



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1957—2007

进出口中药材及其制品中五氯硝基苯 残留量检测方法 气相色谱-质谱法

Determination of quintozone residues in medicinal plant and
their products for import and export—GC-MS method

2007-08-06 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国 发布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

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：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：林安清、许泓、张曼、古珑、何佳、张骏、吴延晖、肖亚兵。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

进出口中药材及其制品中五氯硝基苯 残留量检测方法 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了中药材及其制品中五氯硝基苯残留量气相色谱-质谱检测方法。
本标准适用于人参、人参口服液中五氯硝基苯残留量的测定。

2 方法提要

试样用正己烷-丙酮混合溶液提取,经浓硫酸磺化,气相色谱-质谱法测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,试剂均为分析纯,水为一级水。

- 3.1 正己烷:色谱纯。
- 3.2 丙酮:色谱纯。
- 3.3 浓硫酸:优级纯。
- 3.4 无水硫酸钠:于650℃灼烧4 h,置于干燥器中备用。
- 3.5 硫酸钠溶液:40 g/L。
- 3.6 五氯硝基苯(Quintozene, $C_6Cl_5NO_2$, CAS:82-68-8)标准品:纯度大于等于99%。
- 3.7 五氯硝基苯标准溶液:准确称取适量的五氯硝基苯标准品,用正己烷配制成浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 标准储备液。根据需要用正己烷稀释成适当浓度的标准工作溶液。于0℃~4℃冰箱中保存。
- 3.8 无水硫酸钠柱:80 mm×40 mm(内径)筒形漏斗,底部垫约5 mm高脱脂棉,再装10 g无水硫酸钠(3.4)。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱仪,配电子轰击源(EI)。
- 4.2 涡旋混合器。
- 4.3 高速均质器:24 000 r/min。
- 4.4 离心机:3 000 r/min。
- 4.5 旋转蒸发器。
- 4.6 药材粉碎机。

5 样品制备与保存

取有代表性人参样品约500 g,充分粉碎后过2.0 mm筛。取有代表性样品人参口服液约500 g,混匀,装入洁净容器内,密封并标明标记,于4℃冷藏保存。

在抽样和制样的操作过程中,应防止样品受到污染或发生五氯硝基苯残留物含量的变化。

6 测定步骤

6.1 提取

6.1.1 人参样品

称取5 g(精确至0.01 g)试样于100 mL离心管中,加入50 mL丙酮+正己烷(2+8,体积比)溶液,