



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3847—2014

出口食品中苯二氮卓类药物的测定
液相色谱-质谱/质谱法

Determination of benzodiazepines content in foods for export—
LC-MS/MS method

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国重庆出入境检验检疫局、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、重庆市进出口食品安全工程技术研究中心。

本标准主要起草人:李贤良、郗存显、曹淑瑞、邓晓军、郑国灿、张雷、王国民。

出口食品中苯二氮卓类药物的测定

液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了保健食品中普拉西泮、去甲西泮、氯氮卓等 22 种苯二氮卓类药物(见附录 A)的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于保健食品(片剂、冲剂、胶囊、糖浆、口服液)中普拉西泮、去甲西泮、氯氮卓等 22 种苯二氮卓类药物的测定和确证。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样中的苯二氮卓类药物用二氯甲烷-乙醚混合溶液提取,提取液经浓缩后,用液相色谱-串联质谱仪测定,内标法定量。

4 试剂和材料

除特殊注明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 甲醇:高效液相色谱级。
- 4.2 乙腈:高效液相色谱级。
- 4.3 二氯甲烷:高效液相色谱级。
- 4.4 乙醚:高效液相色谱级。
- 4.5 乙酸铵。
- 4.6 氢氧化钠。
- 4.7 硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.8 2 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 8 g 氢氧化钠(4.6)溶于 90 mL 水中,冷却至室温,用水定容至 100 mL。
- 4.9 硼砂-氢氧化钠缓冲液:称取 7.6 g 硼砂(4.7)溶解于 900 mL 水中,用氢氧化钠溶液(4.8)调节 pH 值到 11.0 ± 0.1 ,用水稀释到 1 L。
- 4.10 二氯甲烷-乙醚溶液(20+80,体积比):量取 200 mL 二氯甲烷(4.3)和 800 mL 乙醚(4.4),混匀。
- 4.11 乙腈溶液(20+80,体积比):量取 20 mL 乙腈(4.2)和 80 mL 水,混匀,现配现用。
- 4.12 苯二氮卓类药物及同位素内标标准物质:标准物质信息见附录 A。标准物质均为 1.0 mg/mL 的甲醇溶液,同位素内标标准物质为 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 甲醇溶液。
- 4.13 标准中间溶液:用乙腈分别稀释标准物质溶液至浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,于 $0\text{ }^\circ\text{C} \sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存。