

食品中總配醣生物鹼之檢驗方法修正草案總說明

為加強食品中污染物之管理，並依據食品安全衛生管理法第三十八條規定：「各級主管機關執行食品、食品添加物、食品器具、食品容器或包裝及食品用洗潔劑之檢驗，其檢驗方法，經食品檢驗方法諮議會諮議，由中央主管機關定之」，爰擬具「食品中總配醣生物鹼之檢驗方法」修正草案，其修正要點如下：

- 一、修正定量極限之單位。
- 二、增列參考層析圖譜。
- 三、增修訂部分文字。

食品中總配醣生物鹼之檢驗方法修正草案對照表

| 修正規定 | 現行規定 | 說明 |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| <p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於馬鈴薯中總配醣生物鹼 (total glycoalkaloids)，包括α-solanine及α-chaconine之檢驗。</p> <p>2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)分析之方法。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：</p> <p>2.1.1.1. 離子源：電灑離子化 (electrospray ionization, ESI)。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：BEH C18, 1.7 μm，內徑2.1 mm \times 10 cm，或同級品。</p> <p>2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.3. 離心機(Centrifuge)：可達3000 \timesg以上，並具有5$^{\circ}$C以下溫控功能。</p> <p>2.1.4. 超音波振盪器 (Ultrasonicator)。</p> <p>2.2. 試藥：冰醋酸及甲酸均採用殘留量級；乙腈採用液相層析級；去離子水 (比電阻於25$^{\circ}$C可達18 MΩ·cm 以上)；α-solanine 及 α-chaconine對照用標準品。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 容量瓶：10 mL。</p> <p>2.3.2. 離心管：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.3. 濾膜：孔徑0.22 μm，PVDF材質。</p> <p>2.4. 5%醋酸溶液： 取冰醋酸5 mL，加去離子水使成100 mL。</p> <p>2.5. 2%醋酸溶液： 取冰醋酸20 mL，加去離子水使成1000 mL。</p> <p>2.6. 0.1% 甲酸溶液： 取甲酸0.5 mL，加去離子水使成500 mL。</p> <p>2.7. 移動相溶液之調製： 取0.1% 甲酸溶液與乙腈以7：3</p> | <p>1. 適用範圍：本檢驗方法適用於馬鈴薯中總配醣生物鹼 (total glycoalkaloids)，包括α-solanine及α-chaconine之檢驗。</p> <p>2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC-MS/MS)分析之方法。</p> <p>2.1. 裝置：</p> <p>2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：</p> <p>2.1.1.1. 離子源：電灑離子化<u>正離子</u> (positive ion electrospray ionization, <u>ESI⁺</u>)。</p> <p>2.1.1.2. 層析管：BEH C18, 1.7 μm，內徑2.1 mm \times 10 cm，或同級品。</p> <p>2.1.2. 攪拌均質器(Blender)。</p> <p>2.1.3. 離心機(Centrifuge)：可達3000 \timesg以上，並具有5$^{\circ}$C以下溫控功能。</p> <p>2.1.4. 超音波振盪器 (Ultrasonicator)。</p> <p>2.2. 試藥：冰醋酸及甲酸均採用殘留量級；乙腈採用液相層析級；去離子水 (比電阻於25$^{\circ}$C可達18 MΩ·cm 以上)；α-solanine 及 α-chaconine對照用標準品。</p> <p>2.3. 器具及材料：</p> <p>2.3.1. 容量瓶：10 mL及100 mL。</p> <p>2.3.2. 離心管：50 mL，PP材質。</p> <p>2.3.3. 濾膜：孔徑0.22 μm，PVDF材質。</p> <p>2.4. 5%醋酸溶液： 取冰醋酸5 mL，加去離子水使成100 mL。</p> <p>2.5. 2%醋酸溶液： 取冰醋酸20 mL，加去離子水使成1000 mL。</p> <p>2.6. 0.1% 甲酸溶液： 取甲酸0.5 mL，加去離子水使成500 mL。</p> <p>2.7. 移動相溶液之調製：</p> | <p>一、修正定量極限之單位。</p> <p>二、增列參考層析圖譜。</p> <p>三、增修訂部分文字。</p> |

(v/v)之比例混合後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.8. 標準溶液之配製：

取 α -solanine及 α -chaconine對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以5%醋酸溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液，冷藏貯存。臨用時，取適量各標準原液混合，以移動相溶液稀釋至0.025 ~ 10 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

2.9. 檢液之調製：

將檢體細切均質後，取約5 g，精確稱定，置於離心管中，加2%醋酸溶液30 mL，超音波振盪15分鐘，於5°C以3000 $\times g$ 離心5分鐘，取上清液，殘留物加入2%醋酸溶液30 mL，重複上述步驟2次，合併上清液，以2%醋酸溶液定容至100 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。

2.10. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 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多重反應偵測相對離子強度^(註1)鑑別之，並依下列計算式求出檢體中總配醣生物鹼之含量(mg/kg)：

$$(\text{mg/kg}) = \frac{\sum C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中 α -solanine 或 α -chaconine 之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析串聯質譜分析條件^(註2)：

層析管：BEH C18，1.7 μm ，內徑2.1 mm \times 10 cm。

移動相溶液：依2.7.節調製之溶液。

移動相流速：0.25 mL/min。

注入量：10 μL 。

毛細管電壓(Capillary voltage)：3.2 kV。

離子化模式：ESI正離子。

離子源溫度 (Ion source

取0.1% 甲酸溶液與乙腈以7：3 (v/v)之比例混合後，以濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。

2.8. 標準溶液之配製：

取 α -solanine及 α -chaconine對照用標準品各約10 mg，精確稱定，分別以5%醋酸溶液溶解並定容至10 mL，作為標準原液，於4°C貯存。臨用時，取適量各標準原液混合，以移動相溶液稀釋至0.025 ~ 10 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準溶液。

2.9. 檢液之調製：

將檢體細切均質後，取約5 g，精確稱定，置於離心管中，加2%醋酸溶液30 mL，超音波振盪15分鐘，於5°C以3000 $\times g$ 離心5分鐘，取上清液，殘留物加入2%醋酸溶液30 mL，重複上述步驟2次，合併上清液，以2%醋酸溶液定容至100 mL，經濾膜過濾後，供作檢液。

2.10. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各10 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總配醣生物鹼之含量(ppm)：

$$(\text{ppm}) = \frac{\sum C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中 α -solanine 或 α -chaconine 之濃度($\mu\text{g/mL}$)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

液相層析串聯質譜分析條件^(註)：

層析管：BEH C18，1.7 μm ，內徑2.1 mm \times 10 cm。

移動相溶液：依2.7.節調製之溶液。

移動相流速：0.25 mL/min。

注入量：10 μL 。

毛細管電壓(Capillary voltage)：3.2 kV。

離子源溫度 (Ion source

temperature) : 150°C。
 溶媒揮散溫度 (Desolvation temperature) : 400°C。
 偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如下表：

| 分析物 | 前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z) | 進樣錐電壓 (V) | 碰撞能量 (eV) |
|-------------|-----------------------|-----------|-----------|
| α-solanine | 868.5 > 398* | 54 | 80 |
| | 868.5 > 722.5 | 54 | 80 |
| α-chaconine | 852.5 > 706.5* | 44 | 76 |
| | 852.5 > 398 | 44 | 75 |

***定量離子對**

註：1. 相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得(≤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 |

2. 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。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限，α-solanine 及 α-chaconine 均為 0.5 mg/kg。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Sánchez-Maldonado, A. F., Mudge, E., Gänzle, M. G. and Schieber, A. 2014. Extraction and fractionation of phenolic acids and glycoalkaloids from potato peels using acidified water/ethanol-based solvents. Food Res. Int. 65: 27-34.

temperature) : 150°C。
 溶媒揮散溫度 (Desolvation temperature) : 400°C。
 偵測模式：多重反應偵測(multiple reaction monitoring, MRM)。偵測離子、進樣錐電壓(cone voltage)與碰撞能量(collision energy)如下表：

| 分析物 | 前驅離子(m/z) > 產物離子(m/z) | 進樣錐電壓 (V) | 碰撞能量 (eV) |
|-------------|-----------------------|-----------|-----------|
| α-solanine | 868.5 > 398* | 54 | 80 |
| | 868.5 > 722.5 | 54 | 80 |
| α-chaconine | 852.5 > 706.5* | 44 | 76 |
| | 852.5 > 398 | 44 | 75 |

***定量離子對**

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. 相對離子強度由定性離子對與定量離子對之波峰面積相除而得(≤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 |

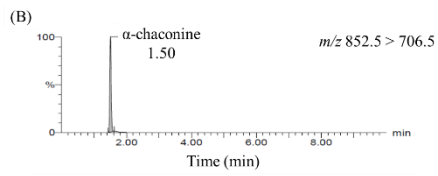
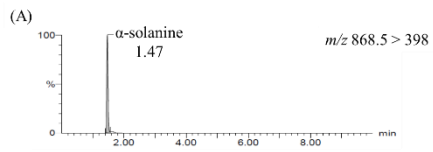
附註：1. 本檢驗方法之定量極限，α-solanine 及 α-chaconine 均為 0.5 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Sánchez Maldonado, A. F., Mudge, E., Gänzle, M. G. and Schieber, A. 2014. Extraction and fractionation of phenolic acids and glycoalkaloids from potato peels using acidified water/ethanol-based solvents. Food Res. Int. 65: 27-34.

參考層析圖譜



圖、以LC-MS/MS分析 α -solanine (A)及 α -chaconine (B)標準品之MRM圖譜