

# 食用油脂及膠囊錠狀食品中迷迭香萃取物檢驗方法之開發

曾惠君 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

迷迭香萃取物為我國准用之食品添加物，可使用於食品中作為抗氧化劑，使用限量以鼠尾草酸及鼠尾草酚總量計，限於食品製造或加工必須時使用。本研究係以液相層析串聯式質譜法(Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry, LC-MS/MS)建立食品中鼠尾草酸與鼠尾草酚之檢驗方法。考量常添加迷迭香萃取物之產品，選取食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品為試驗基質，以乙腈振盪萃取，經離心後取乙腈層，再經過濾後以LC-MS/MS分析。本方法之確效試驗係於前述3種基質中，添加對羥苯甲酸丁酯之內部標準溶液2 mg/kg，再加入鼠尾草酚與鼠尾草酸各1及5 mg/kg，進行5重複試驗，鼠尾草酚平均回收率介於98.1 - 115.9%之間，變異係數介於1.2 - 9.3%之間；鼠尾草酸平均回收率介於89.4 - 116.8%之間，變異係數介於2.5 - 12.0%之間，本方法之定量極限於鼠尾草酸及鼠尾草酚均為1 mg/kg。另以市售食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品等15件檢體驗證所建立之檢驗方法適用性，結果均未有基質干擾之情形，且檢出結果均符合相關規定。

**關鍵詞：**抗氧化劑、迷迭香萃取物、食用油脂、錠狀食品、軟膠囊食品

## 前言

抗氧化劑種類繁多，大致可分為天然抗氧化劑及化學合成抗氧化劑，依「食品添加物使用範圍及限量暨規格標準」<sup>(1)</sup>之規定，我國准用為食品添加物之抗氧化劑有27種，其中迷迭香萃取物為110年增列之品項，屬天然抗氧化劑，用量以鼠尾草酸及鼠尾草酚總量計。

迷迭香萃取物可用於堅果醬、加工堅果、烘焙製品、調味料及調味醬，用量為200 mg/kg以下(以油脂含量計)；口香糖及泡泡糖、加工蛋製品、仿魚卵製品、脫水馬鈴薯，用量為200 mg/kg以下；油脂含量10%以上之水產

製品、油脂含量10%以上肉製品(排除乾製香腸)、脫水肉品，用量為150 mg/kg以下(以油脂含量計)；乾製香腸、人造奶油及油脂抹醬，用量為100 mg/kg以下(以油脂含量計)；食用油脂(排除初榨油、橄欖油及橄欖粕油)、植物性烤盤油，以及以馬鈴薯、穀類及澱粉製之零食，用量為50 mg/kg以下(以油脂含量計)；湯品，用量為50 mg/kg以下；供冰淇淋產製之乳粉，用量為30 mg/kg以下(以油脂含量計)；3歲以上族群之膠囊、錠狀、粉狀及液態膳食補充品，用量為400 mg/kg以下；油脂含量10%以下之水產製品、油脂含量10%以下肉製品(排除乾製香腸)，用量為15 mg/kg以下(以油脂含量

計)；麵食類製品之餡料，用量為250 mg/kg以下(以油脂含量計)。

本研究係以液相層析串聯式質譜法建立食品中鼠尾草酚與鼠尾草酸之檢驗方法，考量常添加迷迭香萃取物之產品，選取食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品為基質，執行檢驗方法確效，再應用所開發之檢驗方法，以市售產品評估檢驗方法之可行性，以達到快速、簡便、準確、實用、提升檢驗效能之目的。

## 材料與方法

### 一、材料與方法

#### (一)檢體來源

自PChome線上購物平台，購入食用油脂5件、錠狀食品5件及軟膠囊食品5件，共計15件檢體。

#### (二)試藥及對照用標準品

乙腈及正己烷採用液相層析級，均購自Merck公司(Kenilworth, NJ, USA)；甲酸及L-抗壞血酸採用分析級，均購自Sigma-Aldrich公司(Saint Louis, USA)。

內部標準品：對羥苯甲酸丁酯(Butyl p-hydroxybenzoate) 購自USP公司(Maryland, USA)。

對照用標準品：鼠尾草酚(Carnosol)及鼠尾草酸(Carnosic acid)均購自Sigma-Aldrich公司(Saint Louis, USA)。

#### (三)器具及材料

15 mL離心管(PP材質)、5、10及20 mL容量瓶(玻璃材質)均購自Merck公司(Darmstadt, Germany)；濾膜(孔徑0.22  $\mu\text{m}$ ，PTFE材質)購自Agilent公司(Santa Clara, CA, USA)；層析管(Accucore aQ C18, 2.6  $\mu\text{m}$ , 2.1 mm  $\times$  15 cm)購自Thermo Fisher公司(Rockford, IL, USA)。

#### (四)儀器及裝置

1. 超高效液相層析串聯質譜儀：Xevo

TQ-XS，Waters公司(Milford, MA, USA)。

2. 離心機：Allegra 25R Centrifuge，Beckman Coulter公司(Brea, CA, USA)。

3. 高速組織研磨振盪均質機：2010 Geno Grinder，SPEX SamplePrep公司(Metuchen, NJ, USA)。

## 二、檢驗方法

### (一)試劑之調製

1. 含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液：取L-抗壞血酸5 g，以去離子水250 mL溶解，再加乙腈使成500 mL。

2. 正己烷飽和之乙腈溶液：取400 mL乙腈加入約80 mL正己烷，以分液漏斗萃取，取下層液使用。

### (二)移動相溶液之調製

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

2. 移動相溶液B：乙腈。

### (三)內部標準溶液之配製

取對羥苯甲酸丁酯約20 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至10 mL，為2,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，作為內部標準原液，於-18 $^{\circ}\text{C}$ 避光貯存。臨用時，取適量內部標準原液，以含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液稀釋至40  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作內部標準溶液。

### (四)標準溶液之配製

分別取鼠尾草酚與鼠尾草酸對照用標準品約10 mg，精確稱定，以乙腈溶解並定容至5 mL，為2,000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，作為標準原液，於-18 $^{\circ}\text{C}$ 避光貯存。臨用時，取適量各標準原液及內部標準溶液混合，以含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液稀釋至5-100  $\text{ng}/\text{mL}$ (含內部標準品濃度10  $\text{ng}/\text{mL}$ )，供作標準溶液。

另取適量各標準原液，以含1%抗壞血酸

之50%乙腈溶液稀釋至20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，供作添加回收試驗用標準溶液。

#### (五)檢液之調製

##### 1. 食用油脂(大豆沙拉油)：

將液態檢體混勻後，取約1 g，精確稱定，置於離心管中，加入內部標準溶液50  $\mu\text{L}$ 及正己烷3 mL溶解，再加入正己烷飽和之乙腈溶液3 mL，混合均勻，以1,000 rpm振盪1分鐘後，以3,000  $\times$  g離心3分鐘，收集乙腈層(下層)，上層再加入正己烷飽和之乙腈溶液3 mL，重複上述步驟萃取2次，合併乙腈層，以乙腈定容至20 mL，作為檢液原液。取檢液原液1 mL(a)，以含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液定容至10 mL(b)，經濾膜過濾，供作檢液。

##### 2. 錠狀食品(鈣片)：

將檢體磨碎混勻後，取約1 g，精確稱定，置於離心管中，加入內部標準溶液50  $\mu\text{L}$ 及乙腈3 mL，混合均勻，以1,000 rpm振盪1分鐘後，以5,000  $\times$  g離心5分鐘，收集上清液，殘渣再加入乙腈3 mL，重複上述步驟萃取2次，合併上清液，以乙腈定容至20 mL，作為檢液原液。取檢液原液1 mL(a)，以含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液定容至10 mL(b)，經濾膜過濾，供作檢液。

##### 3. 軟膠囊食品(魚油軟膠囊)：

將檢體之內容物取出磨碎混勻後，取約1 g，精確稱定，置於離心管中，加入內部標準溶液50  $\mu\text{L}$ 及正己烷3 mL溶解，再加入正己烷飽和之乙腈溶液3 mL，混合均勻，以1,000 rpm振盪1分鐘後，以3,000  $\times$  g離心3分鐘，收集乙腈層(下層)，上層再加入正己烷飽和之乙腈溶液3 mL，重複上述步驟萃取2次，合併乙腈層，以乙腈定容至20 mL，作為檢液原液。取檢液原液1 mL(a)以含

1%抗壞血酸之50%乙腈溶液定容至10 mL(b)，經濾膜過濾，供作檢液。

#### (六)標準曲線之製作

精確量取標準溶液各2  $\mu\text{L}$ ，分別注入液相層析串聯質譜分析儀中，依下列條件進行分析，就鼠尾草酚、鼠尾草酸及內部標準品之波峰面積比與對應之濃度，製作標準曲線。

液相層析串聯質譜儀測定條件：

層析管：Accucore aQ C18，2.6  $\mu\text{m}$ ，內徑

2.1 mm  $\times$  15 cm。

層析管溫度：40 $^{\circ}\text{C}$ 。

注入量：2  $\mu\text{L}$ 。

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 $\rightarrow$ 12.0	50 $\rightarrow$ 40	50 $\rightarrow$ 60
12.0 $\rightarrow$ 13.0	40 $\rightarrow$ 0	60 $\rightarrow$ 100
13.0 $\rightarrow$ 16.0	0 $\rightarrow$ 0	100 $\rightarrow$ 100
16.0 $\rightarrow$ 16.1	0 $\rightarrow$ 50	100 $\rightarrow$ 50
16.1 $\rightarrow$ 20.0	50 $\rightarrow$ 50	50 $\rightarrow$ 50
0.0 $\rightarrow$ 12.0	50 $\rightarrow$ 40	50 $\rightarrow$ 60

移動相流速：0.25 mL/min。

注入量：2  $\mu\text{L}$ 。

毛細管電壓：1.6 kV。

離子化模式：ESI負離子。

離子源溫度：150 $^{\circ}\text{C}$ 。

溶媒揮散溫度：450 $^{\circ}\text{C}$ 。

進樣錐氣體流速150 L/hr。

溶媒揮散流速：950 L/hr。

偵測模式：多重反應偵測(Multiple Reaction Monitoring, MRM)。偵測離子對、進樣錐電壓與碰撞能量如表一所示。

#### (七)鑑別試驗及含量測定

精確量取檢液及標準溶液各2  $\mu\text{L}$ ，分別注入液相層析串聯質譜儀中，依二、(六)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之相對離子強度鑑別之，並依下列計算式求出檢體中迷迭香萃取物之含量(mg/kg)<sup>(註)</sup>：

檢體中迷迭香萃取物之含量(mg/kg) =

$$\frac{\Sigma C \times V \times F}{M \times 10^3}$$

C：由標準曲線求得檢液中鼠尾草酚及鼠尾草酸之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

F：稀釋倍數，由b/a求得

註：檢體中迷迭香萃取物之含量以鼠尾草酚及鼠尾草酸之總量計。

### 三、檢驗方法確效

#### (一)專一性之評估

分別取溶劑(含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液)、市售油脂、錠狀食品及軟膠囊食品檢體，依二、(五)調製檢液，並依二、(七)條件進行分析；另分別取前揭3種檢體約1 g，添加20 µg/mL標準溶液50 µL及內部標準溶液50 µL，同依二、(五)及(七)進行分析。

#### (二)線性與基質效應之評估

配製5、10、20、40、60、80、100 ng/mL共7個濃度之標準溶液(含內部標準品濃度10 ng/mL)，依二、(六)條件進行分析，就鼠尾草酚、鼠尾草酸及內部標準品之波峰面積比值與對應之濃度，製作5-100 ng/mL之標準曲線。

另分別取3種食品空白檢體1 g，依二、(五)調製空白檢液原液，分別量取空白檢液原液1 mL，加入標準溶液50-1,000 µL，以含1%抗壞血酸之50%乙腈溶液定容至10 mL，混合均勻，經濾膜過濾，供作基質匹配檢量線溶液，並依二、(六)條件進行分析，就鼠尾草酚、鼠尾草酸與內部標準

品之波峰面積比值與對應之濃度，製作5-100 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

分別取空白檢體約1 g，添加20 µg/mL標準溶液及內部標準溶液各50 µL，依二、(五)至(七)操作，進行5重複試驗，測定檢體中鼠尾草酚及鼠尾草酸之含量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。

#### (四)準確度及重複性之評估

以空白檢體，分別添加不同濃度待測物標準品，添加量包括定量極限與定量極限5倍共2種濃度，分別取食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品空白檢體約1 g，分別添加20 µg/mL標準溶液50、250 µL及內部標準溶液50 µL，依二、(五)至(七)操作，進行5重複試驗，測定檢體中鼠尾草酚及鼠尾草酸之含量並計算變異係數。

### 四、市售產品適用性之評估

為了解本檢驗方法應用於檢驗食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品之可行性，自行價購市售檢體15件，並依本研究所建立之檢驗方法進行檢體中鼠尾草酚與鼠尾草酸之含量測定。

## 結 果

### 一、分析條件之建立

本研究利用液相層析串聯式質譜儀建立油脂、錠狀食品及軟膠囊食品等基質中迷迭香萃取物之分析方法，質譜儀分析條件係參考Wang等人2017年相關文獻<sup>(2)</sup>建立鼠尾草酚及鼠尾草酸之質譜參數如表一所示。

表一、液相層析串聯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)		
鼠尾草酚	329 > 285 <sup>a</sup>	-25	-15
	329 > 201	-25	-45
鼠尾草酸	331 > 287 <sup>a</sup>	-10	-25
	331 > 244	-10	-25
對羥苯甲酸丁酯	193 > 92	-18	-22

<sup>a</sup> 定量離子對

## 二、專一性之評估

依二、(b)條件進行分析，就所得之定量及定性離子對MRM圖譜(圖一及圖二)進行對照，於溶劑及空白基質樣品中均無明顯之訊號，而添加標準品之空白基質樣品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

### (一)線性評估

依二、(c)條件進行分析，以鼠尾草酚、鼠尾草酸標準品濃度為x軸，鼠尾草酚、鼠尾草酸標準品與內部標準品之波峰面積比值為y軸進行線性回歸分析，鼠尾草酚所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=20.5589x+0.289224$ ，其 $R^2$ 為0.9980，鼠尾草酸為 $y=13.8066x+11.5581$ ，其 $R^2$ 為0.9978，顯示於5~100 ng/mL濃度範圍內之線性良好(圖三)。

### (二)基質效應評估

#### 1. 食用油脂之基質效應評估結果

鼠尾草酚所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=20.7421x-6.71949$ ，鼠尾草酸所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=11.1006x-10.9455$ ；鼠尾草酚所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為 $y=20.1888x-10.8568$ ，鼠尾草酸所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為

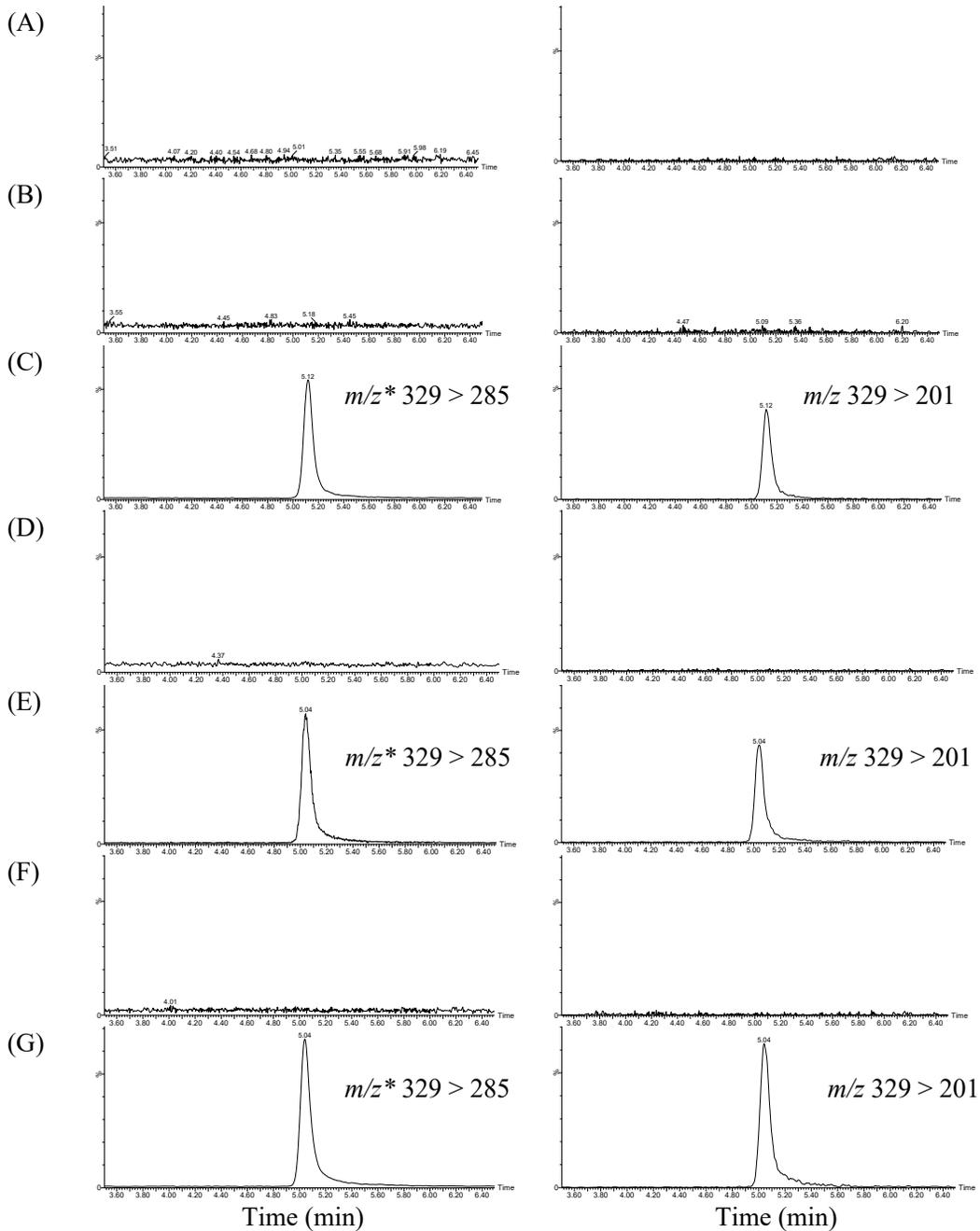
$y=11.7986x-17.8215$ ，計算所得之基質效應鼠尾草酚及鼠尾草酸分別為2.7%及6.3%，皆低於20%，顯示不具顯著基質效應<sup>(3,4)</sup>。

#### 2. 錠狀食品之基質效應評估結果

鼠尾草酚所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=20.4602x-3.69447$ ，鼠尾草酸所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=10.1372x-2.77002$ ；鼠尾草酚所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為 $y=19.9635x-13.1424$ ，鼠尾草酸所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為 $y=10.7754x-13.0035$ ，計算所得之基質效應鼠尾草酚及鼠尾草酸分別為2.4%及6.3%，皆低於20%，顯示不具顯著基質效應。

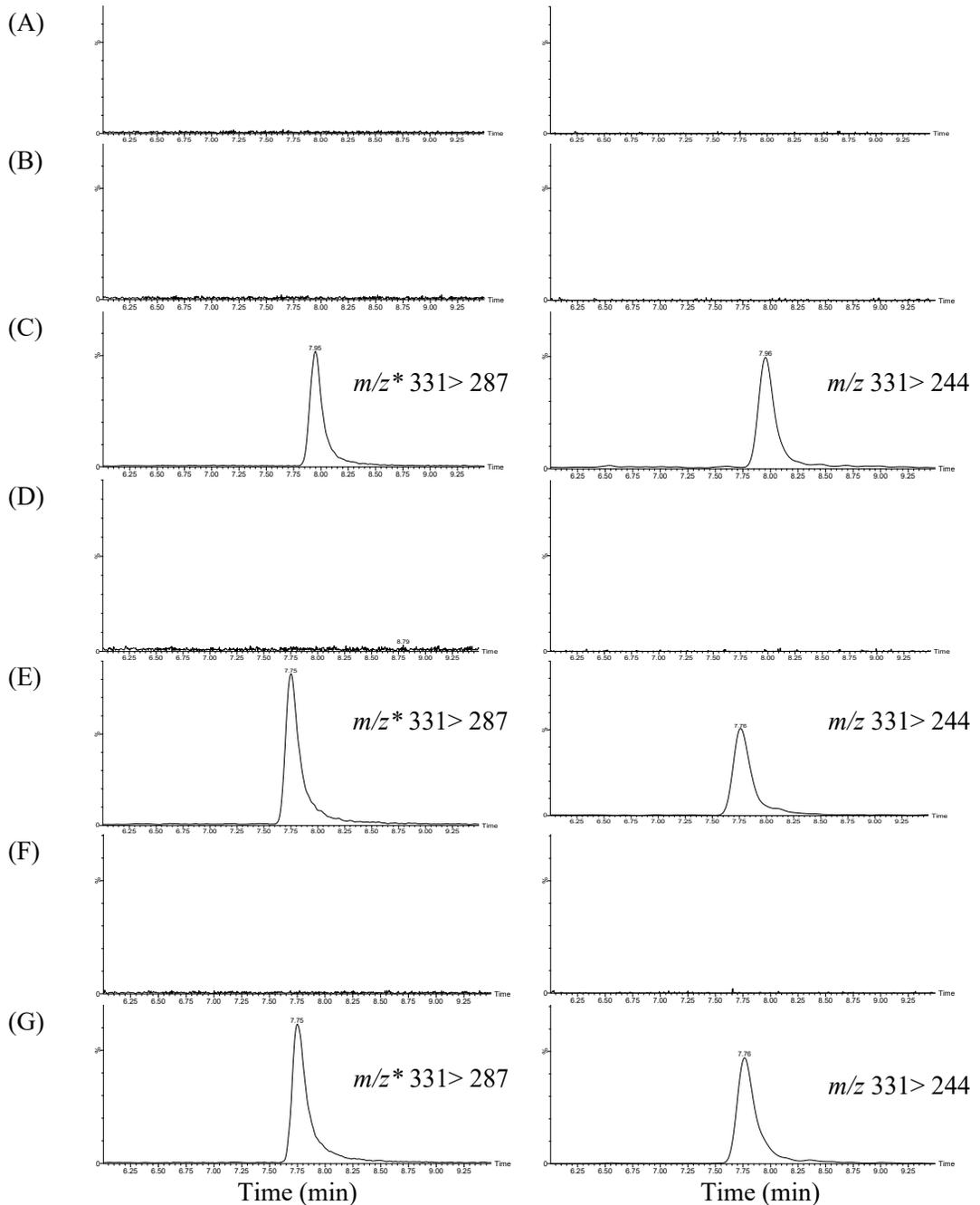
#### 3. 軟膠囊食品之基質效應評估結果

鼠尾草酚所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=22.9583x-16.3588$ ，鼠尾草酸所得標準曲線之線性回歸方程式為 $y=12.9077x-17.9853$ ；鼠尾草酚所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為 $y=22.2113x-10.9903$ ，鼠尾草酸所得基質匹配檢量線之線性回歸方程式為 $y=13.2582x-19.2897$ ，計算所得之基質效應鼠尾草酚及鼠尾草酸分別為3.3%及2.7%，皆低於20%，顯示不具顯著基質效應。



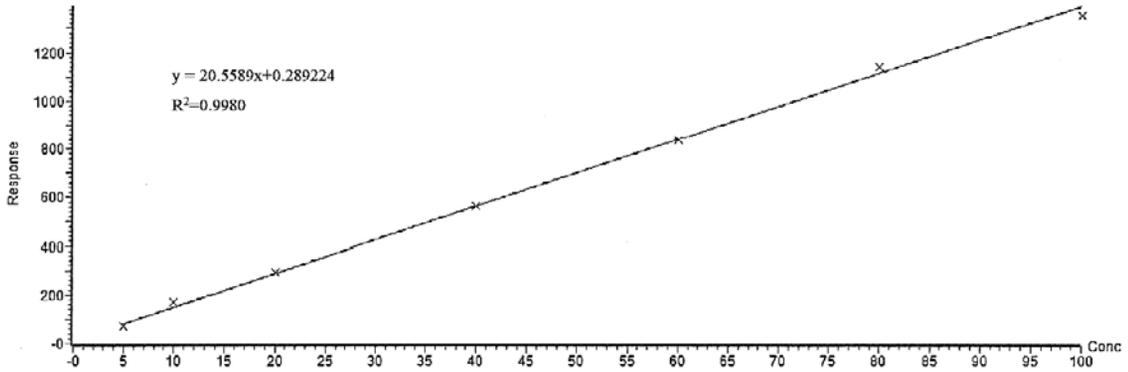
圖一、鼠尾草酚之專一性評估結果

試劑空白試驗(含1%抗壞血酸之50%乙醇溶液)(A)、食用油脂空白基質試驗(B)、食用油脂添加試驗(添加1 mg/kg)(C)、錠狀食品空白基質試驗(D)、錠狀食品添加試驗(添加1 mg/kg)(E)、軟膠囊食品空白基質試驗(F)及軟膠囊食品添加試驗(添加1 mg/kg)(G)所得檢液之MRM層析圖譜，其中 $m/z$  329>285為定量離子對(左)， $m/z$  329>201為定性離子對(右)

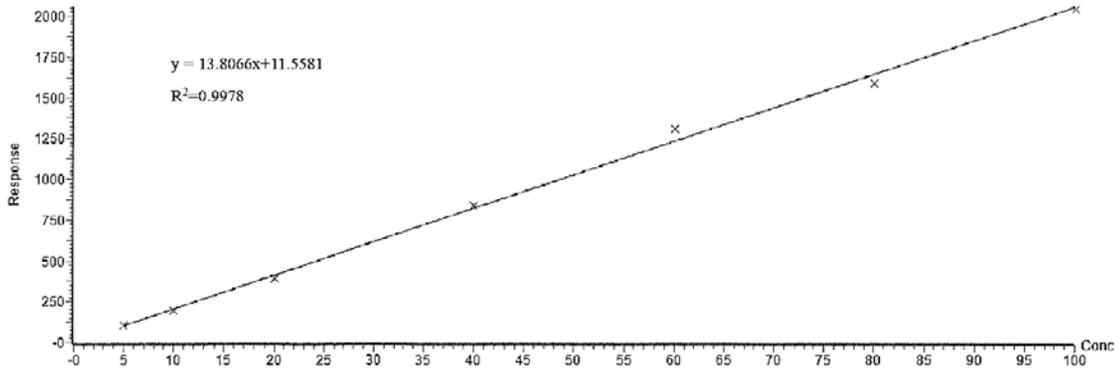


圖二、鼠尾草酸之專一性評估結果

試劑空白試驗(含1%抗壞血酸之50%乙醇溶液)(A)、食用油脂空白基質試驗(B)、食用油脂添加試驗(添加1 mg/kg)(C)、錠狀食品空白基質試驗(D)、錠狀食品添加試驗(添加1 mg/kg)(E)、軟膠囊食品空白基質試驗(F)及軟膠囊食品添加試驗(添加1 mg/kg)(G)所得檢液之MRM層析圖譜，其中 $m/z 331 > 287$ 為定量離子對(左)， $m/z 331 > 244$ 為定性離子對(右)



鼠尾草酚標準曲線



鼠尾草酸標準曲線

圖三、鼠尾草酚及鼠尾草酸之線性評估結果

綜上，鼠尾草酚及鼠尾草酸於前述3種食品基質中，皆無顯著基質效應。爰本檢驗方法後續皆以標準曲線進行定量。

#### 四、定量極限之評估

依二、(五)至(七)操作，進行5重複試驗，測定檢體中鼠尾草酚及鼠尾草酸之含量並計算平均回收率及變異係數，如表二所示，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，又計算層析圖譜中分析物波峰之訊號/雜訊比皆大於10(如表三)，爰本檢驗方法鼠尾草酚及

鼠尾草酸之定量極限皆定為1 mg/kg。

#### 五、準確度及重複性之評估

依二、(五)至(七)操作，進行5重複試驗，測定檢體中鼠尾草酚及鼠尾草酸之含量並計算平均回收率及變異係數，結果如表二所示，其回收率及重複性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重複性。

#### 六、市售產品適用性之評估

利用本檢驗方法分析市售食用油脂、錠狀

## 食用油脂及膠囊錠狀食品中迷迭香萃取物檢驗方法之開發

表二、鼠尾草酚及鼠尾草酸之準確度及重複性評估結果

分析物	基質	添加濃度 (mg/kg)	平均回收 率(%) <sup>a</sup>	變異係數 (%) <sup>a</sup>
鼠尾草酚	食用油脂	1*	99.8	9.3
		5	115.9	2.3
	錠狀食品	1*	101.6	4.2
		5	98.1	1.2
	軟膠囊食品	1*	109.4	3.2
		5	98.6	3.4
鼠尾草酸	食用油脂	1*	114.2	12.0
		5	116.0	4.7
	錠狀食品	1*	112.6	4.7
		5	103.6	2.5
	軟膠囊食品	1*	116.8	8.3
		5	89.4	5.5

\* 本檢驗方法之定量極限

<sup>a</sup> 重複試驗(n=5)

表三、鼠尾草酚及鼠尾草酸之定量極限評估結果

分析物	基質	定量 極限 (mg/kg)	S/N ratio				
			#1	#2	#3	#4	#5
鼠尾 草酚	食用油脂	1	132	127	125	181	150
	錠狀食品	1	102	241	135	294	111
	軟膠囊食品	1	190	193	141	146	223
鼠尾 草酸	食用油脂	1	14	23	21	27	34
	錠狀食品	1	22	28	37	32	17
	軟膠囊食品	1	24	38	38	26	29

食品及軟膠囊食品檢體共15件，其中3件檢體包裝標示含有迷迭香萃取物(分別為錠狀食品A、軟膠囊食品A及食用油脂A)，分析結果如如表四所示，僅食用油脂A檢出鼠尾草酚1.33 mg/kg及鼠尾草酸6.27 mg/kg，合計含有迷迭香萃取物7.6 mg/kg，其餘檢體則皆未檢出鼠尾草酚或鼠尾草酸。其中，食用油脂(排除初榨油、橄欖油及橄欖粕油)使用限量為50 mg/kg以下(以油脂含量計)；3歲以上族群之膠囊、

表四、市售產品中鼠尾草酚及鼠尾草酸之分析結果

檢體序號	檢體名稱	鼠尾草酚(mg/kg)	鼠尾草酸(mg/kg)	產品中含迷迭香標示
1	錠狀食品A	未檢出	未檢出	迷迭香抽出物
2	錠狀食品B	未檢出	未檢出	無標示
3	錠狀食品C	未檢出	未檢出	無標示
4	錠狀食品D	未檢出	未檢出	無標示
5	錠狀食品E	未檢出	未檢出	無標示
1	軟膠囊食品A	未檢出	未檢出	迷迭香萃取物
2	軟膠囊食品B	未檢出	未檢出	無標示
3	軟膠囊食品C	未檢出	未檢出	無標示
4	軟膠囊食品D	未檢出	未檢出	無標示
5	軟膠囊食品E	未檢出	未檢出	無標示
1	食用油脂A	1.3	6.3	迷迭香萃取物(抗氧化劑)
2	食用油脂B	未檢出	未檢出	無標示
3	食用油脂C	未檢出	未檢出	無標示
4	食用油脂E	未檢出	未檢出	無標示
5	食用油脂E	未檢出	未檢出	無標示

註：本檢驗方法鼠尾草酚及鼠尾草酸之定量極限皆為1 mg/kg

錠狀、粉狀及液態膳食補充品使用限量為400 mg/kg以下。市售產品之檢驗結果皆未超過法規之使用限量。

## 結 論

目前我國尚無公開之食品中迷迭香萃取物檢驗方法，而准用迷迭香萃取物之食品基質範圍甚廣，考量常添加迷迭香萃取物之產品，以食用油脂、錠狀食品及軟膠囊食品為多，本研究針對前述3種基質優先開發檢驗方法。所建立之方法以簡易之樣品前處理方式及分析儀器操作，可應用於例行性工作中。後續將公開為建議檢驗方法供外界參考使用，爾後並將持續測試其他類食品基質，擴增方法適用範圍，提升檢驗效能。

## 參考文獻

1. 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=3&id=28129>]。
2. Wang, L., Gan, C., Wang, Z., Liu, L., Gao, M., Li, Q., and Yang, C. 2017. Determination and pharmacokinetic study of three diterpenes in rat plasma by UHPLC-ESI MS/MS after oral administration of *Rosmarinus officinalis* L. extract. *Molecules*. 22(934): 1-12.
3. Ham, H. J., Sardar, S. W., Ishag, A. E. S. A., Choi, J. Y. and Hur, J. H. 2022. Optimization of an analytical method for indoxacarb residues in fourteen medicinal herbs using GC- $\mu$ ECD, GC-MS/MS and LC-MS/MS. *Separations* 9(9): 232-243.
4. 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.

# Development of Test Method for Rosemary Extracts in Edible Oil and Food in Tablet or Capsule Form

HUI-CHUN TSENG, CHUN-JEN FANG, CHE-LUN HSU, YA-TZA LIN, SHOU-CHIEH HUANG, SU-HSIANG TSENG AND DE-YUAN WANG

Division of Research and Analysis, TFDA, MOHW

## ABSTRACT

The analytical method for determining rosemary extracts in foods by the liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) using multiple reaction monitoring (MRM) mode was developed. Dosage of rosemary extracts was estimated by the total amounts of carnosic acid and carnosol. The sample was extracted with acetonitrile, and the supernatant from high speed centrifugation was analyzed by LC-MS/MS. The recoveries of carnosic acid and carnosol spiked in oil, tablets and soft capsule samples at the concentrations of 1 and 5 mg/kg were investigated. The average recoveries of carnosic acid were between 98.1 to 115.9% with coefficient of variation between 1.2 to 9.3% and those of carnosol were between 89.4 to 116.8% with coefficient of variation between 2.5 to 12.0%. Both of the detection limits of carnosic acid and carnosol were 1 mg/kg. Fifteen commercial product samples were analyzed by this method. All the test results were in accordance with the regulation.

Key word: tandem mass spectrometer, extracts of rosemary, carnosic acid, carnosol