

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1951—2007

SN/T 1951—2007

进出口保健食品中伐地那非、西地那非、 他达那非的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of vardenafil, sildenafil and tadalafil in health
foods for import and export—LC-MS/MS method

中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
进出口保健食品中伐地那非、西地那非、
他达那非的检测方法
液相色谱-质谱/质谱法
SN/T 1951—2007

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 29 千字
2007年11月第一版 2007年11月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-18233 定价 12.00 元



SN/T 1951—2007

2007-08-06 发布

2008-03-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

Annex B
(informative)

Extracted ion current chromatograms for a mixture of vardenafil,
sildenafil and tadalafil standard

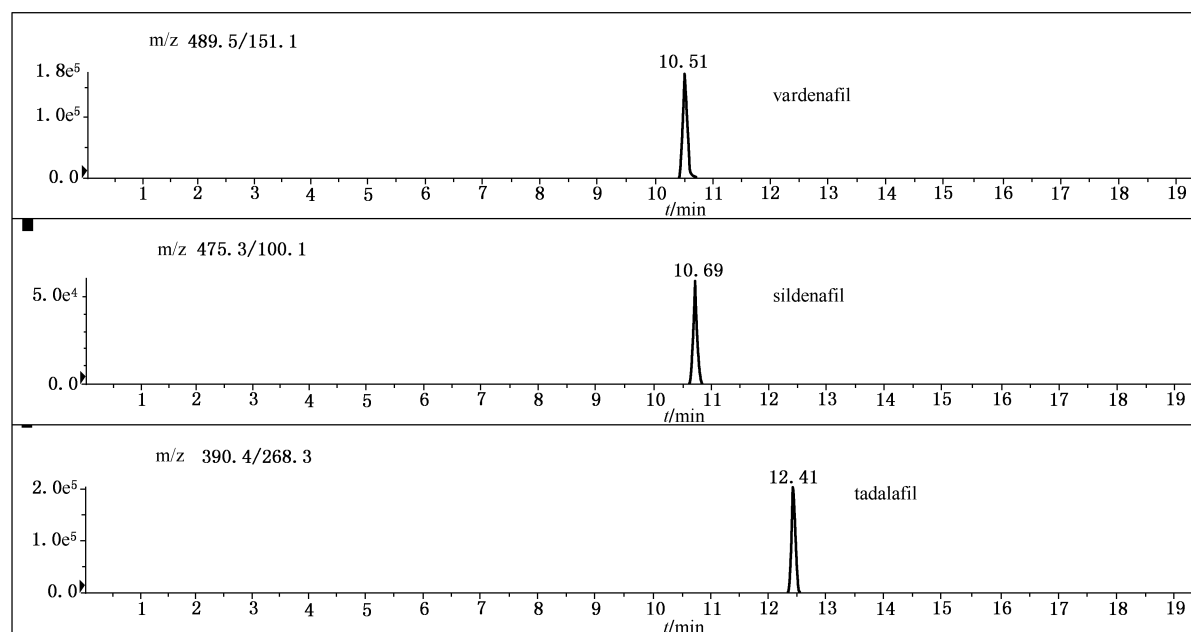


Figure B.1—Extracted ion current chromatograms for
a mixture of vardenafil, sildenafil and tadalafil standard

前 言

本标准的附录 A 和附录 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。
本标准由中华人民共和国湖南出入境检验检疫局起草。
本标准主要起草人:王美玲、万向阳、戴华、李拥军、王正良、王象贤、黄萍。
本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

Spike 0.010 mg/L~0.10 mg/L in oral solution, the recovery is 85.4%~108%.

3.2.3 According to the experiment data, the fortified concentrations of tadalafil in health foods and its corresponding recoveries are:

Spike 1.0 mg/kg~10 mg/kg in capsule, troche and soft capsule, the recovery is 81.5%~108%.

Spike 0.010 mg/L~0.10 mg/L in oral solution, the recovery is 85.7%~100%.

进出口保健食品中伐地那非、西地那非、 他达那非的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本标准规定了保健食品中伐地那非、西地那非、他达那非的液相色谱-质谱/质谱检测方法。
本标准适用于片剂、胶囊剂和口服液剂类保健食品中伐地那非、西地那非、他达那非的检测。

2 测定方法

2.1 方法提要

片剂、胶囊剂试样中的伐地那非、西地那非、他达那非用甲醇超声提取,提取液经稀释后过滤。口服溶液剂经直接稀释后过滤,用配有电喷雾离子源的液相色谱-质谱/质谱仪进行测定,外标法定量。

2.2 试剂和材料

所有试剂除特殊注明外,均为分析纯,水为二次蒸馏水。

2.2.1 乙腈:高效液相色谱级。

2.2.2 甲醇:高效液相色谱级。

2.2.3 冰乙酸:优级纯。

2.2.4 盐酸:优级纯。

2.2.5 0.1 mol/L 盐酸+甲醇混合液(9+1,体积比)。

2.2.6 伐地那非(vardenafil, CAS号:224785-90-4,分子式: $C_{23}H_{32}N_6O_4S \cdot HCl \cdot 3H_2O$)标准品:纯度大于等于99.5%。

2.2.7 西地那非(Sildenafil, CAS号:139755-83-2,分子式: $C_{22}H_{30}N_6O_4S$)标准品:纯度大于等于99.5%。

2.2.8 他达那非(tadalafil, CAS号:171596-29-5,分子式: $C_{22}H_{19}N_3O_4$)标准品:纯度大于等于99.5%。

2.2.9 标准溶液:分别准确称取适量伐地那非、西地那非、他达那非标准品,用甲醇配制成浓度为10 μ g/mL的混合标准储备液,于4℃下保存。根据需要用0.1 mol/L 盐酸+甲醇混合液(2.2.5)将标准储备液稀释成1 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、10 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL的混合标准工作溶液。

2.3 仪器和设备

2.3.1 高效液相色谱-质谱/质谱仪:三重四极杆质谱检测器,配电喷雾离子源(ESI)。

2.3.2 超声波清洗器。

2.3.3 旋涡混匀器。

2.3.4 电子天平:感量1 mg。

2.3.5 研钵。

2.4 测定步骤

2.4.1 试样的制备

2.4.1.1 片剂

随机取同一批号的供试品20片,研细为试样。