soy Sauce

CHING-HAO KUO, CHUN-JEN FANG, CHE-LUN HSU, YA-TZE LIN,
SHOU-CHIEH HUANG, SU-HSIANG TSENG AND DER-YUAN WANG

Division of Research and Analysis, TFDA, MOHW

ABSTRACT

An analytical method for determining thiamine dilaurylsulfate in soy sauce by an ultra-high performance liquid chromatograph/tandem mass spectrometer (UPLC-MS/MS) was developed. Samples were extracted with acetonitrile and fractionated on a Hypersil GOLD C8 column (1.9 μm , 2.1 \times 150 mm) with gradient elution of acetonitrile containing 0.15% formic acid and deionized water containing 0.15% formic acid at a flow rate of 0.45 mL/min. Quantification was performed using the matrix-matched calibration, which was found linear in the concentration range of 25 to 500 ng/mL, and the correlation coefficient was 0.9998. The accuracy, precision and limit of quantification were evaluated by spiking thiamine dilauryl sulfate into the blank matrix at 0.001 and 0.01 g/kg, which was estimated as lauryl sulfate. For the soy sauce sample, the average recoveries of lauryl sulfate were 91.8 and 94.9%, the intra-day coefficients of variation were 4.8 and 1.9%, and the inter-day coefficients of variation were 5.2% and 5.1%, respectively. The limit of quantification was 0.001 g/kg. This analytical method was further applied to 7 commercial soy sauce samples. The results showed that no dilauryl sulfate was detected and no matrix interference was found in all samples. This method has been published as “Method of Test for Thiamine Dilaurylsulfate in Soy Sauce (TFDAA0096.00)” on the TFDA official website.

Key words: UPLC-MS/MS, thiamine dilaurylsulfate, lauryl sulfate, soy sauce