

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4261—2015

出口中药材中苯并(*a*)芘残留量的测定

Determination of benzo(*a*)pyrene residue in Chinese herbal medicine for export

2015-05-26 发布

2016-01-01 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：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局。

本标准起草人：何强、孔祥虹、李建华、李高华、吴双民、张莹、邹阳、张璐、李莹、付骋宇。

出口中药材中苯并(a)芘残留量的测定

1 范围

本标准规定了中药材中苯并(a)芘残留量的气相色谱-串联质谱测定方法及高效液相色谱测定方法。

本标准第一法和第二法均适用于熟地黄、人参、黄芪、甘草、半夏、番泻叶、菊花、枸杞、苦杏仁、绞股蓝、茯苓、僵蚕、蜂胶等中药材中苯并(a)芘残留量的测定,第一法可以对苯并(a)芘进行确证。

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

第一法 气相色谱-串联质谱法

3 方法提要

试样用水浸泡后,用正己烷萃取,硅胶固相萃取柱和聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚物固相萃取柱净化,用气相色谱-串联质谱仪进行测定和确证,内标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 正己烷:HPLC级。
- 4.2 二氯甲烷:HPLC级。
- 4.3 正己烷-二氯甲烷(3+1,体积比):量取 300 mL 正己烷与 100 mL 二氯甲烷混合均匀。
- 4.4 苯并(a)芘标准物质(Benzo(a)pyrene, $C_{20}H_{12}$, CAS号:50-32-8):纯度大于等于 99%。
- 4.5 D_{12} -苯并芘内标物(Benzo(a)pyrene- D_{12} , $C_{20}D_{12}$, CAS号:63466-71-7):纯度大于等于 98%。
- 4.6 苯并(a)芘标准储备溶液:准确称取适量的苯并(a)芘标准物质,用二氯甲烷配制成 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.7 D_{12} -苯并芘内标物储备溶液:准确称取适量的 D_{12} -苯并芘标准物质,用正己烷配制成 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备溶液,或市购 D_{12} -苯并芘标准溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.8 D_{12} -苯并芘内标物工作溶液:将 D_{12} -苯并芘内标物储备溶液用正己烷逐级稀释,配制成 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.9 系列标准工作溶液:取一定量的苯并(a)芘标准溶液和 D_{12} -苯并芘内标物溶液混合,用正己烷定容,配制成苯并(a)芘浓度为 2 ng/mL ~100 ng/mL , D_{12} -苯并芘均为 10 ng/mL 的系列标准溶液,0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。
- 4.10 硅胶固相萃取柱:1 g/6 mL。