

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2440—2010

进出口蜂王浆中咖啡因含量的测定方法 液相色谱-串联质谱法

Determination of caffeine in royal jelly for import and export—
LC-MS/MS

2010-01-10 发布

2010-07-16 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

本标准的附录 A、附录 B 均为资料性附录。

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：中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国湖北出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王美玲、王鹏、魏颖、陈笑梅、戴华。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

进出口蜂王浆中咖啡因含量的测定方法

液相色谱-串联质谱法

1 范围

本方法规定了蜂王浆中咖啡因含量液相色谱-串联质谱法的测定方法。

本方法适用进出口蜂王浆中咖啡因含量测定的制样和测定方法。

2 方法提要

试样中的咖啡因用水提取,沉淀蛋白质后,经 C_{18} 固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱法测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

3.1 乙腈:高效液相色谱级。

3.2 甲醇:高效液相色谱级。

3.3 甲酸:优级纯。

3.4 乙酸铅。

3.5 草酸钾。

3.6 磷酸氢二钠。

3.7 20%乙酸铅溶液:取20 g乙酸铅,溶解水中并定容至100 mL。

3.8 草酸钾-磷酸氢二钠溶液:取草酸钾3 g,磷酸氢二钠7 g,加入100 mL水溶解。

3.9 20%甲醇水溶液:取20 mL甲醇用水定容到100 mL。

3.10 60%甲醇水溶液:取60 mL甲醇用水定容到100 mL。

3.11 0.1%甲酸溶液:准确取1 mL甲酸用水定容到1 000 mL。

3.12 咖啡因(caffeine, $C_8H_{10}N_4O_2$, CAS编号5743-12-4,相对分子质量194.19):纯度大于等于99.8%。

3.13 标准储备溶液:准确称取适量咖啡因标准品,用水溶解配成100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液,4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,本标准溶液在半年内稳定。

3.14 标准工作溶液:临用时用60%甲醇水溶液将标准储备溶液稀释成含咖啡因5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准工作溶液。

3.15 固相萃取柱: C_{18} 固相萃取小柱(250 mg,3 mL)或相当者。使用前用5 mL甲醇和5 mL水预洗。

3.16 0.45 μm 滤膜,有机系。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱-四极杆串联质谱联用仪:带电喷雾(ESI)离子源。

4.2 离心机:4 000 r/min。

4.3 涡旋混匀器:200 r/min~24 000 r/min可调。

4.4 超声波清洗器。

4.5 天平,感量为0.001 g、0.000 1 g。