

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3866—2014

---

### 出口保健食品中酚酞和大黄素的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of phenolphthalein and emodin in health food 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：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：马微、彭涛、代汉慧、陈冬东、李晓娟、王海波、韩广源。

# 出口保健食品中酚酞和大黄素的测定

## 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了出口保健食品中酚酞和大黄素的液相色谱串联质谱测定方法。

本标准适用于减肥片剂、减肥胶囊、减肥散剂、减肥饼干、减肥口服溶液、减肥咖啡和减肥茶中酚酞和大黄素的检测和确证。

### 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

将试样用甲醇超声提取,用甲醇-乙酸铵水溶液稀释;减肥口服溶液试样经甲醇-乙酸铵水溶液直接稀释,用配有电喷雾离子源的液相色谱-质谱/质谱进行测定,外标法定量。

### 4 试剂和材料

除非另有规定外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 甲醇:色谱纯。

4.2 乙酸铵:优级纯。

4.3 10 mmol/L 乙酸铵溶液:精确称取 0.771 g 乙酸铵(4.2),超纯水溶解,稀释至 1 000 mL。

4.4 标准品:酚酞(phenolphthalein),CAS 号 77-09-8,分子式  $C_{20}H_{14}O_4$ ,纯度大于等于 97%;大黄素(emodin),CAS 号 518-82-1,分子式  $C_{15}H_{10}O_5$ ,纯度大于等于 97%。

4.5 标准储备溶液:分别称取 0.01 g(精确至 0.000 1 g)的标准品,大黄素先用少量丙酮溶解,用甲醇定容至 100 mL,酚酞用甲醇溶解并定容至 100 mL。该标准储备溶液置于  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存,有效期 3 个月。

4.6 混合标准中间溶液:分别吸取适量的酚酞和大黄素标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,配成大黄素和酚酞浓度分别为 1 000 ng/mL 和 100 ng/mL 的混合标准中间液。置于  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  保存,有效期 1 周。

4.7 混合标准工作溶液:根据需要用初始比例流动相[7.2.1b)]将混合标准中间溶液(4.6)逐级稀释成适当浓度的混合标准工作溶液,需现用现配。

4.8 有机相滤膜:孔径  $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪:配有电喷雾离子源。